

Erkan UĞURLU



**İSKENDERUN TEKNİK**  
ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

SU ÜRÜNLERİ ANABİLİM DALI

**DOKTORA  
TEZİ**

**BAZI DENİZEL  
BİYOMATERYALLERİN  
ELDESİ ve BİYOSORBENT  
OLARAK KULLANILMASI**

**Erkan UĞURLU**

SU ÜRÜNLERİ  
ANABİLİM DALI

ŞUBAT 2023

ŞUBAT 2023





**BAZI DENİZEL BİYOMATERYALLERİN ELDESİ ve BİYOSORBENT  
OLARAK KULLANILMASI**

**Erkan UĞURLU**

**DOKTORA  
SU ÜRÜNLERİ ANABİLİM DALI**

**İSKENDERUN TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**Şubat 2023**

Erkan UĞURLU tarafından hazırlanan “BAZI DENİZEL BİYOMATERYALLERİN ELDESİ ve BİYOSORBENT OLARAK KULLANILMASI” adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından OY BİRLİĞİ ile İskenderun Teknik Üniversitesi Su Ürünleri Anabilim Dalında DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

**Danışman:** Doç. Dr. Önder DUYSAK

Su Ürünleri Anabilim Dalı, İskenderun Teknik Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

**Başkan:** Doç. Dr. Önder DUYSAK

Deniz Bilimleri Anabilim Dalı, İskenderun Teknik Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

**Üye:** Prof. Dr. Selin SAYIN

Deniz Teknolojileri Anabilim Dalı, İskenderun Teknik Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

**Üye:** Prof. Dr. Eyüp İlker SAYGILI

Biyokimya Anabilim Dalı, Sanko Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

**Üye:** Prof. Dr. Meltem EKEN

Deniz Bilimleri Anabilim Dalı, İskenderun Teknik Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

**Üye:** Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ

Kimya Anabilim Dalı, Çukurova Üniversitesi

Bu tezin, kapsam ve kalite olarak Doktora Tezi olduğunu onaylıyorum.

Tez Savunma

03/02/2023

Tarihi:

Jüri tarafından kabul edilen bu tezin Doktora Tezi olması için gerekli şartları yerine getirdiğini onaylıyorum.

.....

Doç. Dr. Ersin BAHÇECİ

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

## ETİK BEYAN

İskenderun Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- Yükseköğretim Kuruluna gönderilen kopya ile tarafından Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'ne verilen basılı ve/veya elektronik kopyaların birebir aynı olduğunu,
- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmada yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

İmza

Erkan UĞURLU

.././.....

BAZI DENİZEL BİYOMATERYALLERİN ELDESİ ve BİYOSORBENT OLARAK  
KULLANILMASI  
(Doktora Tezi)

Erkan UĞURLU

İSKENDERUN TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Şubat 2023

ÖZET

Bu çalışmada, istilacı denizkestanesi *Diadema setosum*' dan kolajen ve kahverengi makro alg *Sargassum vulgare* türünden aljinat elde edilmiştir. Elde edilen aljinat ile kolajen, aljinat ve farklı oranlarda AK1 (2:1) ve AK2 (3:1) boncukları hazırlanmıştır. Elde edilen bu biyomalzemeler ile sucul ekosistemde yaşayan canlılar ve insan sağlığı için toksik olan Pb (II) giderimi hedeflenmiştir. Giderim çalışmalarında, biyosorban mekanizmasını etkileyen biyosorban dozajı, pH, temas süresi ve başlangıç çözeltilerinin biyosorpsiyon verimine etkileri incelenmiştir. Biyosorbent miktarının etkisinin belirlenmesi için yapılan çalışmada, Pb (II) biyosorpsiyon verimi 0,75 g biyosorbent dozajında ise sırasıyla %92,64, %87,08 ve %88,68 ile en yüksek biyosorpsiyon verimine ulaşmıştır. pH 3, 4 ve 5 değerlikte giderim verimleri sırasıyla Aljinat; %67,92, %71,16 ve %76,52, AK1; %53,48, %48,96 ve % 48,52 ve AK2; %61,08, %55,52 ve %58,44 belirlenmiştir. Aljinat boncuklarında süre arttıkça parçalanma gözlenmiştir. AK1 boncuklarında parçalanma gözlenmemesinin yanı sıra, süre arttıkça AK1 boncuklarının boyutlarında büyüme (şişme) gözlenmiş, 360. dakikaya kadar Pb (II) giderimi devam etmiştir. Aljinat boncuklarında yapısal olarak parçalanmalar görülmüş, boyut ve şekil olarak da değişim tespit edilmiştir. AK1 boncuğundaki giderim 100, 200 ve 300 ppm için sırasıyla 2,44 ppm, 6,96 ppm ve 24,96 ppm tespit edilmiş, %96,2, %96,52 ve %91,68 giderim sağlanmıştır. Bu deney aşamasında da diğer deney aşamalarında olduğu gibi en az deformasyona uğrayan biyosorbent AK1 boncukları olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle AK1 biyomalzemesinin asidik koşullarda Pb (II) içeren atık sularından, Pb (II) uzaklaştırılması için potansiyel biyosorbent adayı olabilecek nitelikte olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca bu denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan elde edilerek karakterizasyonları yapılmış, bu istilacı denizkestanesinin çeşitli alanlara entegre edilerek alternatif biyomateryal malzemeleri üretilmesi ile ekonomiye kazandırılması amaçlanmıştır. Böylece insan gıdası olarak tüketilmeyen ve ekonomik öneme sahip olmayan bu istilacı denizkestanesinin iç organlarından kolajen elde etmenin yanı sıra, kabuk ve dikenlerinden de faydalı biyomateryaller elde edilmiştir. Bir bütün olarak, farklı alanlarda kullanılacak farklı biyomalzemeler elde edilse de komple bir canlının farklı yöntemlerle işlenerek, neredeyse hiçbir atıksızın biyomalzeme üretiminde kullanılması söz konusu olmuş ve böylece elde edilen bu farklı biyomalzemelerin ekonomiye kazandırılması olasılığı ortaya konmuştur. Bu durum hem ülke ekonomisine gelir sağlarken, farklı iş kollarının ileride oluşmasına olanak sağlayacağı gibi, ekolojik olarak da denizkestanesinin endemik türler üzerinde oluşturduğu baskının da kontrol altına alınmasını sağlayacaktır.

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK 2211-C Yurtiçi Öncelikli Alanlar Doktora Burs Programı), Yükseköğretim Kurulu (100/2000 YÖK Doktora Bursu Programı) ve İskenderun Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü (2021LTP-03) tarafından desteklenmiştir.

Anahtar Kelimeler : Kolajen, aljinat, biyomalzeme, biyosorpsiyon, İskenderun körfezi  
Sayfa Adedi : 132  
Danışman : Doç. Dr. Önder DUYSAK

OBTAINING SOME MARINE BIOMATERIALS AND USING AS BIOORBENT  
(Ph. D. Thesis)

Erkan UĞURLU

ISKENDERUN TECHNICAL UNIVERSITY  
INSTITUTE OF GRADUATE STUDIES

February 2023

ABSTRACT

In this study, collagen was obtained from the invasive sea urchin *Diadema setosum* and alginate from the brown macroalgae *Sargassum vulgare*. The resulting alginate and collagen, alginate and AC1 (2:1), and AC2 (3:1) beads were prepared. These biomaterials obtained in this study, it is aimed to remove Pb (II) from the aqueous solution, which is toxic to aquatic organisms and human health. In the removal studies, the effects of biosorbent dosage, pH, contact time and initial solution concentration, which affect the biosorption mechanism, on the biosorption efficiency were investigated. In the study carried out to determine the effect of biosorbent amount, Pb (II) biosorption efficiency increased with increasing biosorbent amount and reached the highest biosorption efficiency with 92.64%, 87.08%, and 88.68%, respectively, at 0.75 g biosorbent dosage. At pH 3, 4 and 5, the removal efficiencies were 67.92%, 71.16% and 76.52% for alginate, 53.48%, 48.96% and 48.52% for AC1, and 61.08%, 55.52% and 58.44% for AC2, respectively. As the time of alginate beads increased, fragmentation occurred was observed. No degradation was observed in the AC1 biosorbent, and as the time increased, the size of the AC1 beads increased (swelled). However, structural fragmentation was observed in alginate beads. In addition, changes in size and shape were detected. Removal of AC1 bead was determined as 2.44 ppm, 6.96 ppm and 24.96 ppm for 100, 200 and 300 ppm, respectively. The removal rates were calculated as 96.2%, 96.52% and 91.68%, respectively. It was determined that AC1 beads were the least deformed biosorbent in this experimental stage, as in the other experimental stages. For this reason, it has been determined that AC1 biomaterial can be a potential biosorbent candidate for the removal of Pb (II) from wastewater containing Pb (II) under acidic conditions. In addition, chitin and chitosan were obtained from the testa and spines of the invasive sea urchin *D. setosum*, and it was aimed to integrate this invasive sea urchin into the economy by producing alternative biomaterial materials. Thus, in addition to obtaining collagen from *D. setosum*, which is not consumed and has no economic importance, useful bio-materials were obtained from its testa and spines. As a whole, although different biomaterials that can be used in different fields are obtained, a complete living thing has been processed with different methods and used in the production of biomaterials with almost no waste. In addition, the possibility of bringing these different biomaterials to the economy has been revealed. This situation will not only provide income to the country's economy, but also allow the formation of different business lines in the future, and will ensure that the population pressure of the sea urchin on endemic species using similar habitats will be controlled ecologically.

This study was supported by the Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK-2211/C National PhD Scholarship Program for Priority Areas), Council of Higher Education (100/2000 PhD scholarship program) and Iskenderun Technical University Scientific Research Projects Coordinatorship (2021LTP-03).

Key Words : Collagen, alginate, biomaterial, biosorption, İskenderun bay.  
Page Number : 132  
Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Önder DUYSAK

## TEŞEKKÜR

Doktora eğitimimin başından sonuna kadar yanımda olup emeğini, desteğini benden esirgemeyen, çalışma boyunca motivasyonumu artıran, doktora eğitimim esnasında büyük bir sabır ve özveri gösteren danışmanım sayın Doç. Dr. Önder DUYSAK'a teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımın deney düzeneği aşamasında ve analizlerin yorumlanmasında kıymetli bilgilerini ve değerli vakitlerini esirgemeyen sayın Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ ve Dr. Öğr. Üyesi Gökmen SİĞİRCİK'a teşekkür ederim.

Doktora tez çalışmalarımındaki deneylerin yürütülmesinde ve değerli bilgilerini benden esirgemeyen sayın Dr. Öğr. Üyesi Serdar DOĞAN'a çok teşekkür eder ve saygılarımı sunarım. Ayrıca metal analizlerinin yapılmasında ve yorumlanmasında yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Murat FARSAK hocama teşekkür ederim.

Doktora eğitimim boyunca yanımda olup bana her türlü imkânı sağlayan, desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen sevgili aileme teşekkür ederim. Doktora eğitimim boyunca beni cesaretlendiren, yanımda olan tüm dostlarıma teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımın yürütülmesinde katkılarından dolayı 100/2000 YÖK Doktora Bursu, TÜBİTAK 2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Doktora Burs Programı ve İskenderun Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü'ne (2021LTP-03) teşekkürlerimi sunarım.

6 Şubat 2023 tarihinde saat 04:17’de Hatay ilinde gerçekleşen “Asrın Felaketi” olarak nitelendirilen depremde hayatını kaybedenlere ve bütün depremzedelere...



**İÇİNDEKİLER****Sayfa**

ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İTHAF.....	vii
İÇİNDEKİLER.....	viii
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xii
ŞEKİLLERİN LİSTESİ.....	xiii
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xvi
1.GİRİŞ.....	1
1.1. Su Kirliliği ve Önemi.....	3
1.2. Metal kirliliği.....	4
1.3. Metallerin Çevre ve İnsan Sağlığına Etkileri.....	4
1.4. Kurşun (Pb) Metali.....	5
1.5. Metal Giderim Yöntemleri.....	6
1.5.1. Ters osmoz.....	7
1.5.2. Ultrafiltrasyon.....	7
1.5.3. İyon değişimi.....	8
1.5.4. Kimyasal çöktürme.....	8
1.5.5. Fitoremediasyon.....	8
1.6. Biyosorbsiyon.....	8
1.6.1. Biyosorbsiyonu etkileyen faktörler.....	8

	<b>Sayfa</b>
1.7. Biyosorpsiyon Yönteminin Avantajları .....	10
1.8. Biyosorpsiyon Yönteminin Dezavantajları .....	10
1.9. Kolajen, Özellikleri ve Kullanım Alanları .....	10
1.9.1. Kolajenin yapısı .....	11
1.9.2. Kolajenin çeşitleri ve özellikleri .....	11
1.9.3. Kolajen kaynakları .....	11
1.9.4. Kullanım alanları.....	12
1.10. Kitin ve Kitosanın Özellikleri ve Kullanım Alanları .....	13
1.10.1. Kitin ve kitosanın yapısı .....	13
1.10.2. Kullanım alanları.....	13
1.11. Aljinat, Özellikleri ve Kullanım Alanları.....	14
1.11.1. Aljinatın yapısı .....	14
1.11.2. Aljinatın kullanım alanları .....	14
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	18
3. MATERYAL ve YÖNTEM .....	23
3.1 Materyal.....	23
3.1.1. <i>Diadema setosum</i> türünün biyolojik özellikleri .....	23
3.1.2. <i>Sargassum vulgare</i> türünün biyolojik özellikleri.....	24
3.2. Örneklerin Toplanması ve Hazırlanması .....	25
3.2.1. <i>Diadema setosum</i> örneklerinin hazırlanması .....	25
3.2.2. <i>Sargassum vulgare</i> örneklerinin hazırlanması .....	26
3.2.3. Kurşun (Pb) çözeltilisinin hazırlanması .....	26
3.3. Kullanılan Kimyasallar .....	27
3.4. Kullanılan Aletler .....	27

## Sayfa

3.5. Yöntem .....	27
3.5.1. Denizkestanesinin ( <i>D. setosum</i> ) morfolometrik ölçümleri.....	27
3.5.2. Denizkestanesinden kolajen eldesi.....	30
3.5.3. Denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan eldesi .....	32
3.5.4. Kahverengi Makro Alg ( <i>Sargassum vulgare</i> )’den aljinat eldesi.....	36
3.6. Biyosorbent Boncukların Hazırlanması .....	38
3.7. Biyosorbent Boncukların SEM ve EDS Analizi .....	38
3.8. Biyosorpsiyon Çalışmaları.....	39
4. BULGULAR .....	42
4.1. <i>Diadema setosum</i> ’un Boy Ağırlık İlişkisi ve Gonadosomatik İndeksi.....	42
4.2. Örneklerin Protein, Lipid, Kül ve Amino Asit Analizleri.....	42
4.2.1. Protein, lipid, kül analizleri.....	42
4.2.2. Amino asit içerikleri.....	43
4.3. İstilacı Denizkestanesinden Elde Edilen Kolajen .....	44
4.3.1 Kolajenin verimi .....	44
4.3.2. Kolajenin SDS-Page analizi.....	44
4.3.3. Kolajenin FTIR analizi.....	45
4.3.4. Kolajenin SEM analizi .....	46
4.4. <i>D. setosum</i> ’dan Elde Edilen Kitin ve Kitosan.....	47
4.4.1. Kitin ve kitosanın verimi.....	47
4.4.2. Kitosanın çözünürlüğü .....	48
4.4.3. Kitin ve kitosanın asetilasyon (%DA) ve deasetilasyon (%DD) .....	48
4.4.4. Kristal İndeksi (CrI) .....	48

	<b>Sayfa</b>
4.4.5. Kitin ve kitosanın FTIR analizi.....	48
4.4.6. Kitin ve kitosanınXRD analizi.....	52
4.4.7. Kitin ve kitosanın SEM analizi .....	54
4.5. Kahverengi Makro Alg ( <i>Sargassum vulgare</i> )’den Aljinat.....	55
4.5.1. Aljinatın verimi .....	55
4.5.2. Aljinatın SEM analizi.....	55
4.5.3. Aljinatın FTIR analizi .....	56
4.6. Biyosorbent Boncukların SEM ve EDS Analizi .....	57
4.6.1. Boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM analizleri.....	57
4.7. Pb (II) İyonlarının Biyosorpsiyon Deneyleri .....	59
4.7.1. pH etkisi .....	59
4.7.2. Biyosorbent miktarının etkisi .....	61
4.7.3. Temas süresinin etkisi .....	62
4.7.4. Başlangıç konsantrasyonunun etkisi .....	63
4.8. Boncukların Biyosorpsiyon Sonrası SEM ve EDS Analizleri.....	65
5. TARTIŞMA .....	68
5.1. <i>Diadema setosum</i> ’un Boy Ağırlık İlişkisi ve Gonadosomatik İndeksi.....	69
5.1.1. Boy-ağırlık ilişkisi (LWRs) .....	69
5.1.2. Gonadosomatik İndeks değerleri (GSI) .....	70
5.2. Protein, Lipid ve Kül ve Amino Asit Analizleri .....	70
5.3. Denizkestanesinde Elde Edilen Kolajen .....	72
5.3.1. Verim .....	72
5.3.2. SDS-Page analizi .....	73

	<b>Sayfa</b>
5.3.3. FTIR analizi .....	73
5.3.4. SEM analizi.....	74
5.4. Denizkestanesinden Elde Edilen Kitin ve Kitosan.....	74
5.4.1. Verim .....	74
5.4.2. Kitosanın çözünürlüğü .....	74
5.4.3. FTIR analizi .....	75
5.4.4. SEM analizi.....	75
5.5. Kahverengi Makro Alg Sargassum vulgare'den Elde Edilen Aljinat .....	75
5.5.1. Verim .....	75
5.5.2. SEM analizi.....	76
5.5.3. FTIR analizi .....	76
5.6. Pb (II) Giderim Deneyleri .....	76
5.6.1. pH'ın etkisi.....	76
5.6.2. Biyosorbent miktarının etkisi.....	78
5.6.3. Temas süresinin etkisi .....	78
5.6.4. Başlangıç konsantrasyonunun etkisi .....	79
5.6.5. Pb (II) giderimi sonrası boncukların SEM-EDS analizler .....	80
6. SONUÇ VE ÖNERİLER .....	81
KAYNAKLAR .....	88
DİZİN.....	109

**ÇİZELGELERİN LİSTESİ**

<b>Çizelge</b>	<b>Sayfa</b>
Çizelge 1.1. Kurşun elementinin özellikleri .....	5
Çizelge 1.2. Metal gideriminde kullanılan geleneksel yöntemler.....	7
Çizelge 4.1. <i>D. setosum</i> türünün morfolojik ölçümleri.....	42
Çizelge 4.2. <i>D. setosum</i> ve <i>S. vulgare</i> proximate analiz sonuçları.....	42
Çizelge 4.3. <i>D. setosum</i> 'dan elde edilen kolajenin amino asit içeriği .....	44
Çizelge 4.4. <i>D. setosum</i> kolajenin FTIR bantları.....	45
Çizelge 4.5. <i>D. setosum</i> kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitinin FTIR bantları .....	49
Çizelge 4.6. <i>D. setosum</i> kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitosanın FTIR bantları.....	51

**ŞEKİLLERİN LİSTESİ**

<b>Şekil</b>	<b>Sayfa</b>
Şekil 1.1. Kurşun (Pb) kirliliği kaynakları.....	6
Şekil 3.1. Kitin ve kitosanın üretim aşaması.....	33
Şekil 4.1. <i>D. setosum</i> kolajenin amino asit oranları (%)......	43
Şekil 4.2. Farklı pH'larda Pb (II) giderim derişimleri .....	60
Şekil 4.3. Pb (II) gideriminde pH 'ın etkisi (%).....	60
Şekil 4.4. Farklı biyosorbent miktarlarında Pb (II) giderim derişimleri.....	61
Şekil 4.5. Pb (II) giderimin de biyosorbent dozunun etkisi (%).....	61
Şekil 4.6. Farklı sürelerde Pb (II) giderim derişimleri.....	62
Şekil 4.7. Pb (II) giderimin de temas süresinin etkisi (%).....	63
Şekil 4.8. Farklı Pb (II) giderim konsantrasyonları .....	63
Şekil 4.9. Pb (II) giderimin de başlangıç konsantrasyonun etkisi (%).....	64

## RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 3.1. İstilacı denizkestanesi <i>Diadema setosum</i> .....	24
Resim 3.2. Kahverengi makro alg <i>Sargassum vulgare</i> .....	25
Resim 3.3. <i>D. setosum</i> ve <i>S. vulgare</i> 'nin toplanması.....	25
Resim 3.4. <i>D. setosum</i> kabuk ve dikenleri.....	26
Resim 3.5. <i>S. vulgare</i> 'nin toz formu.....	26
Resim 3.6. Örneklerin ham kül analizleri.....	28
Resim 3.7. Örneklerin lipid analizleri.....	29
Resim 3.8. Örneklerin ham protein analizleri.....	30
Resim 3.9. <i>D. setosum</i> 'dan elde edilen kolajen.....	31
Resim 3.10. <i>D. setosum</i> kabuk ve dikenlerinin toz formu.....	33
Resim 3.11. <i>S. vulgare</i> 'den elde edilen aljinat.....	37
Resim 3.12. Farklı oranlarda hazırlanmış biyosorbent boncuklar.....	38
Resim 3.13. Çalışma da kullanılan pH metre.....	39
Resim 3.14. Pb konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan AAS cihazı.....	39
Resim 3.15. Biyosorpsiyon deneyleri.....	41
Resim 4.1. <i>D. setosum</i> 'dan elde edilen kolajenin SDS-Page analizi.....	45
Resim 4.2. <i>D. setosum</i> kolajenin FTIR spektrumu.....	46
Resim 4.3. <i>D. setosum</i> kolajenin SEM görüntüleri.....	47
Resim 4.4. <i>D. setosum</i> kabuğundan elde edilen kitinin (T-CT) FTIR spektrumu.....	49
Resim 4.5. <i>D. setosum</i> dikenlerinden elde edilen kitinin (S-CT) FTIR spektrumu.....	50
Resim 4.6. <i>D. setosum</i> kabuğundan elde edilen kitosanın (T-CS) FTIR spektrumu.....	51
Resim 4.7. <i>D. setosum</i> dikenlerinden elde edilen kitosanın (S-CS) FTIR spektrumu.....	52



<b>Resim</b>	<b>Sayfa</b>
Resim 4.8. <i>D. setosum</i> kabuklarından elde edilen kitinin XRD analizi.....	52
Resim 4.9. <i>D. setosum</i> dikenlerinden elde edilen kitinin XRD analizi.....	53
Resim 4.10. <i>D. setosum</i> kabuklarından elde edilen kitosanın XRD analiz.....	53
Resim 4.11. <i>D. setosum</i> dikenlerinden elde edilen kitosanın XRD analizi .....	54
Resim 4.12. <i>D. setosum</i> 'dan elde edilen kitin ve kitosanın SEM görüntüleri .....	55
Resim 4.13. <i>S. vulgare</i> ve elde edilen aljinatın SEM görüntüleri.....	56
Resim 4.14. <i>S. vulgare</i> 'den elde edilen aljinatın FTIR spektrumu.....	56
Resim 4.15. Aljinat boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri .....	57
Resim 4.16. AK1 boncuklarının biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri .....	58
Resim 4.17. AK2 boncuklarının biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri .....	59
Resim 4.18. Aljinat boncuklarının biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizi .....	65
Resim 4.19. AK1 boncuklarının biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizi.....	66
Resim 4.20. AK2 boncuklarının biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizi.....	67

## SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklamalar</b>
° C	Santigrat derece
cm	Santimetre
kg	Kilogram
km <sup>2</sup>	Kilometrekare
kWh/m <sup>2</sup>	1 metrekareye düşen kilowat saat
m	Metre
m <sup>2</sup>	Metrekare

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklamalar</b>
Al	Alüminyum
Ca	Kalsiyum
cm	Santimetre
cm <sup>2</sup>	Santimetre kare
C <sub>32</sub> H <sub>52</sub> O <sub>20</sub> N <sub>4</sub>	Kitin kimyasal fomülü
ddH <sub>2</sub> O	Ultra saf ve steril su
g	Gram
H <sub>2</sub> O	Su kimyasal formülü
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Hidrojen Peroksit
HCl	Hidroklorik Asit
mL	Mililitre
Na	Sodyum
NaCl	Sodyum Klorür
NaOH	Sodyum hidroksit
P <sub>4</sub>	Fosfat

Pb	Kurşun
ppb	Milyarda bir
ppm	Milyonda bir
rpm	Dakikadaki devir sayısı
$\alpha$	Alfa
$\beta$	Beta
$\gamma$	Gama
$\mu$	Mikron
$\mu\text{g}$	Mikrogram
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
ICP-MS	Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma Kütle Spektrometresi
SDS	Sodyum dodesil sülfat
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
UV	Ultraviyole
XRD	X ışını kristalografisi

## 1. GİRİŞ

Dünya nüfusunun yaşam standartlarının artması, teknolojik gelişmeler ve sanayi alanlarının gelişimi 21. yüzyılda toplumun en büyük sorunları arasında yer alan çevre kirliliğine neden olmuştur. Dünya nüfusunun artması, beslenmenin yetersizliği, arazi kullanımındaki yanlışlıklar, tehlikeli ve zararlı atıkların oluşumu, ormanların günden güne azalması, yanlış enerji tüketimi gibi daha birçok insan kaynaklı etmenler toprak, hava ve su kirliliği gibi çevresel kirliliğe neden olmaktadır. Dünya'nın büyük kısmını kaplayan sulak ekosistemler, antropojenik faaliyetler sonucunda oluşan kirleticiler sucul ortamları tehdit etmektedir [1]. Dünyadaki genel duruma benzer şekilde, ülkemizde de su, toprak ve hava kirliliğinden dolayı birçok sorun ortaya çıkmaktadır. Bu sorunları en aza indirmek ya da kalıcı çözümler üretmek için gerekli önlemleri almak büyük önem arz etmektedir.

İnsanlığın gelecekteki yaşam kalitesini etkileyecek en önemli unsurların başında giderek azalan su rezervlerinin toksik metaller tarafından kirletilmesi gelmektedir [2]. Toksik metaller, endüstriyel alanlarda yapılan çalışmalar sonucunda yer kabuğundaki metallerin toplanması ya da işlenmesiyle sürekli artmaktadır. Doğaya bırakılan bu toksik etkiye sahip metaller, abiyotik ve biyotik faktörlerle ekolojik döngülerle özellikle sucul ortamlara taşınmakta ve toksik etkiye neden olmaktadır [2-4]. Sucul ortamlara kadar ulaşan bu toksik kirleticiler besin zincirinin her basamağında yer almakla birlikte biyomagnifikasyon ile insanlara kadar ulaşmaktadır.

Toksik metallerin insanlarda birikimi gastrointestinal, nörolojik ve immünolojik sistemler üzerinde çeşitli hastalıklara neden olmaktadır. Metallerin insan sağlığı üzerindeki etkileri;

- Cu; Baş ve karın bölgelerinde ağrı, ağızda ve gözde yaralar,
- Cd; Zehir etkisi, kemiklerde ağrı, kan değerlerinde düşüşler,
- Cr; Zehirlenme, akciğer hasarı, ülser, kanser, sindirim hastalıkları,
- Al; Sinir sisteminde bozukluk, astım, Alzheimer,
- Zn; Deri ve akciğerde hastalıklar,
- Pb; Sinir sistemi hastalıkları, beyin kanaması [2, 5].

Metallerin çevremize salınımı büyüktür ve hala dünyanın belirli bölgelerinde artmaya devam etmektedir. Metallerin doğaya salınımından kaynaklanan su kaynaklarının kirlenmesi, son

birkaç yıldır dünya çapında artan bir endişe kaynağı olmuştur. Bazı metallerin birçok yaşam biçimi üzerinde zehirli veya başka türlü zararlı etkileri olabileceği bilinmektedir. İnsanlar ve ekolojik ortamlar için önemli ölçüde toksik olan çok sayıda metal arasında krom ( $\text{Cr}^{6+}$ ), bakır ( $\text{Cu}^{2+}$ ), kurşun ( $\text{Pb}^{2+}$ ), manganez ( $\text{Mn}^{2+}$ ), civa ( $\text{Hg}^{2+}$ ) kadmiyum ( $\text{Cd}^{2+}$ ) vb. bulunur [6].

Canlılar üzerindeki olumsuz etkilere rağmen, önemli bir materyal kaynağı olmasından dolayı son yıllarda birçok alanda metal ve türevleri yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Atık sularındaki toksik metal kirliliğinin büyük bir kısmını endüstriyel kaynaklar oluşturmaktadır. Evsel kaynaklı atık sularında içeriğinde metallerin olduğu ancak endüstriyel kaynaklı atık sular ile karşılaştırıldığında göz ardı edilebilecek miktarda olduğu bilinmektedir.

Başlıca toksik olarak bilinen metal kaynakları, metal sanayii, otomobil, elektronik cihazlar, makineler, boya işleme endüstrileridir. Toksik olan metalleri içeren atık sular otomobil ve metal işleme alanlarında daha fazla bulunmaktadır. Bu nedenle bu tip endüstriyel alanlarda oluşan atık suların sulak alanlara boşlatılmasından önce yasal mevzuata uygun olarak filtre edilmesi ve uzaklaştırılması gerekmektedir.

Toksik metallerin gideriminde ekstraksiyon, iyon değiştirme, elektrokimyasal ve çöktürme gibi yöntemler, teknik olarak ya da ekonomik problemlere rağmen su ortamından giderilmesi için kullanılmaktadır. Ancak bu yöntemler yüksek maliyetli olup, ucuz maliyetli olanlar yöntemler ise toksik metallerin tamamını gidermekte yeterli değildir [7-9].

Biyosorpsiyon yöntemi, ekonomik ve çevre dostu bir yöntem olmasından dolayı tercih edilen bir metal giderim yöntemidir. Bu yöntemde, biyomateryaller kullanılarak metallerin veya türevlerinin giderilmesi olarak tanımlanabilmektedir [10]. Biyosorpsiyon yöntemi konvansiyel yöntemlerle giderim kapasitesi açısından daha iyi olması, metallere seçilebilir olması ve en önemlisi çok daha ucuz olmasından dolayı günümüzde dikkat çekmektedir ve diğer yöntemlere göre iyi bir alternatif olmaktadır. Son on yılda toksik metallerin giderimi için aktif karbon materyali yerine daha ucuz, daha etkili, kolay erişilebilen doğal kaynaklar ve endüstriyel malzemeler kullanılmakta ve araştırılmaya devam edilmektedir.

Ayrıca biyosorbentlerin kolaylıkla yeniden kullanılabilmesi, yüksek geri kazanımları, mevcut yöntemlerle uygulanabilmesi, atık oluşturmaması gibi birçok avantajları da bulunmaktadır [11-14]. Ayrıca, diğer çevre dostu proseslerle birlikte kullanılabilir olmaları

da bir avantajdır. Cansız biyokütle kaynaklı biyosorbantların kullanımı ile kirlilik ve mikrobiyal gibi sorunlarında önüne geçilmektedir [15].

### 1.1. Su Kirliliği ve Önemi

Su çevre ve canlılar açısından önemli bir yapı taşıdır. Su yaşam ortamını oluşturan temel faktörlerden olmakla birlikte, günümüz ve gelecekteki yaşam için en büyük gerekliliktir. Bu nedenle dünyanın dörtte üçünü oluşturan suyun fiziksel, biyolojik ve kimyasal özelliklerini kapsayan kalitesi son derece önemlidir. Dünyada artan nüfus ve gelişen sanayi nedeniyle denizler, göller, akarsular, yeraltı suları gibi su kaynakları kirlenmekte, suyun yeryüzündeki doğal yapısı bozunmakta ve buna karşılık içme suyu ve ev kullanımının yanında gıda, ilaç, elektronik, kağıt, plastik, metal ve tıp gibi büyüyen endüstrilerde hammadde olan temiz su ihtiyacı da giderek artmaktadır. Dünya Sağlık Örgütü (World Health Organisation, WHO)'nün raporunda, yaklaşık 1,1 milyar insanın temiz su kaynaklarına doğrudan erişimi olmadığı belirtilmektedir. Bu araştırmada ayrıca yılda 2 milyon insanın iyileştirilmiş sanitasyon tesisi eksikliği nedeniyle hastalanarak yaşamını kaybettiği ifade edilmektedir. Bu nedenle yaşam için sürekli temiz su temini büyük bir gerekliliktir [16, 17].

Yeryüzündeki tüm canlıların yaşamsal fonksiyonlarının devam edebilmesi için suya ihtiyaç vardır. Yaşamını devam ettirmesinin yanı sıra, sindirim, dolaşım gibi biyolojik sistemlerinin sağlıklı olabilmesi açısından da önemi büyüktür. Suyun içme suyu olarak kullanılmakla birlikte enerji üretimi için de kullanılmaktadır. Suların kirlenmesi, su kaynaklarının fiziksel, kimyasal ve diğer özelliklerinin negatif yönde değişmesi olarak belirtilen ve doğrudan veya dolaylı olarak biyolojik kaynak açısından, insan sağlığı açısından, su ürünleri açısından, su kalitesi açısından ve suyun diğer amaçlarla kullanılması açısından bozulmaya uğrayacak atıkların boşaltılması olarak tarif edilmektedir. Hastalığa neden olabileceği gibi bazı hastalıkların bulaşmasını da çok kolay hale getirebilen bir kirlilik çeşididir. Su kirliliği başta kanser, kalp, solunum yolu hastalıkları ve diğer hastalıklara da yol açmakla birlikte gelişim ve sinir sistemi bozuklukluğu ile bağışıklık sisteminde rahatsızlıkla da sebep olabilmektedir. Dünya Sağlık Örgütü (WHO)'nün çalışmasına göre, sudan kaynaklı hastalıklar her yıl yaklaşık olarak 12 milyon insanın öldüğünü rapor etmiştir. Hala gelişen ülkelerde meydana gelen hastalıkların başında (yaklaşık %90) saf olmayan su kaynaklarının olduğu bildirilmiştir [18].

Son yıllarda insan faaliyetleri doğal su kaynaklarının kirlenmesine sebep olmakta ve suların arıtılmadan sucul ekosistemlere boşaltılmaktadır ve bu da kirlilik miktarlarının artmasına sebep olmaktadır. Ayrıca mevcut olan temiz suların günden güne azalması, dünya nüfusunun artması ile birlikte sanayinin de büyümesi geleceğin Dünya'sında büyük sorun yaratacağının göstergesidir. Sularda organik kirleticiler, gübreler, evsel atıklar, endüstriyel atıklar, toksik metaller gibi kirlilik etmenleri bulunmaktadır.

## **1.2. Metal Kirliliği**

Metallerin doğaya yayılımında en etkili olan alanlar demir-çelik, inşaat ve endüstri sanayileridir. Çevreye ulaşan bu metaller önce toprağa, topraktan bitkilere ve nihayetinde debesin zinciri yoluyla hayvanlara ve insanlara kadar ulaşmaktadır. Besin zincirinin yanı sıra havadan (aerosol olarak) solunum yoluyla da organizmaya giriş yaparlar [19].

## **1.3. Metallerin Çevre ve İnsan Sağlığına Etkileri**

Toksik olan metaller fiziksel özellikleri açısından  $5 \text{ g/cm}^3$  yoğunluktan daha ağır metallerdir ve doğada biriken ana çevre kirleticileridir. Krom (Cr), arsenik (As), kobalt (Co), bakır (Cu) ve kurşun (Pb) gibi metaller ağır metaller içerisinde bulunmaktadır. Bunlar doğaları gereği yerkürede çoğunlukla sülfür, silikat ve oksitleri formunda bulunmaktadır [20].

Ayrıca bazı metaller çok düşük düzeylerde bile (örneğin kurşun) zehir etkisi göstermekte ve canlılar için kanserojen olarak kabul edilmektedir. Metal kirliliği genel olarak endüstriyel faaliyetlerden kaynaklanmaktadır. Elektrolitik işlemler, plastik, metal ve pigmentlerin işlenmesi, pil üretimi ve madencilik sektörü metal kirliliğinin en çok rastlandığı alanlardan birkaçıdır. Ekonominin hızla gelişmesiyle metalurji, makine imalatı, kimya, elektronik, tekstil, alet ve matbaa gibi çok sayıda sanayii kuruluşu tehlikeli atıklar üretmekte ve sucul ortama deşarj etmektedir [21]. Metallerin neden olduğu su kirliliği dünyada her geçen gün büyüyen sorunlardan belkide en önemlisidir.

Metal giderimi iyon değişimi, membran filtrasyonu ve kimyasal çöktürme gibi fizikokimyasal yöntemler atık sulardan metallerin uzaklaştırılması için geliştirilmiştir. Bununla birlikte, bu tür işlemlerin pratik uygulaması bazen teknik veya ekonomik kısıtlamalar nedeniyle sınırlıdır [22]. Metaller atmosferi, denizleri, akarsuları, yeraltı

sularını, okyanusları etkileyerek ve besin zincirine girerek toksik etkilere neden olabilir. Çöktürme, iyon değişimi, membran filtrasyonu, ters osmoz, buharlaştırma, koagülasyon, çözücü ekstraksiyonu, elektroliz, adsorpsiyon ve biyosorpsiyon toksik metalleri uzaklaştırmak için kullanılacak çeşitli yöntemlerdir [23-26].

#### 1.4. Kurşun (Pb)

Kurşun (Lat. plumbum), periyodik cetvelin 4A grubunda bulunan, Pb olarak simgelenen ve 82 atom numarasına sahip olan, yoğunluğu yüksek, yumuşak, toksik, kolay şekil alabilen bir metal olarak bilinmektedir (Çizelge 1.1).

Çizelge 1.1. Kurşun elementinin özellikleri [27]

Sembol	Pb
Atom Numarası	82
Elektron dizilimi	[Xe]4f <sup>14</sup> 5d <sup>10</sup> 6s <sup>2</sup> 6p <sup>2</sup>
Atom Ağırlığı	207,2
Erime ve Kaynama Noktası	327,5 ve 1740
Sınıf	Toksik
Yoğunluk	11,34 g/cm <sup>3</sup>
Renk	Mavi-gri
Grup	Metal
Kristal Yapısı	Kübik
Elektron Nötron ve Proton Sayıları	82, 125 ve 82
Radyoaktiflik	Hayır
Bozunma	Yok
Yükseltgenme	4, (2)

Kurşun su, toprak, solunum, besin gibi yollarla bulaşan oldukça zehirli bir metal olup, yüksek miktarlarda kurşun, kurşun katkı, oktan sayısı artırılmış yakıtların kullanılması sonucu çıkan gazlarla atmosfere salınmaktadır. Atmosferden de yağışlarla yeryüzüne inmekte ve ekosisteme günden güne artarak yayılmaya devam etmektedir. Kurşun insan sağlığı açısından oldukça zararlı bir metaldir. Dünya Sağlık Örgütü (WHO) ve Gıda ve İlaç Örgütü (FDA) raporuna göre gıdalardan ve sulardan en fazla alınabilecek kurşun miktarının günlük 25 µg/kg ve 10 µg/L olduğu bildirilmiştir [28]. Kurşun zehirlenmesi insanlarda felç



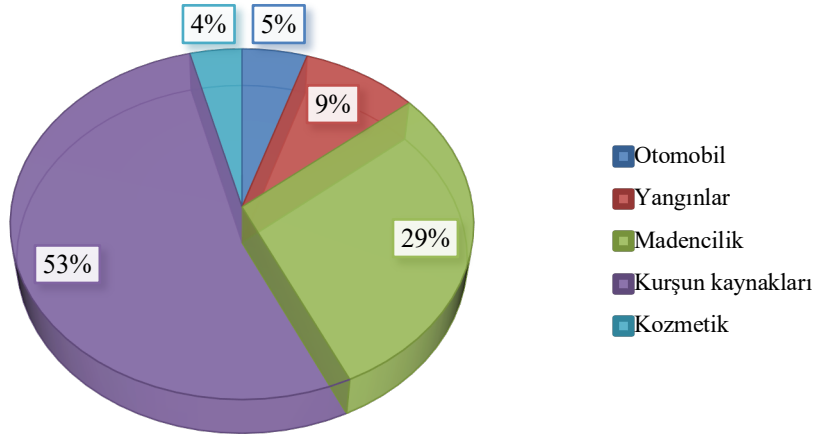
olmaya, bazı organlarda bozukluklara, tansiyona, kabızlığa, eklem ve baş ağrılarına, mide bağırsak rahatsızlıklarına neden olmaktadır [29].

Pb zehilenmesi, besin zincirinden insanlara kadar ulaşmasından dolayı insan ve diğer canlı yaşamını olumsuz yönde etkilemektedir. Organik kirleticiler gibi olmayan kurşun metalinin atık sularından giderilmeden doğaya bırakılmaması gerekmektedir. Pil üretimi yapan işletmelerin atık sularında 5,66 mg/L ve maden çalışmaları sonucunda ortaya çıkan atık sularında 0,02-2,5 mg/L kurşun metali olduğu bildirilmiştir (Şekil 1.1) [30].

Kurşunun kullanıldığı ve atık olarak ortaya çıktığı alanlardan bazıları;

- Metal Sanayi
- Pil ve Batarya üretimi
- Cam ya da seramik üretimi
- Dental, ilaç ve kozmetik sanayi
- Fosil yakıtlar
- Elektrik ve Elektronik sanayi
- Makine ve Tekstil sanayi
- Plastik sanayi
- Kağıt sanayileri [31].

#### Farklı Kaynaklardan Gelen Kurşun (Pb)



Şekil 1.1. Kurşun (Pb) kirliliği kaynakları [32]

### 1.5. Metal Giderim Yöntemleri

Geçmişten günümüze kirli suların çeşitli metallerin uzaklaştırılmasına yönelik kimyasal çöktürme, iyon değişimi, elektrokimyasal arıtma gibi birçok farklı yöntemler uygulanmıştır. Oldukça verimli olan bu yöntemler toksik yan ürün oluşturmakla birlikte oldukça pahalıdır.

Günümüzde çevredeki toksik madde miktarlarının çok hızlı artış gösterdiği düşünüldüğünde bu maddelerin giderimi için yeşil ekonomiye katkı sağlayan yeni yöntemlerin araştırılması ve uygulanması önemli bir ihtiyaç haline gelmiştir [33].

Geleneksel arıtım yöntemlerine alternatif bir yöntem olan biyosorpsiyon yöntemi, uygulama yönteminin kolay, verim miktarının yüksek, ucuz ve çevre dostu gibi birçok avantajları bulunmaktadır. Ayrıca, metallerin geri kazanımına da imkân vermekte ve etkin bir alternatif yöntem olarak görülmektedir [34, 35]. Bu özellikleri nedeniyle biyosorpsiyon teknolojisi üzerindeki ilgi hızla artmakta ve bu alandaki araştırmalar yoğun ilgi görmektedir [33]. Çizelge 1.2’de metallerin sulu ortamlardan uzaklaştırılması için kullanılan yöntemlerin avantajları ve dezavantajları verilmiştir [6].

Çizelge 1.2. Metal gideriminde kullanılan bazı geleneksel yöntemler [6]

<b>Yöntem</b>	<b>Avantajlar</b>	<b>Dezavantajlar</b>
Kimyasal çökelme ve Filtrasyon	Uygulaması kolay ve hesaplı	Yüksek düzeyde giderim yetersizliği, kullanılabilirliği zor, uygulama sonrası atık oluşumu
Elektrokimyasal İyon Değişimi	Elde edilen metalin tekrar kullanılması Metal gideriminde etkili ve ortamdan alınan metalin geri kazanılması	Uygulaması pahalı ve yüksek miktarlarda etkin Partikül miktarlarına duyarlı ve pahalı
Biosorpsiyon	Biyolojik malzemelerin kullanımı	Her metalde uygulanabilirliği

### 1.5.1. Ters osmoz

Ters osmoz yöntemi, geçirgen bir filtre (zar) kullanılarak çözeltideki çözünmüş olan tuzları yüksek basınç altında filtreleme esasına dayanmaktadır. Ancak bu yöntemde kullanılan filtre çok fazla kirlenmekte ve yüksek maliyetlere neden olmaktadır [36].

### 1.5.2. Ultrafiltrasyon

Ultrafiltrasyon yöntemi, ortamda bulunan atık suların önceden belirlenen göz açıklığındaki filtreye basınç uygulanmasıdır. Bu sayede filtreden küçük maddeler geçer, büyük boyutlu maddeler ise kalır. Bu yöntemin dezavantajı ise çok kirlilik miktarının çok fazla oluşması ve yüksek maliyetlere neden olmasıdır [37].

### **1.5.3. İyon deęiřimi**

İyon deęiřimi, suda çözünmeyen materyallere baęlanan iyonların, çözeltilerdeki aynı yüke sahip farklı iyonla yer deęiřtirmesidir. Bu yöntemin dezavantajı uygulamanın pahalı olması ve belirli iyonları uzaklařtırmakta ancak bu iyonlarında bir kısmını gidermektedir [38].

### **1.5.4. Kimyasal çöktürme**

Kimyasal çöktürme yöntemi, bazı metallerin ve çeřitli inorganik iyonların bir araya getirilmesidir [39]. Bu yöntemin dezavantajı uygulama sonrasında büyük miktarda çamur eldesi ve kullanılan kimyasal malzemelerin çok fazla olmasıdır [40].

### **1.5.5. Fitoremediasyon**

Fitoremediasyon yöntemi, daha önceden belirlenmiř olan bitkiler ile ağır metallerin sudan temizlenmesidir. Bu yöntemin dezavantajı uygulama süresinin fazla olmasıdır [41].

## **1.6. Biyosorpsiyon**

Uzun yıllardır etkin ve düşük maliyetli sorbent kullanımı için yoğun arařtırmalar yapılmaktadır [42]. Biyosorpsiyon yöntemi sucul alanlarda sorun oluřturan toksik metallerin biyolojik kökenli materyaller ile hücre yüzeyinde veya içinde sorpsiyon iřlemi olarak tanımlanmaktadır [42]. Bařka bir deyiřle biyolojik materyaller (aljinat, kitin, kolajen vb.) ile yapılan bir yöntemdir. Biyosorpsiyon yönteminde kullanılan materyaller ucuz ve çevre dostudur [43].

### **1.6.1. Biyosorpsiyonu etkileyen faktörler**

Biyosorpsiyon yönteminde ortamdaki kirleticilerin giderimi için uygun kořulların oluřturulması gerekmektedir. Metal giderimini etkileyen bazı fiziksel ve kimyasal etkenler bulunmakta ve bunlar kullanılan biyomateryallerin giderim kapasitesine etki etmektedir. Bu yöntemde biyomateryallere baęlanan metal iyonu düzeylerinin sadece biyomateryallere baęlı olmayıp, metal iyonu ile birlikte çözeltili konsantrasyonuna, biyomateryalin miktarına, pH' a ve temas süresi gibi kořullara baęlı olduęu bildirilmektedir [44].

### pH'in etkisi

Biyosorpsiyon parametreleri arasında çözeltilerin pH'sı biyosorpsiyon sürecini etkileyen en önemli etkenlerden biridir. Çünkü kullanılan biyomateryallerin iyonlaşma derecesi, yüzey alanları ve materyalin özellikleri ortamın pH'ından etkilenmektedir [45]. Ayrıca pH bağlanan bölgedeki ayrışmayı etkilediği gibi pH'ın değiştirilmesi ile kullanılan biyomateryallerin seçiciliğide ayarlanabilmektedir [46].

### Başlangıç derişiminin etkisi

Başlangıç konsantrasyon miktarının metallerin sulu ortamlardan uzaklaştırılmasında büyük bir etkisi bulunmaktadır. Başlangıç konsantrasyon miktarının artırılması yüzey ile etkileşen kirletici miktarının artırılması olarak bilinmektedir. Metallerin sulu ortamlardan uzaklaştırılması deneylerinde sabit miktarda malzemenin yüzeyindeki fonksiyonel grupların belli bir konsantrasyondan sonra doygunluğa ulaşmakta olup ve böylece giderim verimi de azalmaktadır [47].

### Temas süresinin etkisi

Temas süresi sulu ortamlardan metal giderimi deneylerinde oldukça önemli bir deneysel parametredir [45]. Temas süresi yüzey alanı ile ters orantılı olduğundan, süre arttıkça kirletici sorplama verimi azalmaktadır. Optimum temas süresine kadar metallerin uzaklaştırılması artmakta ve sonrasında muhtemelen dengeye ulaşmaktadır. Dengeye ulaştıktan sonraki süre boyunca olumlu bir etki gözlenmemektedir [48].

### Biyosorban miktarının etkisi

Kirleticilerin yüzde giderim değerinin artması biyosorban miktarının artışı ile gerçekleşir. Biyosorban miktarı biyosorpsiyon kapasitesini etkileyen diğer önemli bir faktördür. Biyosorban dozu arttıkça belli bir seviyeye ulaşana kadar giderim miktarı da artmaktadır. Belirli bir doygunluğa ulaştıktan sonra biyosorban miktarında artış olsa bile biyosorpsiyon kapasitesi sabit kalmaktadır [49].

### 1.7. Biyosorpsiyon Yönteminin Avantajları

Biyosorpsiyon yönteminde yaygın olarak kullanılan geleneksel yöntemler oldukça pahalı ve ortamdaki metallerin giderim etkilerinin oldukça düşüktür. Geleneksel yöntemlerin en belirgin olan bu dezavantajları göz önüne alındığında biyosorpsiyon yönteminin önemli olan avantajlarının ortamdaki metallerin gideriminde oldukça etkili alternatif bir yöntem haline getirmektedir [50].

- Bu yöntem oldukça az maliyetli, seçici ve az derişimlerde bile metallerin giderimi için etkili bir şekilde kullanılmaktadır.
- Kullanılan materyaller doğal kaynaklardan ya da atıklardan oldukça ucuza ve kolaylıkla tedarik edilmektedir.
- Diğer yöntemlerdeki gibi kirlilik ve kontamine bir atık ortaya çıkmamaktadır.
- Sanayi ve tarımsal kaynaklı atıkların metal gideriminde maliyetsiz bir materyal kaynağı olarak kullanılabilir.
- Çevreye duyarlı yöntemlerle birlikte kullanılabilir.
- Cansız materyallerin kullanılması ile birlikte zehir, mikrobiyal etki gibi sorunlara neden olmamaktadır.
- Bu yöntem için hazırlanan materyaller iyon deęiştirici görevi de görebilmektedir.
- Bu yöntemde genellikle metallerin geri kazanımı da sağlanmaktadır [51, 52].

### 1.8. Biyosorpsiyon Yönteminin Dezavantajları

- Bu yöntemde kullanılan materyallerin yüzeyleri hızlı bir şekilde ortamdaki metal ya da metallerle doymaktadır. Bu durumda daha iyi giderim için metallerin geri kazanımının yapılması gerekmektedir.
- Bu yöntem derişim miktarı, pH gibi faktörlere bağlıdır.
- Bu yöntemde cansız materyaller organik türleri parçalayamamaktadır [51,52].

Yukarıda bahsedilen bu yöntemin dezavantajlarının kullanılacak olan materyallerin fiziksel ve kimyasal deęişiklikler ile ortadan kaldırılabilmesi mümkündür [50, 53].

### 1.9. Kolajen, Özellikleri ve Kullanım Alanları

Kolajen hayvanlarda en fazla bulunan bir proteindir. Ayrıca omurgasız canlıların vücut duvarında da bulunmaktadır. Özellikle memeli canlıların tüm vücudundaki proteinlerin %25'ini oluşturmaktadır [54]. Hayvanların kemik, kornea, kıkırdak doku ve dişlerinde bulunmaktadır. Deri ve tendon gibi lifli yapıya sahip dokularda uzun lifler şeklinde bulunmaktadır. Genellikle bağ dokudaki fibroblastlardan ve epitel dokudan sentezlendięi

bilinmektedir [54].

### 1.9.1. Kolajenin yapısı

Kolajen, iki zincirli ( $\alpha_1$ ) ve üçlü sarmal yapıda ( $\alpha_2$ ) üç polipeptit (heteropolimer) zincirden oluşmaktadır. Her zincir yaklaşık olarak 300 nm uzunluğa sahip birbirine sarılmış 1050 amino asit grubundan oluşmaktadır. Molekül ağırlığı yaklaşık 280 kDa'dur. Kolajenin yapısı Gly-X-Y olup, X ve Y bir amino asit olabilir ama genel olarak prolin ve hidroksiprolindir. Kolajen materyalinin uzun liflerden oluştuğu bildirilmiştir [55].

### 1.9.2. Kolajen çeşitleri ve özellikleri

Şimdiye kadar 46 ayrı polipeptit zincirine sahip 28 farklı kolajen tipi tanımlanmaktadır. Bunların hepsi üçlü sarmal yapıya sahip olup, sarmal yapının uzunluğu, sarmal olmayan bölümlerin büyüklüğü ve bunların yapısı her türde değişiklik göstermektedir [56].

En bol bulunan kolajen tipleri:

Tip I: Vücutta dayanıklılığı sağlayan ve en fazla bulunan kolajen olup, cilt, kemik (kemiğin organik kısmının ana bileşeni), diş, tendon gibi yapılarda bulunmaktadır [57].

Tip II: Kıkırdak yapının %90-95'ni oluşturan kolajen tipidir [58].

Tip III: Kas ve kan damarlarında bulunmakta ve vücuda elastiklik sağladığı gibi sarkmaları da önlemektedir [59].

Tip IV: Bu kolajen tipi bazal membran tabakasını oluşturmaktadır [60].

Tip V: Saç ve türevlerinde ve korneada bulunmaktadır [61].

Vücutta bulunan kolajenlerin büyük çoğunluğunu tip I kolajeni oluşturmakta ve sırasıyla tip II ve tip III kolajenleri olarak devam etmektedir. En fazla tip I kolajenin olması bağ dokularının tamamında bulunması ile açıklanmaktadır [62].

### 1.9.3. Kolajen kaynakları

Endüstriyel olarak kolajen kaynağının büyük bir kısmını sığır ve domuzların deri ve kemikleri oluşturmaktadır. Ancak bu kara canlılarından kolajen üretimi karmaşık olup uzun proseslere sahiptir ve yüksek maliyet gerektirmektedir. Üstelik verimde düşüktür. Ayrıca

sağlık sorunlarına neden olmakla birlikte hastalıklardan dolayı insanlarda endişeye sebep olmaktadır. Bu yüzden karasal hayvanlara alternatif olması için denizel kökenli canlılardan kolajen elde edilebilirliği araştırılmaktadır [63-65]. Denizel kolajenlerin avantajları;

- Hastalık endişesi yaratmamaktadır.
- Daha fazla kolajen içeriğine sahiptir.
- Çevre ile uyumludur.
- Emilimi yüksektir.
- Herhangi bir kirliliğin ya da toksik maddelerin neredeyse hiç bulunmaması.
- Metabolik açıdan uyumlu şekilde sıralanmaktadır

Denizel kolajen kaynakları balık, denizanası, sünger, ahtapot, kalamar, mürekkep balığı, anemon ve denizkestanesi gibi denizel omurgalı ve omurgasız canlılardan elde edilmektedir [66-71].

#### **1.9.4. Kullanım alanları**

Kolajenler çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Biyomedikal alanlarda olduğu gibi, farmasötik alanlarda da tercih edilmektedir. Kolajenlerin tercih edilme sebepleri hücrelerin birbirleriyle bağlanma yeteneklerinin yüksek olması, biyobozunur etkide olması, biyouyumlu olması gibi ve daha birçok özelliğinden kaynaklanmaktadır [72].

Tip I kolajeni yüksek biyouyumluluğundan dolayı özellikle doku mühendisliği gibi alanlarda standart bir kolajen olarak kabul edilmektedir. Kemiklerin yeniden oluşumuna yardımcı olabilmesi için farklı malzemeler ile birlikte defekt, greft gibi malzemelerin oluşturulmasında kolajen bazlı biyomalzemeler yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu biyomalzemelerde kolajen tiplerinden I, II, III, V, XI sıkça kullanılmaktadır [73, 74].

Kolajen biyomateryali defekt ve greft malzemeleri olarak [75, 76], doku mühendisliği, dermatoloji gibi alanlarda doku, cilt, yapay deri gibi çeşitli uygulama alanları gibi daha birçok alanlarda kullanım olanaklarına sahiptir.

## 1.10. Kitin ve Kitosanın Özellikleri ve Kullanım Alanları

Kitin, selülozdan sonra doğada en çok bulunan doğal polisakkarit olup, omurgasızlarda, denizel kabuklu canlılarda ya da böceklerin kütikül tabakalarında ve ayrıca mantarlarda, alglerin bazı türlerinde ve mayalarda bulunduğu bildirilmiştir [77, 78]. Kitinin 3 farklı formu ( $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$ ) bulunmaktadır [79]. Doğada en çok bulunan kitin formu  $\alpha$  olup, genellikle kabukluların dış iskelet yapılarında ve yumuşakçaların kabuklarında bulunmaktadır [79]. Kitinin  $\beta$  formu ise doğada çok az bulunmakla birlikte mürekkep balığında tespit edilmiştir [79].  $\gamma$  formundaki kitin materyalinin de böcek kozalarında olduğu bildirilmiştir [79].

### 1.10.1. Kitin ve kitosanın yapısı

Kitosan karides, midye, denizkeşanesi gibi kabuklu canlıların kabuklarında bulunan kitin biyopolimerlerinin ileri deasetilasyon muamelesi sonucunda elde edilen polimerler olarak bilinmektedir. Kitosan biyopolimerleri glukozamin ve N-asetilglukozaminden oluşmaktadır [80]. Bu iki biyopolimer arasındaki en büyük fark çözünürlükleridir [80].

Kitosan biyopolimerleri kimyasal yapı olarak selüloza benzemektedir olup, tek fark ise kitosanın yapısında  $-NH_2$  fonksiyonel grubunun, selülozun yapısında ise  $-OH$  fonksiyonel grubunun olmasıdır. Kitosanın fonksiyonel gruplarındaki zincir yapısının polikationik olması, bu biyopolimer malzemenin çok elverişli ve üstün özelliklere sahip olması anlamına gelmektedir. Kitosan biyomateryalinin çeşitli alanlarda kullanılmasının diğer bir avantajı ise zincir yapısındaki  $-NH$  ve  $-OH$  gruplarının kolay bir şekilde modifiye edilmesinden kaynaklanmaktadır [81].

### 1.10.2. Kullanım alanları

Kitosan biyopolimerleri eczacılık, biyomedikal, farmasötik, doku, çevre, gıda gibi birçok alanda kullanılmaktadır [82-86]. Bu biyopolimer malzeme uyumluluğu, bozunabilirliği, antimikrobiyal ve antibakteriyal özelliklerinden dolayı yara iyileştirici olarak kullanılmaktadır [87]. Kitosanın biyoyumluluk özelliğinden dolayı implantasyon, enjeksiyon gibi çeşitli biyomedikal alanlarda kullanılmaktadır [88].



## 1.11. Aljinatın Özellikleri ve Kullanım Alanları

Aljinat kahverengi alglerin yapısal bileşeni olarak bulunan doğal anyonik polisakkaritlerdir. Kahverengi alglerin hücre duvarlarında kalsiyum, magnezyum ve sodyum tuzları bulunur. Bu yüzden genellikle “aljinik asit ve tuzları” olarak adlandırılırlar. Ticari olarak sodyum, potasyum veya amonyum tuzu yapısında ve ipliksi, granül ya da toz formunda bulunmaktadırlar.

### 1.11.1. Aljinatın yapısı

Aljinatlar lineer  $\beta$ -D-mannonik asit (M) ve  $\alpha$ -L-guluronik asit (G) birimlerinden oluşmuştur. M ve G birimleri 1-4 bağlıdır ve polimer zinciri boyunca dağılımları ve miktarları aljinatın kaynağına bağlı olarak değişim gösterir [89-91]. Farklı kaynaklardan ekstrakte edilen aljinatların M ve G bileşimi ve blok uzunluğu değişkenlik göstermektedir. M ve G birimleri homojen (poli-M, poli-G) veya heterojen (MG) dizilim gösterebilir [92].

Aljinat molekülü iki değerlikli iyonlarla jelleşebilir ve daha sonra küre, jel, makroparçacık ve nanoküreler için uygun bir matris oluşturur. Aljinatın mukoadezif ve biyoyumlu olduğu ayrıca immünojenik olmadığı kanıtlanmıştır. Dolayısıyla aljinat biyomedikal uygulamalar için önemli bir yere sahiptir [89,90, 93].

### 1.11.2. Aljinatın kullanım alanları

Aljinatlar gıda, içecek, ilaç, tekstil, baskı ve farmasötik endüstrilerinde kıvamlaştırıcı, stabilizatör, emülgatör, şelatlama ve kapsülleme ajanı, koloidal stabilizör, jeller, filmler ve membran oluşturmak için kullanılan, düşük maliyetli, biyoyumlu, biyoparçalanabilir bir polimerdir [94, 95]. Dolayısıyla aljinatlar geniş uygulama alanlarına sahiptirler.

#### Gıda uygulamaları

Aljinatların gıda katkı maddesi olarak kullanımını AB tarafından güvenli bulunmuş ve onaylanmıştır. Aljinik asite E400, tuzlarına ise E401-E405 arasında E kodu tanımlanmıştır. Ayrıca kullanılacak gıda maddesinin kararlılığını, güvenilirliğini ve raf ömrünü artırmak amacıyla aljinatların yenilebilir filmler ve gıda kaplama ajanları olarak da kullanımları

mevcuttur. Aljinatlarla yapılan gıda kaplamaları incelendiğinde mükemmel kopma mukavemeti, yırtılma direnci, esneklik ve yağ sızdırmama özellikleri göstermiştir [96]. Benzer şekilde aljinat jellerin yapısına antimikrobiyal maddelerin dâhil edilmesiyle, et ve sebzelerin mikrobiyal bozulmasına karşı iyi bir bariyer oluşturdukları gözlenmiştir [97, 98]. Ayrıca jelleşme ve viskozite ayarlayıcı özellikleri sayesinde kıvamlaştırıcı ve stabilizör olarak da kullanılmaktadırlar [92].

### Biyomedikal uygulamalar

Aljinat hidrojellerinin canlı dokuların hücre dışı matrisine olan benzerliği yara iyileşmesinde, ilaç ve protein gibi biyoaktif ajanların taşınmasında, hücre nakli gibi geniş uygulama alanı vardır. Aljinat yara örtüleri fizyolojik bir nem mikro ortamı sağlar, yara bölgesinde bakteriyel enfeksiyonu en aza indirir ve yara iyileşmesini hızlandırır. Antimikrobiyal özellikli seryum-kitosan çapraz bağlı aljinat biyofilmleri yara örtüsünde kullanılmıştır [99]. Küçükten büyüğe birçok ilaç molekülünün kontrollü salınımı için aljinat jelleri kullanılmaktadır [100]. Yüksek şişme kabiliyetleri ve porlu yapıları sayesinde ilaçların jel matrisine yüklenmesi ve devamında salınımı kontrol edilebilmektedir. İlaç salınımı olarak kontrollü oral ilaçların, kolon hedefli ilaçların, transdermal ilaçların, göz ve protein ilaçlarının salınımında, hücre taşınımı olarak ise kırıkta kemik, kan damarları, karaciğer ve nöral dokunun yenilenmesinde kullanılmaktadır [101].

### Çevresel uygulamalar

Aljinatların çevresel uygulamaları molekülündeki zengin fonksiyonel gruplar sayesinde metalik ve katyonik iyonların yakalanması esasına dayanır. Bu yakalama çapraz bağ iyonları ile kirleticiler arasındaki iyon değişimi prensibiyle gerçekleşir. Düşük maliyetli ve yüksek verimli absorplayıcı olan aljinat bazlı kompozitler toksik metallerin, pestisitlerin, endüstriyel boyaların, antibiyotiklerin ve diğer kirleticilerin atık sularından giderilmesinde kullanılmaktadır [102-104]. Atık sularından alüminyum aljinat küreleri kullanılarak florür [105] ve grafen oksit içeren yarı-kriyojel aljinat küreleri kullanılarak metilen mavisi giderimi başarılı şekilde gerçekleştirilmiştir [106, 107].

1869 yılında Suveyş Kanalı'nın açılması ile birlikte Hint-Pasifik ve Atlantik-Akdeniz kökenli omurgalı ve omurgasız denizel canlıların, Kızıldeniz ve Atlantik Okyanusu'ndan

Akdeniz'e giriş yaptığı bildirilmiştir. İstilacı ve zehirli denizkestanesi (*Diadema setosum*) ilk defa 2006 yılında Antalya Kaş yarımadasından rapor edilmiş olup, Türkiye kıyılarında hızla yayılım göstermeye devam etmektedir. Türkiye sularına giren istilacı denizkestanesi türü endemik (yerli) türler üzerinde baskı kurarak ekolojik ve ekonomik açıdan olumsuz sonuçlara sebep olmaktadır. Bu yüzden istilacı ve zehirli bir tür olan *Diadema setosum*'un endemik türler üzerindeki baskısının azaltılması ve ekonomiye kazandırılması amaçlanmıştır. Ayrıca bu tez çalışmasında ikinci tür olarak İskenderun Körfezinde yaygın bulunan kahverengi makro alg *Sargassum vulgare* kullanılmıştır. Tez çalışması kapsamında yapılan çalışmalar altı bölümde özetlenmiştir. Bunlar,

- 1) Tez çalışmasının ilk bölümünde istilacı denizkestanesi *D. setosum*'un boy-ağırlık ilişkisinin belirlenmesi ve gonadosomatik indeks değişimlerinin hesaplanması için gerekli olan morfometrik ölçümleri ve tartımları yapılacaktır.
- 2) Tez çalışmasının ikinci bölümünde *D. setosum*'un yumuşak dokularının ve kolajenin ham protein, nem ve kül analizleri yapılacaktır. Ayrıca kolajenin amino asit analizi de yapılacaktır.
- 3) Tez çalışmasının üçüncü bölümünde istilacı denizkestanesinde kolajen ekstrakte edilecektir. Daha sonra ekstrakte edilen kolajenin verimi hesaplanacak ve SDS-Page analizi yapılacaktır. Ayrıca kolajenin SEM görüntüleri alınarak FTIR spektrum analizleri de yapılacaktır. Böylece denizkestanesi türü değerlendirilecek ve memeli canlılara alternatif, yüksek ekonomik değeri olan denizel kaynaklı kolajen materyalinin farklı alanlarda kullanılabilme potansiyeli araştırılacaktır.
- 4) Tez çalışmasının dördüncü bölümünde denizkestanesi *D. setosum* türünün kabuk ve dikenlerinden (spin) kitin ve kitosan ekstrakte edilecektir. Elde edilen kitin ve kitosan biyomateryallerinin verimleri, asitte çözünürlüğü, deasetilasyon dereceleri (%DD), Kristal İndeks (CrI) hesaplamaları, FTIR, XRD analizleri ve SEM görüntülemeleri yapılacaktır.
- 5) Tez çalışmasının beşinci bölümünde kahverengi makro alg türü olan *Sargassum vulgare*'den aljinat (A) ekstrakte edilecek ve elde edilen aljinat biyomateryalinin verimi hesaplanarak, SEM görüntülemeleri ve FTIR analizleri yapılacaktır.
- 6) Tez çalışmasının altıncı ve son bölümünde ülkemiz sularında istilacı denizkestanesi (*D. setosum*) türünden elde edilen kolajen (K) ile kahverengi makro alg (*S. vulgare*) türünden elde edilen aljinat (A) kullanılarak biyosorbent görevi görecektir olan kompozit boncuklar hazırlanacaktır. Aljinat boncukları oluşturulduktan sonra Aljinat:Kolajen boncukları 2:1

ve 3:1 oranlarında hazırlanacaktır ve çalışmalarda sırasıyla A, AK1 ve AK2 boncukları şeklinde isimlendirilecektir. Hazırlanan boncuklarla tüm canlılar için toksik olan Pb (II) giderim deneyleri yapılacaktır. Deneylerde biyosorpsiyon sürecini etkileyen en önemli parametreler olan pH, temas süresi, sorbent miktarı, başlangıç çözelti konsantrasyonu çalışmaları yapılacaktır. Ayrıca Aljinat, AK1 ve AK2 boncuklarının Pb (II) biyosorpsiyon deneyleri öncesi ve deney sonrası yüzeylerindeki farklılıkları tespit etmek için SEM görüntülemeleri yapılacak ve EDS analizi ile Pb (II) giderimi doğrulanacaktır.



## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Kadirvelu ve diğerleri [108], endüstriyel atık sularından (2001) Hg (II), Pb (II), Cd (II), Ni (II) ve Cu (II) metallerinin lif özü karbonunun adsorban olarak kimyasal yöntemle uzaklaştırılmasını incelemişlerdir. Çalışma sonucunda lif özünden elde edilen kömürün metal adsorpsiyonu için ekonomik bir yöntem olduğunu ortaya koymuşlardır.

Jeon ve diğerleri [109], giderim süreçlerini geliştirmek için demir oksit ve üretan ile kapsül oluşturup modifiye manyetik aljinik asit (MMA) sentezlemiştir. Çalışma sonucunda MMA'nın giderim kapasitesini Pb (II) için 1,45 mmol/g ve en uygun pH değerini de 4 olduğunu bildirmiştir.

Pandey ve diğerleri [110], kalsiyum aljinat boncuklarını Cr (VI), Pb (II) ve Cu (II) metal iyonlarının giderim etkilerini inceledikleri çalışmada, maksimum giderimin Pb (II) için 120 mg /g olarak rapor etmişlerdir.

Dahiya ve diğerleri [111], ön işleme tabi tutulmuş mollusk kabuğu biyokütlesi kullanarak sulu ortamdan kurşun ve bakır metallerini toplama potansiyellerini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışmada ayrıca pH başlangıç konsantrasyonu, biyosorbent dozu ve temas süresinin biyosorpsiyona etkilerini kesikli deneylerle incelemişler ve deneyler sonucunda mollusk kabuğunun maksimum kurşun giderimini  $18,33 \pm 0,44$  mg/g olduğunu bildirmiştir.

Shawky [112], sodyum aljinat/montmorillonit boncukların Pb (II) metalinin giderim miktarlarını belirlemişlerdir. Sudan uzaklaştırılan Pb (II) miktarı, kullanılan materyal miktarı ile doğru orantılı bir şekilde arttığı bildirilmiştir. Maksimum giderim (244,6 mg/g) pH 6'da olduğu bildirilmiştir.

Idris ve diğerleri [113], sitrik asit ile modifiye edilmiş maghemit nanopartikülü ( $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ile sodyum aljinat boncukların oluşturulması, karakterizasyonu ve sulu çözeltilerden Pb (II) giderimi için kullanılabilirliği araştırılmıştır. Kesikli sistemde yaptıkları çalışmada manyetik aljinat kürelerin Pb (II) iyonlarını pH 7'de 2 saatte %95,2 lik verimle etkili bir şekilde ortamdan uzaklaştırdıklarını bildirmişlerdir.

Kim ve diğeri [114], alüminyum oksit (RAO) ve mimoza ile bağlanmış toz tipi tıraş artığı (PSC) fibrillerinin kolajen ve aljinat ile kesikli ve kolon reaktörlerinde bakır, kadmiyum ve kurşun iyonlarının giderimini araştırmışlardır. Çalışmada maksimum Pb (II) giderimlerinin 60 dakikada sırasıyla 4150 mg/kg ve 5790 mg/kg olduğunu bildirilmişlerdir.

Liu ve diğeri [115], adsorban olarak kitosan kullandıkları çalışmada 10 ppm derişimdeki çözeltiyi 1 ml/dk akış hızında 5 saat süre ile uygulayarak %100 giderim sağlamışlardır.

Kurdtabar ve diğeri [116], kolajen bazlı hidrojel nanokompozitlerin sentezi ile Cd (II), Pb (II), metilen yeşili ve kristal morun adsorpsiyonu için hazırladıkları kolajen-g-poly (AAm-co-MAN)/Na-MMT ile kurşun giderimi araştırılmıştır. Çalışma sonucunda nanokompozit malzemeler ile yaptıkları deneylerde Pb (II) iyonun giderim miktarını yaklaşık olarak 120 mg/g olarak bildirmişlerdir.

Chiew ve diğeri [117], Pb (II) iyonunu sulu çözeltilerden uzaklaştırmak için hallosit aljinat nanokompozit boncukları sentezlemişlerdir. Yaptıkları giderim çalışmalarında boncukların Langmuir izotermi ve ikinci dereceden kinetik modeli uyumlu olduğunu bildirilmiştir. Optimum pH'ın 5 olduğunu ve hallosit nanotüp ile giderim kapasitesinin 84 mg/g iken, Hal/aljinat nanokompozitleri ile giderim kapasitesinin 325 mg/g'a yükseldiğini bildirmişlerdir.

Nastaj ve diğeri [118], kalsiyum aljinat boncukları ile Ni, Pb ve Zn iyonlarının giderimini ve buna ek olarak pH, dozaj, başlangıç konsantrasyonu ve temas süresi gibi parametrelerin etkilerini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda en yüksek giderim veriminin kurşun iyonu için %99 olduğu bildirilmiştir.

Verma ve diğeri [119], ferro-ferrik oksit nanopartikülleri kullanılarak kalsiyum aljinat boncuklarının glisin ile aktifleştirildikleri boncuklarını oluşturmuşlar ve bunların Pb (II) için sulu çözeltilerden giderim potansiyellerini araştırmışlardır. Çalışma sonucunda, ilk 10 dk sonunda %92,8 oranında Pb (II) giderim olduğu bildirilmiştir. Maksimum giderim verimi %99,8 olup, maksimum giderim kapasitesi ise 555,5 mg/g olarak bildirilmiştir.

Ranjbar ve diğeri [120], kireç, pumis ve perlit malzemelerini karıştırarak oluşturdukları materyal ile Pb (II) giderim kapasitesini araştırmışlar. Çalışma sonucunda 100 ppm

derişimde Pb çözeltilisini 2.4 ml/dk akış hızında 210 dk süre ile uygulamışlar ve %99.9 giderim sağlamışlardır.

Nazir ve diğerleri [121], biyosorbent olarak *Bougainvillea spectabilis* bitki türü kullanarak Pb (II) metalinin giderimi kapasitesini araştırmışlardır. Çalışmada kullanılan tür ile karşılaştırıldığında, sitrik asit modifikasyonunun Pb (II) metal gideriminin 50,25 mg/g'dan 67,11 mg/g yükseldiğini gözlemlemişlerdir.

Liu ve diğerleri [122], amino-ceviz kabuğu (AMWNS) sentezleyerek bu malzemenin sulu çözeltiliden Pb (II) metalinin giderimini ve mekanizmasını araştırmışlardır. Modifikasyon monomeri olarak trietilen tetramin (TETA) kullanılarak AMWNS malzemesini hazırlanmışlardır. AMWNS malzemesinin Pb (II) için giderim kapasitesi farklı pH (2-9) ve farklı adsorban miktarlarında (0,5-2,0 g/L) optimum pH değerinin 7 olduğunu bulmuşlardır.

Tangtubtima ve Saikrasun [123], tarım atıklarından elde edilen ananas liflerini (PF) alkali ortamda (APF) ve polietilenimin (PEI) üzerine entegre ederek (APF-PEI) sulardan kurşun giderimini araştırmışlardır. APF-PEI'nin Pb (II) metal maksimum adsorpsiyon kapasitesini 165,00 mg/g olduğunu ve ayrıca APF'dekilerden %53 daha fazla olduğunu bildirmişlerdir.

Santos ve diğerleri [124], farklı lignoselülozik materyallerin (muz kabuğu, BP), okaliptüs kabuğu EB, mısır koçanı MC ve mısır yaprağı ML) alkali ve asidik hidroliz işlemleri uygulayarak Pb (II) ve Ni (II) iyonları için adsorpsiyon kapasitelerini artırmaya çalışmışlardır. Sonuçlar alkali hidroliz işleminin tüm liflerin Pb (II) ve Ni (II) metal giderim kapasitesini artırdığını göstermiştir. Pb (II) iyonları için elde edilen maksimum giderim kapasitesini  $65,90 \pm 13,80$  (BBP) mg/g bildirmişlerdir.

Varaprasad ve diğerleri [125], kahverengi algden elde ettikleri aljinatı kullanılarak aljinat-akrilamid hidrojel geliştirmiş ve Pb (II) giderimde kullanmışlardır. Pb (II) giderimi için pH aralığı 3-5 belirlenmiş ve Pb (II) giderimini sırasıyla 101,8, 109,2, 103,6 mg/g hesaplanmışlardır. 1440 dk sonunda maksimum giderime ulaştığını (%96) bildirmişlerdir.

Shen ve diğerleri [126], aljinat modifiyeli grafitik karbon nitrür kompozit hidrojelleri (g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SA) yaparak Pb (II), Ni (II) ve Cu (II) iyon gideriminde kullanmışlardır. Çalışma sonucunda Pb (II) için maksimum giderim kapasitesini 383,4 mg/g belirlemişlerdir.

Claudio-Rizo ve diğeri [127], manganit ile güçlendirilmiş kolajen-poliüretan-kitosan bazlı yeni bir kompozit hidrojel sentezleyerek Pb (II) iyonlarının adsorpsiyonu için kullandıkları çalışmada manganitin adsorpsiyona etkisini incelemiştir. Çalışmada manganit ile güçlendirilmiş kompozitin amorf bir yapı oluşturduğu, mekanik özelliklerinin arttığını ve hem asidik hem de proteolitik bozunmaya karşı direnç gösterdiğini bildirmişlerdir. Sonuç olarak ağırlıkça %35 manganit içeren hidrojel 24 saatte %91±6 Pb (II) metal giderim oranına sahip olduğunu bildirmişlerdir.

Reyes-Ruiz ve diğeri [128], sığır tendonundan elde ettikleri kolajen (C) ile kitosan (Q) kullanarak oluşturdukları hidrojel (CQ-P(HDI) ve CQ-P(IPDI)) Pb (II) iyon giderimi çalışmasında kullanmışlar ve CQ, CQ-P(IPDI) ve CQ-P(HDI) hidrojel için Pb (II) giderimini sırasıyla %99±8, %99±9 ve %96±8 bildirmişlerdir.

Zhao ve diğeri [129], biyokömür (BC) ve demir-aljinat hidrojel (Fe-SA) materyalleri kullanarak polimerik ağlar üretmiş (Fe-SA-C) ve Cr (VI) ve Pb (II) gideriminde kullanmışlardır. Yaptıkları çalışmada Fe-SA-C ve Fe-SA materyalleri için Pb (II) giderimini sırasıyla 796,27 ve 287,52 mg/g ve Fe-SA-C materyalinin çok daha yüksek giderim kapasitesine sahip olduğunu bildirmişlerdir.

Cheng ve diğeri [130], krofton otundan elde edilen biyokömürü kullandıkları giderim çalışmasında 20 ppm derişimdeki Pb (II) çözeltisini 2 ml/dk akış hızında 1500 dk süre ile uygulamışlar ve %95 başarı sağladıklarını belirtmişlerdir.

Jayalakshmi ve diğeri [131], kobalt 88 ferrit nano parçacık kullandıkları çalışmada 50 ppm derişimdeki Pb (II) çözeltiyi 5 ml/dk akış hızında 50 dk süre ile uygulamışlar ve %98,2 giderim sağlamışlardır.

Shen ve diğeri [132], sodyum aljinat ve K-karajenan materyalleri ile AlKFc kompozit küreler elde etmişler ve Pb (II) giderimin de kullanmışlardır. Yaptıkları çalışma sonucunda 3 bileşenli boncukların deformeye uğramadığını ve giderimde başarılı olduğunu, ayrıca maksimum adsorpsiyon kapasitesini 351,04 mg/g belirlemişlerdir.

Görüldüğü üzere literatürde kalsiyum aljinatın Pb (II) metalinin sulu ortamlardan uzaklaştırılmasına dair çok sayıda çalışma mevcuttur. Her bir çalışmada ya kalsiyum aljinat



mikro krelerinden farklı kompozitler yapılmıř ya da farklı adsorpsiyon kořulları incelenmiřtir. Ayrıca yapılan alıřmalarda aljinat materyali genellikle ticari olarak satın alınmıř ve giderim deneylerinde kullanılmıřtır.

Bu alıřmada, kurřun (II) iyonlarının gideriminde kullanılmak zere kalsiyum Aljinat (A) Aljinat:Kolajen boncukları 2:1 ve 3:1 oranlarında oluřturulacak ve sırasıyla Aljinat, AK1 ve AK2 boncukları olarak isimlendirilerek ve farklı pH (3-6), temas sreleri (30-360 dk), bařlangı konsantrasyonları (100-300 ppm) ve farklı sorbent miktarları (0,25-0,5 g) uygulanacaktır. Bu alıřmada Pb (II) iyonlarının giderim verimine etkisini ve biyosorpsiyon kapasitesine etkileri arařtırılacaktır.



### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

##### 3.1.1. *Diadema setosum* (Leske, 1778) türünün biyolojik özellikleri

**Alem:** Animalia

**Şube:** Echinodermata

**Sınıf:** Euechinoidea

**Takım:** Diadematoida

**Familya:** Diadematidae

**Cins:** *Diadema*

**Tür:** *Diadema setosum* (Leske, 1778)

İndo-Pasifik kökenli ve zehirli denizkestanesi türü *Diadema setosum* (Leske, 1778) Kızıldeniz, Afrika, Japonya ve Avustralya kıyılarına kadar geniş dağılım göstermektedir [133]. Ülkemiz sularında bu tür ilk defa 2006 yılında Akdeniz bölgesinin güneyinde, Kaş Yarımadasından rapor edilmiştir [134]. Bu türün Süveyş Kanalı üzerinden larvaların taşınması ile ya da akvaryum ticareti ile geldiği düşünülmektedir. Ayrıca bu denizkestanesi türünün dikenlerinin zehirli olduğu ve ağırlı yaralanmalara sebep olduğu bildirilmiştir [134].

*D. setosum* yaşam alanı olarak sığ sublittoral bölgede 1 ila 20 m arasında değişen derinliklerde rahatlıkla yaşarken, sıklıkla 4-6 m derinliklerde dağılım göstermektedir. Çoğunlukla saklanabildiği kayalık habitatları ve biyojenik resifleri tercih etmektedir. Bu türün ortalama test (kabuk) çapı ve yüksekliği sırasıyla 6-7 cm ve 3,5-4 cm'dir. Bu denizkestanesi türünün ömrü yaklaşık 3,5 yıldır ve erişkin bireyler 35 ila 80 g ağırlığı arasındadır [135].

Bu türün gövdelerinde radiola adı verilen dikenler bulunmaktadır. Dikenlerinin boyu yaklaşık 25 cm'e kadar ulaşabilmektedir. Gövdenin tam ortasında turuncu mavi bir kese bulunur ve metabolizma atıklarını bu anal keseden boşaltırlar [134]. İndo-Pasifik kökenli olan uzun dikenli denizkestanesi (*D. setosum* Leske, 1778) üzerinde 5 adet nokta şeklinde

beyaz leke (spot) ve anal kesede parlak portakal sarısı renkte halka bulunmaktadır. Vücut üzerindeki fosforlu lekeler türe ait belirleyici özelliklerdir (Resim 3.1) [133, 136].



Resim 3.1. İstilacı denizkeşanesi *Diadema setosum* (Orijinal)

### 3.1.2. *Sargassum vulgare* (C. Agardh, 1820) türünün biyolojik özellikleri

Alem: Chromista

Şube: Ochrophyta

Sınıf: Phaeophyceae

Takım: Fucales

Familya: Sargassaceae

Cins: *Sargassum*

Tür: Kahverengi Makro Alg *Sargassum vulgare* (C. Agardh, 1820)

Genellikle kıyısız alanlarda ve mercan resiflerinde dağılım göstermektedir. Boyları yaklaşık 3 ila 5 cm arasında ve tallus çapları yaklaşık 3-4 mm olan sarımsı kahve renkleriyle dikkat çeken yapraksız alg türüdür (Resim 3.2). Yapraklarının kenarlarında dalga dalga girinti ve çıkıntılar bulunmaktadır. Uzak doğu ülkelerinde geleneksel olarak tüketilen bu türün protein, lif, karbonhidrat, vitamin ve mineral düzeyleri oldukça yüksektir [137].

*Sargassum vulgare* glutamik asit, aspartik asit, alanin, tirozin gibi temel olan aminoasitleri bulunmakta ve içerikleri yüksektir [138]. Aljinik asit, siklofukanlar gibi polisakkaritler bu türün içeriğinde bulunduğundan antiviral etkiye sahiptir [139].



Resim 3.2. Kahverengi makro alg *Sargassum vulgare* (Orijinal)

### 3.2. Örneklerin Toplanması ve Hazırlanması

Araştırmada biyosorbent materyali olarak kullanılması planlanan makro alg (*Sargassum vulgare*) ve denizkestanesi (*Diadema setosum*) türleri İskenderun Körfezinin farklı istasyonlarından (Kaleköy, Arsuz ve İskenderun), 0-5 m derinliklerinden toplanmıştır (Resim 3.3). Toplanan makro algler ve denizkestanesi, soğutucu kaplarda İSTE Deniz Bilimleri ve Teknolojisi Fakültesi Temel Bilimler Laboratuvarına getirilmiştir.



Resim 3.3. *D. setosum* ve *S. vulgare*'nin toplanması (Orijinal)

#### 3.2.1. *Diadema setosum* örneklerinin hazırlanması

Denizkestanelerinin diseksiyon işlemi öncesinde morfolojik ölçümleri ve ağırlıkları alınmıştır. Denizkestanesinin testa (kabuk) kısmını spinlerinden (diken) ayırmak için makas yardımı ile tıraşlama yapılmıştır (Resim 3.4). Daha sonra kabuk kısımları makas yardımı ile disekte edildikten sonra kabuk ve dikenleri kitin ve kitosan analizleri için öğütülmüştür. Geriye kalan tüm yumuşak dokuları küçük parçalara ayrılmıştır. Küçük parçalara ayrılan

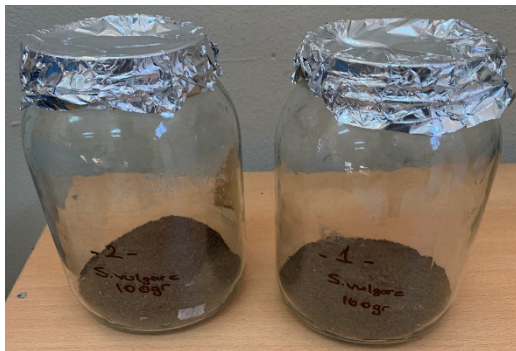
tüm yumuşak dokular ve öğütülen kabuk ve diken tozları analiz işlemlerine kadar +4° C de saklanmıştır.



Resim 3.4. A) *D. setosum*, B) kabuk ve C) dikenleri (Orijinal)

### 3.2.2. *Sargassum vulgare* örneklerinin hazırlanması

Toplanan *Sargassum vulgare* örneklerinin yüzeylerinde bulunan yabancı maddeleri uzaklaştırmak için önce çeşme suyu ile daha sonra bi distile su ile birkaç kez yıkanmıştır. Hemen ardından kurutma kağıdı üzerinde oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır [140]. Kurutma işlemi sonrasında öğütücü yardımı ile makro alg numuneleri un haline getirilmiştir (Resim 3.5). Analizlere kadar +4° C de saklanmıştır.



Resim 3.5. *S. vulgare*'nin toz formu (Orijinal)

### 3.2.3. Kurşun (II) çözeltisinin hazırlanması

Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>'den 1,599 g tartılarak 1 L bidistile suda çözülmesi sağlanarak 1000 mg/L stok çözeltisi hazırlanmıştır. Bu stok çözeltiden seyreltmeler yapılarak 100, 200 ve 300 ppm de çalışmalar yürütülmüştür.

### 3.3. Kullanılan Kimyasallar

Çalışmada kullanılan kimyasallar analitik saflıktadır. Kolajen eldesinde NaCl, Tris-HCl, Na<sub>2</sub>HP0<sub>4</sub>, asetik asit, kitin ve kitosan eldesinde ise NaOH ve HCl kullanılmıştır. Pb (II) çözeltisi için Pb (NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> kullanılmıştır. Çözeltinin pH ayarlaması için 0,1 M HCl ve 0,1 M NaOH kullanılmıştır.

### 3.4. Kullanılan Cihazlar

Manyetik Karıştırıcı: Giderim deneylerinde kullanılacak materyallerin sentezi için ve sorbent materyallerin hazırlanmasında kullanılmıştır.

pH Metre: Hazırlanan çözeltilerin pH değerlerinin tespitinde kullanılmıştır.

Desikatör: Hazırlanan materyallerin nem-kuruluk dengesini sağlamak için kullanılmıştır.

Cam malzemeler: Deneylerde erlenmayer, beher, mezür gibi cam malzemeler kullanılmıştır.

Hassas Terazi: Tartımda kullanılmıştır.

Öğütücü: Kabuk ve dikenlerin toz hale getirilmesinde kullanılmıştır.

Etüv: Örneklerin kurutulmasında kullanılmıştır.

Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi (AAS): Pb (II) tespiti için kullanılmıştır.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM): Materyallerin karakterizasyonunda kullanılmıştır.

X-Işınları Difraktometresi (XRD): Materyallerin karakterizasyonunda kullanılmıştır.

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR): Materyallerin karakterizasyonunda kullanılmıştır.

### 3.5. Yöntem

#### 3.5.1. Denizkestanesinin (*D. setosum*) morfometrik ölçümleri

Toplanan denizkestaneleri buzla temas ettirilmeden plastik kova içerisinde İskenderun Teknik Üniversitesi, Deniz Bilimleri ve Teknolojisi fakültesinde bulunan temel bilimler laboratuvarına getirilmiştir. Bireylerin tartımları 0.01 g hassasiyetli dijital terazi yardımıyla tartıldıktan sonra (g), testa (kabuk) çapı 0.01 mm hassasiyetli dijital kumpas yardımı ile ölçülmüştür (mm). İskenderun Körfezinde dağılım gösteren denizkestanesi popülasyonunun boy-ağırlık ilişkisi hesaplamalarında (LWR),  $W = aL^b$  denklemi kullanılmış olup, burada W vücut ağırlığı (g) ve L toplam uzunluktur (mm) [141].

Yönteme göre büyüme  $b=3$  olduğunda izometrik,  $b>3$  olduğunda pozitif allometrik veya  $b<3$  olduğunda negatif allometrik olarak tanımlanmaktadır [142]. Biyometrik ölçümler Microsoft Excel Programı 2016 versiyonu kullanılarak yapılmıştır. Sonuçlar Ortalama±Standart Hata olarak ifade edilmiştir. *D. setosum*'un boy ve ağırlık frekans verileri SPSS Versiyon 17.0 kullanılarak hesaplanmıştır. Gonadosomatik indeks (GSI) hesaplamalarında Eş. 3.1, 3.2 ve 3.3 denklemleri kullanılmıştır (Eş) [143, 144].

$$GSI1 = [GA (g) / TA (g)] \times 100 \quad (3.1)$$

$$GSI2 = [GA (g) / KA (g)] \times 100 \quad (3.2)$$

$$GSI3 = [(GA (g)) / (KA (g)) + (AA (g))] \times 100 \quad (3.3)$$

Bu eşitliklerde;  $G_A$ ; Gonad ağırlığı,  $T_A$ ; toplam ağırlık,  $K_A$ : Kabuk Ağırlığı ve  $A_A$ ; Aristotle's lantern ağırlığıdır.

#### Örneklerin kül, lipid, protein ve amino asit hesaplamaları

Homojenize edilmiş örneklerin ham kül analizi AOAC [145] metoduna göre, İskenderun Teknik Üniversitesi, Deniz Bilimleri ve Teknolojisi fakültesinde bulunan temel bilimler laboratuvarında yapılmıştır. Tüm örnekler yakma fırınına yerleştirilmiş ve  $550^\circ\text{C}$ 'de 4 saat süreyle yakılmıştır. Süre sonunda desikatöre alınarak oda sıcaklığında soğutulmuş ve tartılmıştır (Resim 3.6).



Resim 3.6. Örneklerin ham kül analizi (Orijinal)

Analiz sonucunda örneklere ait ham kül miktarları (%) aşağıdaki eşitlik (Eş.3.4) kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Ham K\u00fcl (\%)} = [Dara (g) + ham k\u00fcl (g) - Dara (g) \times 100] / NM (g) \quad (3.4)$$

Bu e\u015ftlikte; NM: Numune miktar\u0131 (g)'dir.

Homojenize edilmi\u015f \u00f6rneklerin lipid analizi, Bligh ve Dyer [146] metoduna g\u00f6re, \u0130skenderun Teknik \u00dcniversitesi, Deniz Bilimleri ve Teknolojisi fak\u00fcltesinde bulunan temel bilimler laboratuvar\u0131nda yap\u0131lm\u0131\u015ftir. Yakla\u015fik olarak 0,5 g \u00f6rneklere metanol/kloroform/saf su (4/4/3,6 ml) eklendikten sonra bir kar\u0131\u015ft\u0131r\u0131c\u0131 ile kar\u0131\u015ft\u0131r\u0131lm\u0131\u015ftir. Daha sonra 4000 rpm'de 15 dakika santrif\u00fcd\u00fcl edilmi\u015ftir. T\u00fcp\u00fcn en alt kısm\u0131nda olu\u015fan ya\u011f filtre k\u00e2\u011f\u0131d\u0131 ile s\u00fcz\u00fcld\u00fckten sonra daras\u0131 al\u0131nm\u0131\u015f petri kaplarına yerle\u015ftirilmi\u015ftir (Resim 3.7). Et\u00fcdve 1 saat 60 \u00b0C'de bekletildikten sonra kloroformun tamam\u0131 u\u00e7urulmu\u015ftur.



Resim 3.7. \u00d6rneklerin lipid analizi (Orijinal)

Et\u00fcdven alınan petri kapları desikat\u00f6r ile oda sıcaklığ\u0131nda so\u011futulduktan sonra hassas terazi kullanılarak tart\u0131lm\u0131\u015ftir. Lipid oranları a\u015fa\u011f\u0131daki e\u015ftlik kullanılarak hesaplanm\u0131\u015ftir (E\u015f. 3.5).

$$\text{Lipid Miktar\u0131 (\%)} = [(PD + L) - (PD)] \times 100 / NM \quad (3.5)$$

Bu e\u015ftlikte; PD: Petri daras\u0131 (g), L: Lipid ve NM: Numune miktar\u0131 (g)'dir.

Toplam ham protein analizi Kjeldahl metoduna g\u00f6re \u0130skenderun Teknik \u00dcniversitesi, Deniz Bilimleri ve Teknolojisi fak\u00fcltesinde bulunan temel bilimler laboratuvar\u0131nda yap\u0131lm\u0131\u015ftir [145]. \u00d6rneklerden kjeldahl t\u00fcpleri i\u00e7erisine yakla\u015fik 1g eklenerek 2 adet kjeldahl tablet koyulmu\u015ftur (Merck) ve 20 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eklendikten sonra yakma \u00fcnitesinde 420\u00b0 C'de 2-3 yak\u0131lm\u0131\u015ftir. Yakma i\u015flemi bittikten sonra t\u00fcpler oda sıcaklığ\u0131nda so\u011fumas\u0131 i\u00e7in bekletilmi\u015ftir ve sonra t\u00fcp i\u00e7erisine 60 mL bidistile su ve 50 mL 10N NaOH eklenmi\u015ftir. Destilasyon



ünitesine tüpü yerleştirilmiştir ve 25 ml erlen içerisinde %40'lık borik asit ( $H_3BO_3$ ) solüsyonu eklenerek destilasyon işlemi yapılmıştır (Resim 3.8).



Resim 3.8. Örneklerin ham protein analizi (Orijinal)

İşlem sonunda erlen içerisindeki sıvı 0,1 M HCl ile titre edilmiştir. Sarf edilen HCl miktarı kaydedilmiş ve aşağıdaki eşitlik kullanılarak protein miktarı hesaplanmıştır (Eş. 3.6 ve 3.7).

$$N (\%) = [14,01 \times (A - B) \times M \times 100] / NM \times 10 \quad (3.6)$$

$$\text{Ham Protein (\%)} = \%N \times 6,25 \quad (3.7)$$

Bu eşitlikte; A: Örnek için sarf edilen HCl miktarı, B: Kör için sarf edilen HCl miktarı, M: Asit molaritesi ve g: Numune miktarıdır.

### Amino asit analizi

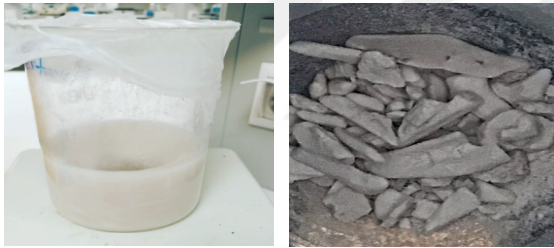
Denizkestanesinden elde edilen kolajenin amino asit analizi TÜBİTAK-Marmara Araştırma Merkezi (MAM) tarafından yapılmıştır. Kolajenin amino asit içerikleri D.05.G106 (İşletme içi metot UFLC-UV) yöntemine göre tespit edilmiştir [147-149].

### **3.5.2. Denizkestanesinden kolajen eldesi**

#### Kolajen ekstraksiyonu

Sivakumar ve Chandrakasan [150] tarafından geliştirilen yöntem, istilacı denizkestanesi (*D. setosum*) yumuşak dokularından kolajen ekstraksiyonu için modifiye edilmiştir. Tüm

prosedür 4°C'de gerçekleştirilmiştir. Denizkestanesinin kabuk (testa) kısmını dikenlerinden (spin) ayırmak için makas yardımı ile tıraşlama yapılmıştır. Daha sonra kabukları makas yardımı ile disekte edildikten sonra alınan tüm iç organları küçük parçalara bölünmüştür. Küçük parçalara bölünmüş olan 800g iç organ her gün değiştirilmek koşulu ile iki gün boyunca 0.2 N NaOH solüsyonunda bekletilmiştir (NaOH solüsyonu günlük olarak değiştirilecek). Çökelti distile su ile bolca yıkandıktan sonra etüvde kurutulmuştur. Daha sonra 1 M asetik asit içinde bir gün bekletilmiştir. Ağırlığa göre %5 (a/h) pepsin (Sigma p7000) ilave edilerek ve 48 saat hidrolize edilmiştir. Daha sonra 8000xg'de 1 saat 4°C'de santrifüjlenerek ve süpernatant toplanmıştır. Süpernatant, 0.7M konsantrasyona NaCl eklenerek ve 0.05M Tris-HCl (pH 7.5) içinde 2.3M olan nihai konsantrasyona kadar NaCl ilave edilerek çökmesi sağlanmıştır. Çökelti, 4 °C' de 1 saat boyunca 8000 x g'de santrifüj edilmiştir. Daha sonra 0.5 M asetik asit içinde çözünerek ve 0.1 M asetik asit ile distile suda diyaliz edilmiştir ve etüvde kurutulmuştur. Elde edilen kolajen deney aşamasına kadar 4°C' de muhafaza edilmiştir (Resim 3.9).



Resim 3.9. *D. setosum*'dan elde edilen kolajen (Orijinal)

### Kolajenin verimi

Kolajen verimi başlangıç malzemesinin kuru ağırlığına göre aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (Eş. 3.8).

$$V_{Kolajen} = \left[ \frac{A_{Kolajen} (g)}{A_{Dokuların\ yaş\ ağırlığı} (g)} \right] \times 100 \quad (3.8)$$

Bu eşitlikte; V: Verim ve A: ağırlıktır.

### Kolajenin Sodyum Dodesil Sülfat Poliakrilamit Jel Elektroforez (SDS-Page) analizi

Denizkestanesinden elde edilen kolajenin SDS-Page analizi Sodyum Dodesil Sülfat Poliakrilamit Jel Elektroforezi (SDS-Page) Laemmlı [151] tarafından önerilen prosedür modifiye edilerek TÜBİTAK-Marmara Araştırma Merkezinde (MAM) yapılmıştır.

### Fourier Dönüşümlü Kıızılötesi Spektroskopisi (FTIR) analizi

Denizkestanesinden elde edilen kolajenin FTIR spektrumları (Jasco/FT/IR-6700) kuru koşullar altında ATR yöntemi ile yapılmıştır. Tüm spektrumlar  $4000$  ila  $400\text{ cm}^{-1}$   $4\text{ cm}^{-1}$  veri toplama hızında gerçekleştirilmiştir. Kolajenin FTIR spektrumları İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) yapılmıştır.

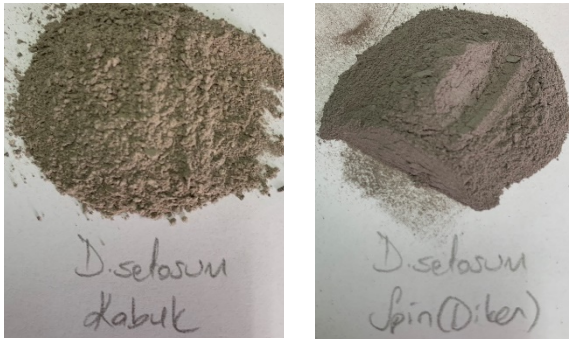
### Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi

Kolajenin yüzey morfolojisini ve içyapısını incelemek için SEM cihazı kullanılmıştır. Analiz öncesinde numunelerin üzeri POLARON SC7620 model sputter kaplama cihazıyla altın-paladyum (Au-Pd) ile kaplanmıştır. 15 kV kullanılarak SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Thermo Fisher Scientific Apreo S) cihazı ile görüntülenmiştir. SEM analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### **3.5.3. Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan eldesi**

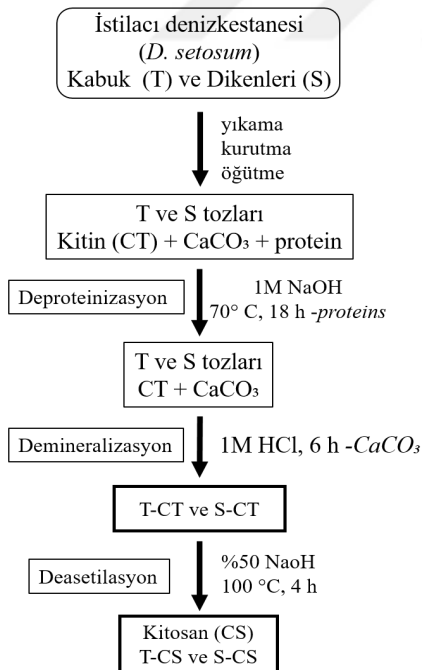
#### Kitin ve kitosan ekstraksiyonu

Denizkestanesinin kabuğu ve dikenlerinin üzerindeki yabancı maddelerden arındırmak için bir fırça yardımıyla temizlendikten sonra çeşme suyuyla 3-5 kez yıkanmıştır. Daha sonra distile su ile 3-5 kez yıkanarak kurumaya bırakılmıştır. Kuruması sağlanan kabuklar ayrı ayrı öğütülmüştür (Resim 3.10).



Resim 3.10. *D. setosum* kabuk ve dikenlerinin toz formu (Orijinal)

Toz haline gelen kabuk ve dikenler ayrı ayrı 1M NaOH çözeltisi ile minerallerinden uzaklaştırmak için oda sıcaklığında 18 saat manyetik karıştırıcı karıştırılmıştır. Süre sonunda pH nötr hale gelinceye kadar bidistile su ile 3-5 kez yıkanmıştır ve daha sonra 50°C de 24 saat etüvde kurumaya bırakılmıştır. Kuruyan numuneleri protein yapılarından uzaklaştırmak için 1M HCl çözeltisi ile 70°C de 6 saat manyetik karıştırıcı yardımı ile karıştırılmıştır. Süre sonunda pH nötr hale gelinceye kadar bidistile su ile 3-5 kez yıkanmıştır ve süzme-kurutma işlemi tekrarlanmıştır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Kitin ve kitosanın üretim aşaması

Elde edilen kitin materyallerine renk giderim işlemi uygulanmıştır ve tekrar distile su ile yıkanarak kurutulmuştur. Böylece kitinin izolasyon işlemi tamamlanmıştır. Elde edilen kitinden kitosan eldesi için kitinler ayrı ayrı %50 NaOH çözeltisi ile muamele edilmiştir.

İşlem sonrası yıkanıp süzme işlemi yapılmıştır. Oluşan kitosan örnekleri daha sonrasında analiz işlemlerinde kullanılmak üzere kurutulurak oda koşullarında ya da uzun süre bekleyecekse +4 °C'de muhafaza edilmiştir.

### Kitin ve kitosan verimi

Denizkestanesi kabuk ve diken tozlarının başlangıç ağırlığı, kitin ve kitosan verimini hesaplamak için aşağıdaki eşitlik kullanılmıştır (Eş. 3.9 ve 3.10).

$$V_{kitin}(\%) = (A_{ham\ materyal} / A_{kitin}) \times 100 \quad (3.9)$$

$$V_{kitosan}(\%) = (A_{kitin} / A_{kitosan}) \times 100 \quad (3.10)$$

Bu eşitlikte; V: Verim ve A: Ağırlıktır.

### Kitosanın çözünürlüğü

0,1 g kitosan (T-CS ve S-CS), %1 asetik asit (100 ml) içinde çözdürülerek filtre kağıdı ile süzülmüştür. Çözünmeyen kitosan distile su ile yıkandıktan sonra 60 °C'de 24 saat etüvde kurutulduktan sonra tartılmıştır. Bu işlem 3 kez tekrarlanmıştır. Kitosanın asitte çözünürlüğü Puvvada ve diğerleri [152] metoduna göre aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (Eş. 3.11, 3.12 ve 3.13).

$$\text{Çözünmeyen} = SA_{filtre\ kağıdı} - BA_{filter\ kağıdı} \quad (3.11)$$

$$\text{Çözünmeyen}(\%) = [\text{Çözünmeyen} / A_{örnek}] \times 100 \quad (3.12)$$

$$\text{Çözünen}(\%) = 100 - \text{Çözünmeyen}(\%) \quad (3.13)$$

Bu eşitlikte; SA: Son ağırlık; BA: Başlangıç ağırlığı; A: Ağırlık olup tüm ağırlık birimleri gramdır (g).

### FTIR analizi

Denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitin ve kitosanın FTIR spektrumları (Jasco/FT/IR-6700) kuru koşullar altında ATR yöntemi ile yapılmıştır. Tüm spektrumlar 4000 ila 400  $\text{cm}^{-1}$  4  $\text{cm}^{-1}$  veri toplama hızında gerçekleştirilmiştir. FTIR analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### Kitin ve Kitosanın deasetilasyon derecesi (%DD)

Kitin ve Kitosanın deasetilasyon derecesi (%DD) FTIR analizi sonucunda Brugnerotto ve diğerleri [153] yöntemine göre aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (Eş. 3.14 ve 3.15). FTIR analizine göre A1320 (amid grubu), 1320  $\text{cm}^{-1}$  bandının ve A1420 (Amin grubu), 1420  $\text{cm}^{-1}$  bandının pik seviyesidir.

$$\% DA = [(A1320 / A1420) - 0.3822] / 0.03133 \quad (3.14)$$

$$\% DD = 100 - \% DA \quad (3.15)$$

Bu eşitlikte; DD: Deasetilasyon derecesi (%), DA: Asetilasyon derecesi (%)’dir.

### XRD analizi

Elde edilen kitin ve kitosanın XRD analizi (Malvern Panalytical EMPYREAN (3. Nesil) marka/model)) 2° ile 45° arasında, tarama hızı 0,5° dk<sup>-1</sup>, adım aralığı 0.02°, voltaj 40 kV ve akım 30 mA Bakır (Cu) X-ışını kaynağı (CuK $\alpha$ ) ( $\lambda_{\text{Cu}}=1.5418\text{\AA}$ ) ile yapılmıştır [154]. XRD analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### Kitosanın Kristal İndeks analizi (CrI)

Elde edilen kitosanın Kristal İndeksi (CrI), Yuan ve diğerleri [155] yöntemindeki eşitliğe göre belirlenmiştir (Eş 3.16).

$$CrI_{110} = [(I_{110} - I_{am}) / I_{110}] \times 100 \quad (3.16)$$

Bu eşitlikte;  $I_{110}$ ,  $2\theta$ :  $20^\circ$ 'deki (110) kırınım zirvesinin maksimum yoğunluğudur ve  $I_{am}$ ,  $2\theta$ :  $16^\circ$ 'deki amorf kırınım sinyalini göstermektedir.

### SEM analizi

Kabuk ve dikenlerden elde edilen kitin ve kitosanın yüzey morfolojisini ve iç yapısını incelemek için SEM kullanılmıştır. Analiz öncesinde numuneler POLARON SC7620 model sputter kaplama cihazı kullanılarak altın-paladyum (Au-Pd) ile kaplanmıştır. 15 kV kullanılarak SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Thermo Fisher Scientific Apreo S) cihazı ile görüntülenmiştir. SEM analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### **3.5.4. Kahverengi makroalg (*Sargassum vulgare*)'den aljinat eldesi**

#### Aljinat ekstraksiyonu

Yüzeylerinde bulunan yabancı maddeleri uzaklaştırmak için makro algler çeşme suyu ile yıkanmıştır. Hemen ardından kurutma kağıdı üzerinde oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır [140]. Kurutma işlemi sonrasında öğütücü yardımı ile makro algler toz haline getirilmiştir. Ortalama 800 gr makro alg tozu %85 etanol içerisinde oda sıcaklığında 24 saat bekledikten sonra bez süzek yardımı ile süzülmüştür.

Yıkanmış algler  $70^\circ\text{C}$ 'ye ısıtılmış 300 ml %2  $\text{CaCl}_2$  içerisine alınmış ve  $70^\circ\text{C}$ 'lik su banyosunda 200 rpm'de 3 saat çalkalanmıştır. Ardından bez süzek yardımı ile süzülmüştür. Laminarin ve fukanları içeren süpernatant peletten çıkarıldı. Daha sonra pelet,  $70^\circ\text{C}$ 'ye ısıtılmış 300 ml HCl (0.01 M, pH=2) ile süspansiyon edildi ve  $70^\circ\text{C}$ 'lik su banyosunda 200 rpm'de 3 saat çalkalandıktan sonra bez süzek yardımı ile süzülmüştür. Fukanları içeren süpernatant peletten çıkarıldı. Son olarak, pelet 300 ml %3  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ile  $70^\circ\text{C}$ 'ye ısıtılmış ve  $70^\circ\text{C}$ 'lik su banyosunda 200 rpm'de 3 saat çalkalandıktan sonra sürenin sonunda bez süzek yardımı ile süzülmüştür [156]. Aljinat içeren süpernatant temiz falcon tüplerine aktarılmıştır. Ekstraksiyondan sonra aljinat solüsyonu distile suda  $4^\circ\text{C}$ 'de 24 saat diyaliz edildi. Daha sonra liyofilizasyon ile aljinat tozu elde edilmiştir.



Resim 3.11. *S. vulgare*'den elde edilen Aljinat (Orijinal)

### Aljinat verimi

Aljinat verimi aşağıdaki eşitliğe göre hesaplanmıştır (Eş. 3.17) [157].

$$V_{alginat} (\%) = (A_{alginat} / A_{kuru\ alg\ tozu}) \times 100 \quad (3.17)$$

Bu eşitlikte; V: Verim ve A: Ağırlıktır.

### FTIR analizi

*Sargassum vulgare* türünden elde edilen aljinatın FTIR spektrumları (Jasco/FT/IR-6700) kuru koşullar altında ATR yöntemi ile yapılmıştır. Tüm spektrumlar 4000 ila 400  $\text{cm}^{-1}$  4  $\text{cm}^{-1}$  veri toplama hızında gerçekleştirilmiştir. FTIR analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### SEM analizi

*Sargassum vulgare* türünden elde edilen aljinatın yüzey morfolojisini ve iç yapısını incelemek için SEM cihazı kullanılmıştır. Analiz öncesinde numunelerin üzerleri POLARON SC7620 model sputter kaplama cihazıyla altın-paladyum (Au-Pd) ile kaplanmıştır. 15 kV kullanılarak SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) (Thermo Fisher Scientific Apreo S) cihazı ile görüntülenmiştir. SEM analizleri İskenderun Teknik

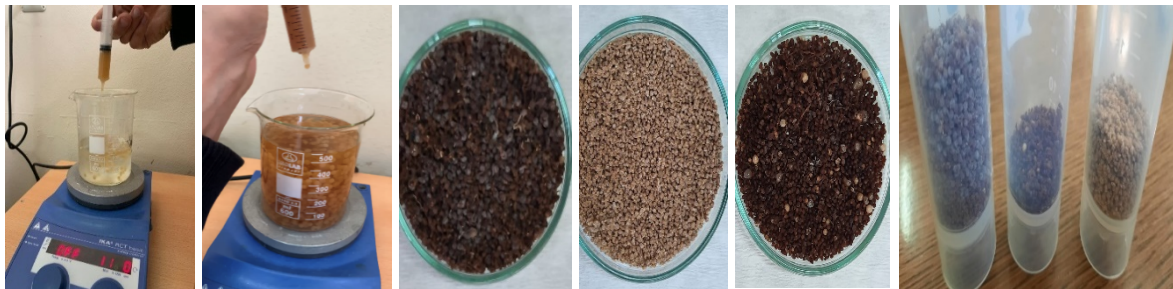


Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM)e gerçekleştirilmiştir.

### 3.6. Biosorbent Boncukların Hazırlanması

5 g sodyum aljinatın 95 ml distile su içerisinde çözünmesi ile %2'lik sodyum aljinat solüsyonu hazırlanmıştır. Daha iyi çözünme için solüsyon 60°C'de jel haline getirilmiştir. Aljinat (A):Kolajen (K) sırasıyla 2:1 ve 3:1 oranlarında karıştırılarak AK1 ve AK2 jelleri elde edilmiştir. Daha sonra elde edilen AK1 ve AK2 jelleri bir şırınga yardımı ile manyetik karıştırıcıda 5-8°C'de %5'lik CaCl<sub>2</sub> solüsyonu ile biosorbent görevi görecektir olan AK1 ve AK2 boncukları hazırlanmıştır (Şekil 3.13). Elde edilen boncukları stabilize etmek ve karıştırma sırasında oluşan küçük hava kabarcıklarını uzaklaştırmak için 12 saat karıştırılmıştır.

Boncukların yüzeyindeki reaksiyona girmemiş CaCl<sub>2</sub>'ü çıkarmak için birkaç defa distile su ile yıkanmıştır. Yıkamanın ardından fazla suyu uzaklaştırmak için kurutma kâğıdı ile süzlmüştür [118]. Elde edilen boncuklar oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır (Resim 3.12).



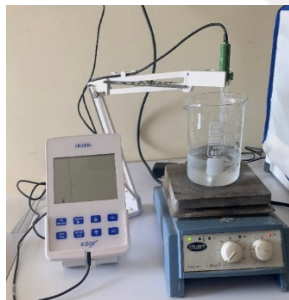
Resim 3.12. Farklı oranlarda hazırlanmış biosorbent boncuklar (Orijinal)

### 3.7. Biosorbent Boncukların SEM-EDS Analizi

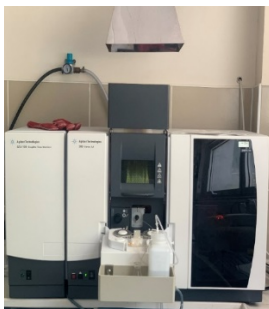
*D. setosum*'dan elde edilen kolajen (K) ile *S. vulgare*'den elde edilen Aljinat (A) kullanılarak oluşturulan A, AK1 ve AK2 biosorbent boncukların deney öncesi ve sonrasındaki SEM-EDS analizleri yapılmıştır. SEM-EDS analizleri İskenderun Teknik Üniversitesi, Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (İSTE-BTM) gerçekleştirilmiştir.

### 3.8. Biyosorpsiyon Çalışmaları

Bu çalışmalarda kullanılmak üzere atık sulara metallere kirlilik düzeyleri en fazla olan ve toksik etki gösteren Pb metali tercih edilmiştir. Laboratuvar koşullarında gerçekleştirilen çalışmada Pb (II) metali sentetik olarak hazırlanmıştır. Sentetik Pb (II) metalini hazırlamak için  $Pb(NO_3)_2$  kullanılmıştır. Tüm deneyler 250 rpm karıştırma hızında ve oda sıcaklığında ( $25\pm 1^\circ C$ ) manyetik karıştırıcıda yürütülmüştür. Hazırlanan çözeltilerin pH'sı 0,1M NaOH ve 0,1M HCl ile ayarlanmıştır (Resim 3.13). Her işlem sonrasında çözeltiler filtre (Whatman-No: 42, 110 mm  $\phi$ ) kağıdı yardımıyla süzölmüştür. Çalışmada kullanılması belirlenen konsantrasyonlara sahip sentetik Pb (II) atık suları (100, 200 ve 300 ppm) ana standart çözeltilisinden seyreltilerek hazırlanmıştır. Pb (II) metali AAS cihazında ölçölmüştür. AAS analizleri Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir (Resim 3.14).



Resim 3.13. Çalışmada kullanılan pH metre (Orijinal)



Resim 3.14. Pb konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan AAS cihazı (Orijinal)

Aljinat (A) boncuklarının verimini kendi bileşenleri ile kıyaslamak için aşağıda belirtilen şartlarda biyosorpsiyon deneyleri aljinat içinde test edilerek kompozit boncuklar ile aralarındaki farklar belirlenmeye çalışılmıştır ve aşağıda detaylı şekilde anlatılan deney prosedürü takip edilmiştir.

Biyosorpsiyon deneylerinde pH, biyosorbent dozu, temas süresi ve başlangıç Pb (II) konsantrasyonu çalışmaları yapılmıştır. İlk önce optimum pH değerini belirlemek için yapılan deneylerde her biyosorbent boncuk için ayrı ayrı 100ppm başlangıç Pb (II) konsantrasyonuna sahip çözeltiler hazırlanarak A, AK1 ve AK2 biyosorbentlerden 0,5'er g kullanılmıştır. Deney oda sıcaklığında 120 dakika sürede, 250 rpm hızında karıştırılarak, pH değerleri 3, 4, 5 ve 6 ile çalışılmıştır. Optimum biyosorbent miktarının belirlenmesi için diğer parametreler sabit tutularak (pH: 3 ve 5, Pb (II): 100 ppm), biyosorbent dozları 0,25, 0,50 ve 0,75 g olacak şekilde her bir biyosorbent için ayrı ayrı deneyler yürütülmüştür (Resim 3.15).

Başlangıç Pb (II) konsantrasyonunun etkisini belirlemek için yapılan deneylerde diğer parametreler sabit tutularak (pH: 3 ve 5, biyosorbent dozu: 0,5 g) üç farklı Pb(II) derişiminde (100, 200 ve 300 ppm) deneyler yürütülmüştür. Temas süresinin etkisini belirlemek için diğer parametreler yine sabit tutularak (pH: 3 ve 5, Pb (II): 100 ppm biyosorbent dozu: 0,5 g) farklı sürelerde (30-360 dakika) deneyler yürütülmüştür.

Biyosorpsiyon kapasitesi ( $q_e$ ) birim biyosorban kütlesi başına biyosorplanan biyosorbatın kütlesi olarak belirlenir ve birimi mg/g'dır. Biyosorpsiyon kapasitesi denklemler ile hesaplanmıştır. Deneylerde biyosorbanın biyosorplama kapasitesi ( $q_e$ ) eşitlik Eş. 3.18 ve giderim yüzde verimleri eşitlik ve 3.19 kullanılarak hesaplanmıştır.

$$q_e = [(C_0 - C_e) \times V] / m \quad (3.18)$$

$$\% \text{ Giderim} = (C_0 - C_e) / C_0 \times 100 \quad (3.19)$$

Bu eşitliklerde;

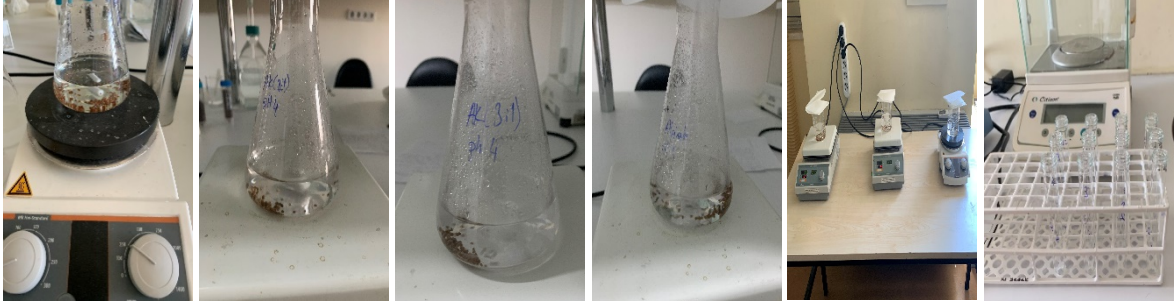
$q_e$ : Biyosorbentin biyosorpladığı biyosorbent miktarı (mg/g),

$C_0$ : Başlangıç biyosorbent konsantrasyonu (mg/L),

$C_e$ : Biyosorpsiyon sonrası çözeltide kalan biyosorbent derişimi (mg/L),

$V$ : Çözelti hacmi (L),

$m$ : Biyosorbent miktarı (g)'dir.



Resim 3.15. Biosorpsiyon deneyleri (Orijinal)



## 4. ARAŞTIRMA BULGULARI

### 4.1. *Diadema setosum*'un Boy Ağırlık İlişkisi ve Gonadosomatik İndeksi

İskenderun Körfezi kıyılarında dağılım gösteren *D. setosum*'un kabuk (testa) çapı minimum 24,32 mm, maksimum 81,1 mm, ortalama  $51,8 \pm 1,18$  mm hesaplanmıştır. Bireylerin ağırlığı en düşük 27,14 g en yüksek 185,11 g tartılmış, ortalama ağırlıkları ise  $84,64 \pm 2,77$  g hesaplanmıştır (Çizelge 4.1). *D. setosum* boy-ağırlık ilişkisi  $W = 0,7917 * L^{1,1773}$  hesaplanmıştır. Tür için tahmin edilen regresyon katsayısı ( $R^2$ ) değeri 0,71'dir. Denizkestanesi türünün farklı gonadosomatik indeks değerleri (GSI) GSI1, GSI2 ve GSI3 sırasıyla  $\%3,4 \pm 0,04$ ,  $\%8,91 \pm 0,09$  ve  $\%7,50 \pm 0,14$  hesaplanmıştır.

Çizelge 4.1. *D. setosum* türünün morfometrik ölçümleri (mm) ve ağırlıklar (g) (Ort: Ortalama, SH: Standart Hata)

	Ort±SH (mm)	Min-Max (mm)
Toplam Ağırlık	84,65±2,77	27,14-185,11
Kabuk (test) Ağırlığı	32,72±1,21	9,79-79,34
Test Yüksekliği	26,99±0,82	9,1-61,35
Test Çapı	51,8±1,18	24,32-81,1
Test Kalınlığı	1,74±0,06	0,6-3,1
Gonad Boyu	20,38±0,79	6,69-45,49
Gonad Ağırlığı	3,04±0,11	1,2-7,68
Aristotle's Lantern Ağırlığı	6,03±0,33	2,4-9,6
Aristotle's Lantern Boyu	14,64±0,58	7,1-20,2

### 4.2. Örneklerin Protein, Lipid, Kül ve Amino Asit Değerleri

#### 4.2.1. Protein, lipid ve kül analizi değerleri

*D. setosum* yumuşak dokusundan ekstrakte edilen kolajenin içerdiği inorganik maddeler ve yağın uzaklaştırılması sebebiyle, toplam lipid ve kül içeriğinin doğal olarak, işlem yapılmamış yumuşak dokunun kül içeriğinden az olduğu belirlenmiştir (Çizelge 4.2).

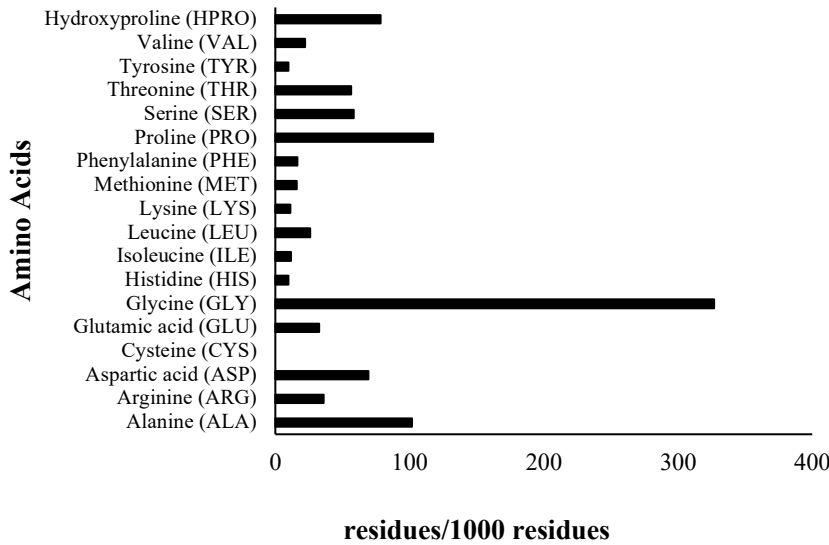
Çizelge 4.2.1 *D. setosum* ve *S. vulgare* proximate analiz sonuçları

Örnek	Ham Kül (%)	Ham Protein (%)	Lipid (%)
Yumuşak doku	18,35±0,56	20,99±0,33	15,78±0,34,
<i>Sargassum vulgare</i>	14,61±0,22	6,06±0,19	12,48±0,73
Kolajen	1,72±0,12	49,5±0,26	2,7±0,25

Denizkestanesinden elde edilen kolajenin protein, lipid ve kül içerikleri  $49,5 \pm 0,26$ ,  $20,99 \pm 0,33$  ve  $2,7 \pm 0,25$ , işlem yapılmamış yumuşak dokudan hesaplanan değerler ise sırasıyla  $15,78 \pm 0,34$ ,  $1,72 \pm 0,12$  ve  $18,35 \pm 0,56$  hesaplanmıştır (Çizelge 4.2).

#### 4.2.2. Amino asit içerikleri

Denizkestanesinden ekstrakte edilen kolajenin amino asit analizi sonucu Çizelge 4.3 de verilmiştir. Kolajenin amino asit içeriği incelendiğinde en fazla glisin, prolin, alanin ve hidroksiprolin tespit edilmiştir. Glisin, alanin, prolin ve hidroksiprolin amino asit değerleri sırasıyla 326,94 kalıntı/1000 kalıntı, 101,6 kalıntı/1000 kalıntı, 117,6 kalıntı/1000 kalıntı ve 78,6 kalıntı/1000 kalıntı bulunmuştur. Toplam amino asitlerin yaklaşık üçte birinde glisin, %10 alanin, %12 prolin ve %8 hidroksiprolin içermektedir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. *D. setosum* kolajenin amino asit oranları (%)

Tirozin ve histidin amino asit konsantrasyonları çok düşük bulunmuştur ve diğer kolajenlerde olduğu gibi sistin saptanmamıştır [158-160]. Kolajenin imino asit içeriği (prolin+hidroksiprolin) 196,19 kalıntı/1000 kalıntı belirlenmiştir (Çizelge 4.3).

Çizelge 4.2.2. *D. setosum*'dan elde edilen kolajenin amino asit içeriği (kalıntı/1000 kalıntı)

Amino asitler	Kalıntı
Alanin (ALA)	101,6
Arjinin (ARG)	35,9
Aspartik asit (ASP)	69,3
Sistin (CYS)	0
Glutamik asid (GLU)	32,4
Glisin (GLY)	326,9
Histidin (HIS)	9,8
Isolösin (ILE)	11,4
Lösin (LEU)	25,8
Lisin (LYS)	11,2
Metionin (MET)	15,8
Fenilanin (PHE)	16,2
Prolin (PRO)	117,5
Serin (SER)	58,2
Treonin (THR)	56,6
Tirozin (TYR)	9,9
Valin (VAL)	22,1
Hidroksiprolin (HYP)	78,6
Imino asit (HYP+PRO)	196,1

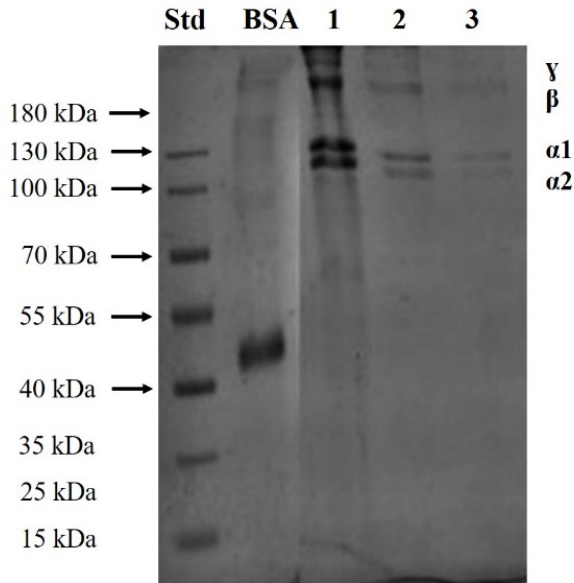
### 4.3. *D. setosum*'dan Elde Edilen Kolajen

#### 4.3.1. Kolajenin verimi

Denizkestanesinden elde edilen kolajen için 75 g yumuşak doku (kuru ağırlık) kullanılmış olup elde edilen kolajen miktarı yaklaşık 17,5 g, kolajen verimi ise ortalama %23,78±1,33 hesaplanmıştır.

#### 4.3.2. Kolajenin SDS-Page analizi

Denizkestanesinden elde edilen kolajenin SDS-Page analizi Resim 4.1'de verilmiştir. Pepsinde çözündürülüp izole edilen kolajenin  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve yüksek molekülerin ağırlıklı olarak  $\beta$  ve  $\gamma$  zincirlerinden oluştuğu belirlenmiş olup moleküler ağırlığı  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve  $\beta$  sırasıyla yaklaşık 124 kDa, 114 kDa ve 245 kDa tespit edilmiştir. Ayrıca kolajenin  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  moleküler yapıya sahip olduğu belirlenmiştir (Resim 4.1; Lane 1).



Resim 4.1. *D. setosum* kolajenin Sodyum Dodesil Sülfat Poliakrilamid Jel Elektroferez (SDS-Page) Analizi. Std: Protein marker; BSA: 100 ng BSA (Bovine Serum Albumin); lane 1: 400ng kolajen; lane 2: 200ng kolajen; lane 3: 100 ng kolajen

#### 4.3.3. Kolajenin FTIR analizi

Denizkestanesinde elde edilen kolajenin FTIR spektrum analizi sonucu Resim 4.2 de ve Amide A ( $3301\text{ cm}^{-1}$ ), B ( $2924\text{ cm}^{-1}$ ), I ( $1643\text{ cm}^{-1}$ ), II ( $1550\text{ cm}^{-1}$ ) ve III ( $1242\text{ cm}^{-1}$ ) bantlarının konumları Çizelge 4.4 de verilmiştir. Denizkestanesi kolajeninde kaydedilen IR spektrum sonuçları Tip 1 kolajeni için tipik Amide A, Amide B, Amide I, Amide II ve Amide III bantlarını göstermiştir. N-H grubunun gerilme titreşimleriyle ilişkili olan Amide A bandı  $3301\text{ cm}^{-1}$  de gözlemlenmiştir. Dalga sayısının daha düşük frekansa kayması tipik olarak N-H grubunun daha fazla hidrojen bağına sahip olduğundan kaynaklanmaktadır [161].

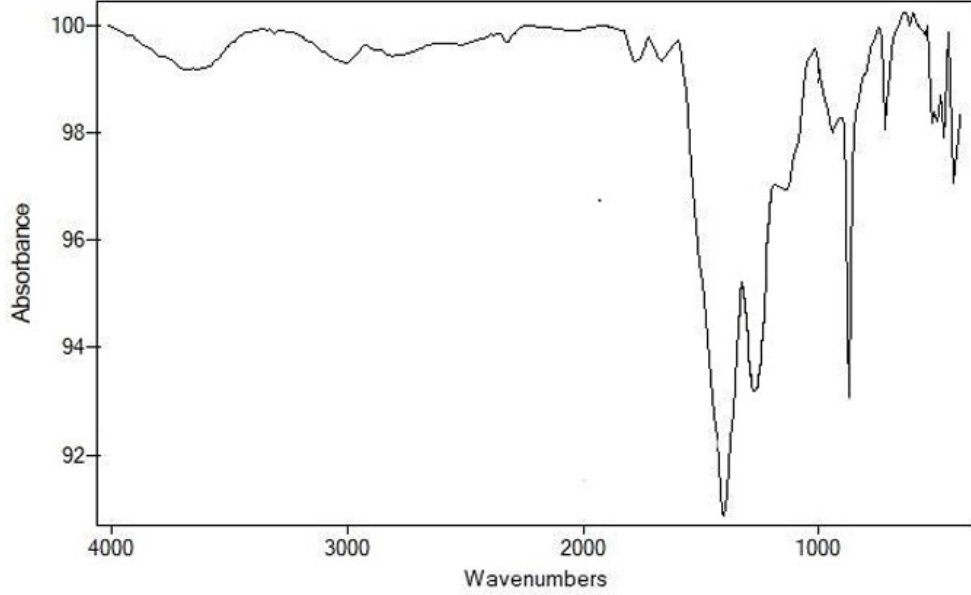
Çizelge 4.3.3. *D. setosum* kolajenin FTIR spektrumundaki amide bantlarının konumu

Bantlar	Pik Dalga Boyu ( $\text{cm}^{-1}$ )	Tanım
Amide A	3301	N-H gerilimi and H bandı
Amide B	2924	$\text{CH}_2$ asimetrik gerilim
Amide I	1643	COO ile birleştirilmiş C=O gerilim/hidrojen bağı
Amide II	1550	CN gerilimi ile birleştirilmiş NH bağı
Amide III	1242	CN gerilimi ile birleştirilmiş NH bağı

Kolajenin Amide B bandı  $2924\text{ cm}^{-1}$  de gözlenmiş olup, çalışmamızda Amide I bandı  $1643\text{ cm}^{-1}$  gözlenmiştir. (Çizelge 4.4). Amide II bandı  $1550\text{ cm}^{-1}$  de tespit edilmiştir. Amide III



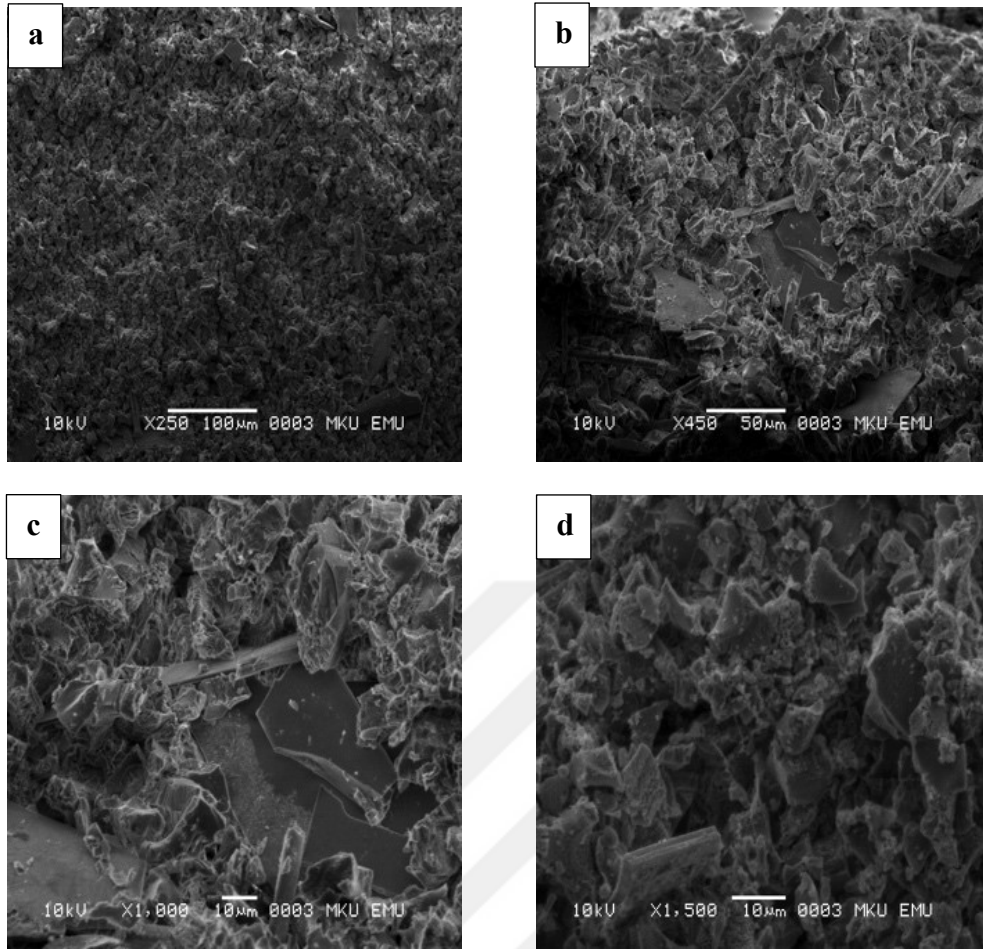
bandı  $1242\text{ cm}^{-1}$  de gözlemlenmiştir. Amide III bandı  $1236\text{ cm}^{-1}$  ve  $1452\text{ cm}^{-1}$  arasında karakteristik frekansa sahiptir (Resim 4.2).



Resim 4.3.32. *D. setosum* kolajenin FTIR spektrumu

#### 4.3.4. Kolajenin SEM analizi

Elde edilen kolajenin morfolojik yapıları Resim 4.3 de verilmiştir. Kolajenin yüzeysel morfolojisi incelendiğinde beyaz, tek tip, çok katmanlı, pul pul ve yoğun tabaka benzeri fibril yapıda olduğu görülmektedir (Resim 4.3). Çıplak gözle incelendiğinde kolajen yumuşak, beyaz ve gözenekli bir yapıya sahiptir. Ancak SEM ile incelendiğinde birbirine bağlanmış, çok katmanlı, yoğun ve düzensiz tabakalı bir yüzeye sahip olduğu belirlenmiştir.



Resim 4.3.4 *D. setosum* kolajenin SEM görüntüleri (a) x250, b) x450, c) x1000, d) x1500

#### 4.4. *D. setosum*'dan Elde Edilen Kitin ve Kitosan

*D. setosum* test ve dikenlerinden kitin ve kitosan elde edilmiştir. Kabuk (T) ve dikenlerinden (S) kitin (T-CT ve S-CT) ve kitinden kitosan ekstraksiyonu (T-CS ve S-CS) yapılarak elde edilen kitin ve kitosanın verimi, deasetilasyon derecesi, asitte çözünürlüğünü belirlenmiş ve ayrıca karakterizasyonları için de FTIR, XRD ve SEM analizleri yapılmıştır.

##### 4.4.1. Kitin ve kitosanın verimi

İskenderun Körfezi'nden toplanan istilacı denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan elde edilmiş olup, elde edilen kitin ve kitosanın verimleri hesaplanmıştır. Denizkestanesi kabuk (T-CT) ve dikenlerinden (S-CT) elde edilen kitinin verimi sırasıyla %57,2±1,43 ve %67,1±0,17 hesaplanmıştır. Kitinden elde edilen kitosanın verimi ise kabuklardan (T-CS) ve dikenlerden (S-CS) sırasıyla %87,3±1,82 ve %74,04±1,27

belirlenmiştir.

#### 4.4.2. Kitosanın çözünürlüğü

Kitosanın deasetilasyon derecesi asetik asitte en az %85 çözünürlüktedir [162]. %1 asetik asit solüsyonunda kabuktan (T-CS) elde edilen kitosanın  $85,26 \pm 1,55$  ve dikenlerinden elde edilen kitosanın (S-CS) ise  $88,06 \pm 2,23$  veriminde hesaplanmış olup, iyi bir çözünürlüğe sahip olduğu tespit edilmiştir. Elde edilen kitosanın yüksek çözünürlüğünün sebebi deasetilasyon aşamasındaki koşullardan kaynaklanmıştır.

#### 4.4.3. Kitin ve kitosanın asetilasyon (% DA) ve deasetilasyon (% DD) analizi

Deasetilasyon derecesi (DD) kitosanın fiziksel, kimyasal, biyolojik özelliklerini ve biyolojik olarak parçalanabilirliğini etkilediği için önemli bir parametredir. Denizkestanesinden elde edilen kitin ve kitosandan DD ve DA'yı hesaplamak için FTIR spektrumunda absorbans modu kullanılmıştır. %60'ın altındaki DA değeri kitin varlığını göstermekte ve %60'ın üzerindeki DD değeri ise kitosanın varlığını göstermektedir. Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinden elde edilen T-CT ve S-CT kitinlerinin DA'ları sırasıyla %15,8 ve %14,20, DD'leri ise %84,19 ve %85,80 hesaplanmıştır.

#### 4.4.4. Kristal İndeksi (CrI)

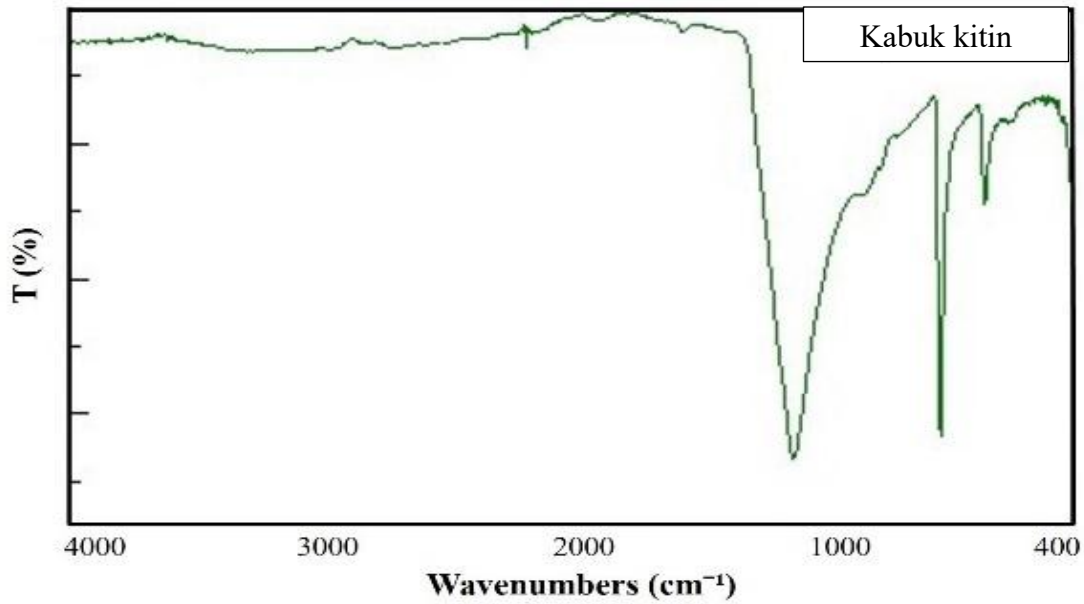
Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinin CrI değerleri %68 ve %67 hesaplanmıştır. Şekil 4'e göre kitinde  $14,70^\circ$  ve  $15,26^\circ$ 'de gözlenen pikler, deasetilasyondan sonra  $24,60^\circ$  ve  $25,20^\circ$ 'ye kaymıştır. Bu sonuç kitin materyalinden kitosanın ekstraksiyonunu desteklemektedir [163].

#### 4.4.5. Kitin ve kitosanın FTIR analizi

Kitin (T-CT ve S-CT) ve kitosanın (T-CS ve S-CS) materyallerinin FTIR spektrumları Jasco/F-TIR/6700 spektrometre cihazı ile  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$  aralığında yapılmıştır. Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitin (T-CT ve S-CT) ve kitosanın (T-CS ve S-CS) materyallerinin spektrumları Resim 4.4-4.7'de verilmiştir. Kitin (T-CT ve S-CT) ve kitosanın (T-CS ve S-CS) materyallerinin FTIR bantları Çizelge 4.5 ve 4.6 da verilmiştir.

FTIR spektrumlarında gözlenen bantların tümü materyallerin benzer olduğunu göstermiştir.

FTIR analizleri sonucunda T-CT ve S-CT daha belirgin olan alifatik O-H gerilimini ve titreşimini gösteren  $3436,52 \text{ cm}^{-1}$  ve  $3435,56 \text{ cm}^{-1}$  de yer alan bantlar tespit edilmiştir (Resim 4.4).  $2880,16 \text{ cm}^{-1}$  ve  $2880,16 \text{ cm}^{-1}$ ' deki absorpsiyon zirveleri, sırasıyla T-CT ve S-CT için  $-\text{CH}_3$ ' ün C-H titreşimindedir (Çizelge 4.5).

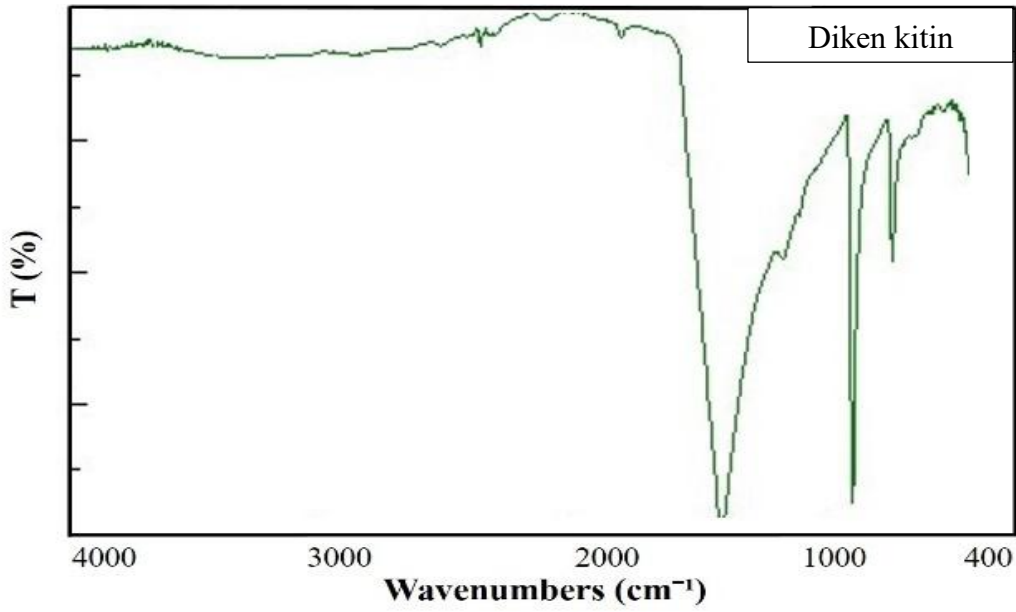


Resim 4.4.5 *D. setosum* kabuğundan elde edilen kitinin (T-CT) FTIR spektrumu

Çizelge 4.4.5. *D. setosum* kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitinin FTIR bantları ( $\text{cm}^{-1}$ )

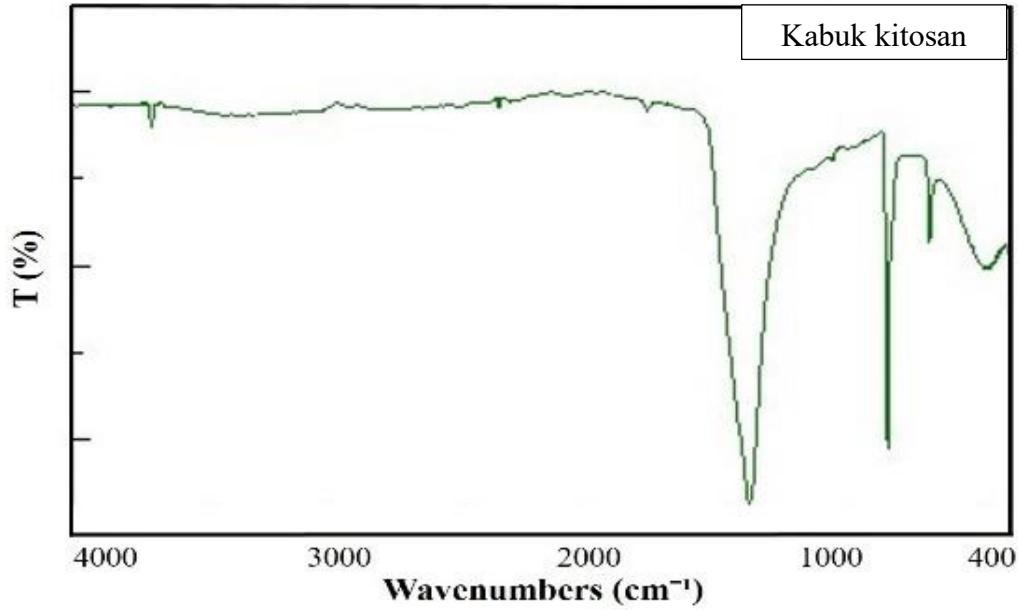
Fonksiyonel grup ve titreşim	Sınıflandırma	T-CT	S-CT
O-H gerilimi	-	3436,52	3435,56
N-H gerilimi	-	3154,01	3145,33
$\text{CH}_3$ simetrik gerilimi and $\text{CH}_2$ asimetrik gerilimi	Alifatik bileşik	2880,16	2880,16
C-O ikincil amid gerilimi	Amid I	1623,77	1619,91
N-H bandı, C-N gerilimi	Amid II	1548,56	1551,45
$\text{CH}_2$ ending and $\text{CH}_3$ deformation	-	1420,32	1414,53
CH bends $\text{CH}_3$ symmetrical deformation	-	1377,88	1381,74
$\text{CH}_2$	Amid III, protein içeriği	1320,99	1319,07
Asymmetric bridge oxygen stretching	-	1159,01	1156,12
A simetrik faz içi halka gerilimi	-	1112,72	1116,58
C-O-C faz halkasında asimetrik gerilim	Sakkarit halkası	1073,19	1065,48
C-O faz halkasında asimetrik gerilim	-	1028,83	1011,48
$\text{CH}_3$ wagging	Along chain	958,45	956,51
CH gerilimi	Sakkarit halkası	892,88	893,84

T-CT ve S-CT için absorpsiyon bantları  $1623,77$  ve  $1619,91$   $\text{cm}^{-1}$  olup, asetamidden ( $-\text{nHCOCH}_3$ ) C-O, C=O nun gerilmesini ve titreşimini göstermektedir. T-CT ve S-CT için diğer karakteristik absorpsiyonlar, asetamid grubundan sırasıyla -NH'nin eğilme titreşimini ve -CN'nin germe titreşimini gösteren  $1548,56$  ve  $1551,45$   $\text{cm}^{-1}$  bantlarıdır. T-CT ve S-CT için absorpsiyon tepe noktaları  $1028,83$   $\text{cm}^{-1}$  ve  $1011,48$   $\text{cm}^{-1}$  belirlenmiştir (Resim 4.4 ve 4.5). Glukozamin halkasının -C-O-C'si için germe titreşimleri iken,  $\beta$ -1,4 glikozidik bağlar için tepe bant karakterizasyonun  $892,88$   $\text{cm}^{-1}$  ve  $893,84$   $\text{cm}^{-1}$ 'deki gerilmesidir (Çizelge 4.5) (Resim 4.4 ve 4.5).



Resim 4.4.5. *D. setosum* dikenlerinden elde edilen kitinin (S-CT) FTIR spektrumu

Kitin (T-CT ve S-CT) spektrumlarındaki  $-\text{CH}_3$  grubunun titreşimi, dört saat deasetilasyon (NaOH) işleminden sonra kitosanın (T-CS ve S-CS) FTIR spektrumunda belirlenememiştir (Resim 4.6 ve 4.7). Dolayısıyla bu sonuç T-CT ve S-CT' deki asetil grubu  $\text{COCH}_3$ ' ün deasetilasyon işlemi sırasında uzaklaştırıldığını ve böylece kitosan elde edildiğini göstermektedir (Çizelge 4.6).



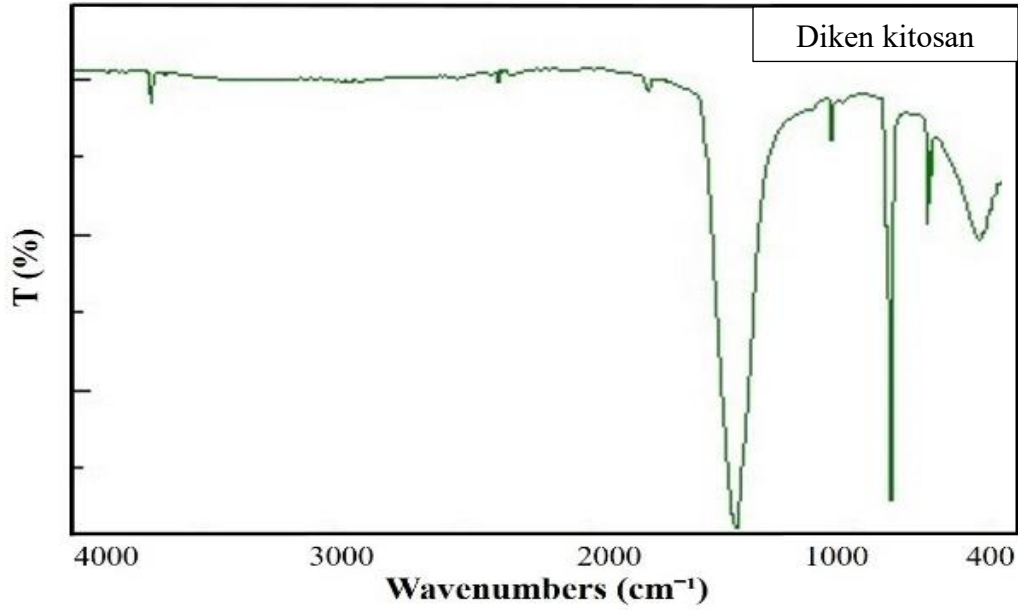
Resim 4.4.56. *D. setosum* kabuğundan elde edilen kitosanın (T-CS) FTIR spektrumu

Çizelge 4.4.56. *D. setosum* kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitosanın FTIR bantları (cm<sup>-1</sup>)

Fonksiyonel grup ve titreşim	T-CS	S-CS
$\nu$ (NH <sub>2</sub> ) birincil aminler ve OH piranoz halkası	3218,61	3264,89
$\nu_{as}$ (CH <sub>2</sub> ) in CH <sub>2</sub> OH grup	2923,56	2924,52
$\nu$ (C-H) in piranoz halkası	2880,17	2881,13
$\nu$ (C=O) in NHCOCH <sub>3</sub> grup (amide I band)	1649,80	1647,88
$\delta_s$ (CH <sub>2</sub> ) in CH <sub>2</sub> OH grup	1578,45	1582,30
$\delta_s$ (CH <sub>3</sub> ) in NHCOCH <sub>3</sub> grup	1419,35	1421,28
$\delta$ (C-H)in piranoz halkası	1382,71	1385,60
NHCO grubunun karmaşık titreşimleri (Amide III bandı)	1319,07	1322,93
$\nu_s$ (C-O-C) (glycosidic linkage)	1153,22	1160,94
$\nu_{as}$ (C-O-C) (glycosidic linkage)	1062,58	1068,37
$\nu$ (C-O) in ikincil OH grup	1023,05	1029,80
Piranoz halkası iskelet titreşimleri	871,67	856,23

Resim 4.6 ve 4.7 de denizkestanesi kabuğundan elde edilen T-CS ve S-CS'nin FTIR spektrumu, karakteristik absorpsiyon bantlarını 3218,61-3264,89 cm<sup>-1</sup> (OH gerilmesi polisakkaritin NH gerilmesi ve hidrojen arası bağlar), 2923,56-2924,52 cm<sup>-1</sup> (C-H esneme), 1649,80-1647,888 cm<sup>-1</sup> (amid I bandı, C=O esneme), 1578,45-1582,30 cm<sup>-1</sup> (NH<sub>2</sub> bükülme), 1419,35-1421,28 cm<sup>-1</sup> (C-H bükülme), 1382,71-1385,60 cm<sup>-1</sup> (amid III bandı, C-N gerilme), 1153,22-1160,94 cm<sup>-1</sup> (C-O-C gerilme) ve 1062,58-1068,37 cm<sup>-1</sup> (C-O-C gerilme)

göstermektedir (Çizelge 4.6) (Resim 4.6 ve 4.7).

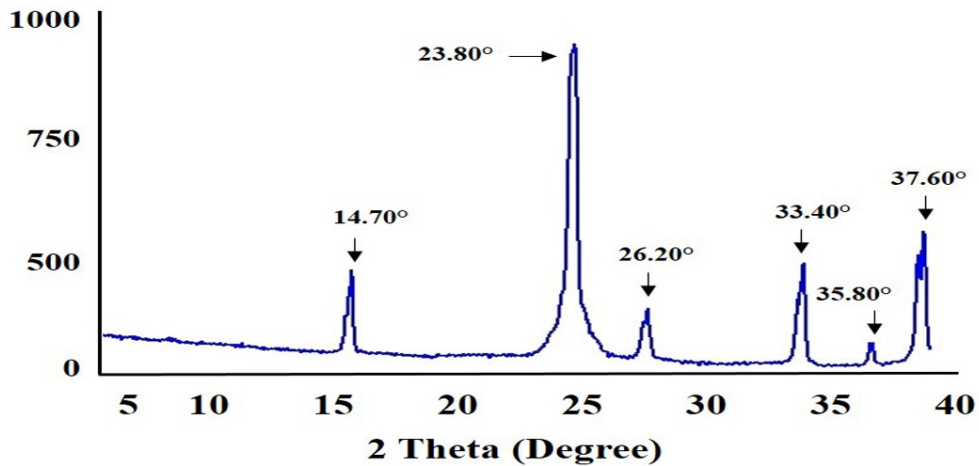


Resim 4.4.57. *D. setosum* dikenlerinden elde edilen kitosanın (S-CS) FTIR spektrumu

#### 4.4.6. Kitin ve kitosanın XRD analizi

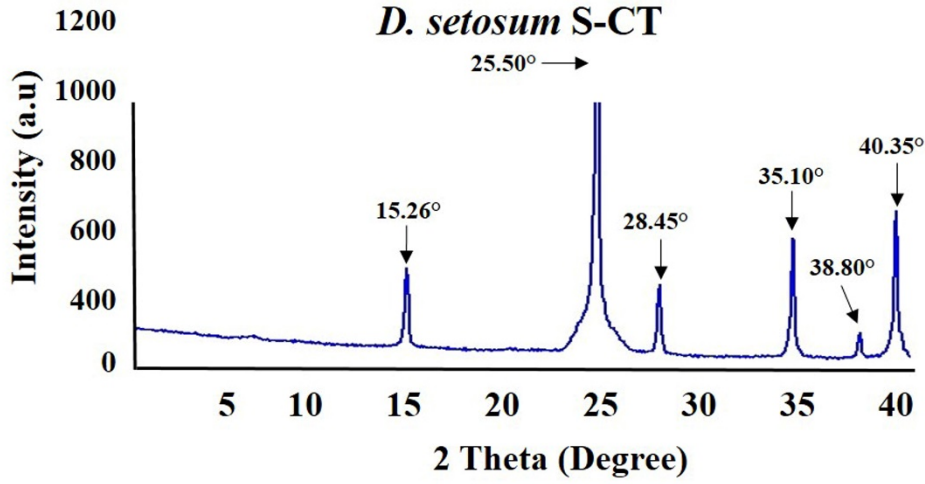
Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinden ekstrakte edilen kitin (T-CT ve S-CT) ve kitosanın (T-CS ve S-CS) XRD analizi Resim 4.8-4.11’de verilmiştir. T-CT on pik kristal yansıması gösterdiği ve en güçlü altı pik ( $14,70^\circ$ ,  $23,80^\circ$ ,  $26,20^\circ$ ,  $33,40^\circ$ ,  $35,80^\circ$  ve  $37,60^\circ$ ) gözlenmiştir (Resim 4.8). En güçlü tepe yansıması  $2\theta$ 'de  $20-25^\circ$  ( $1060^\circ$  sayı/s) arasında bulunmuştur (Resim 4.8).

#### *D. setosum* T-CT



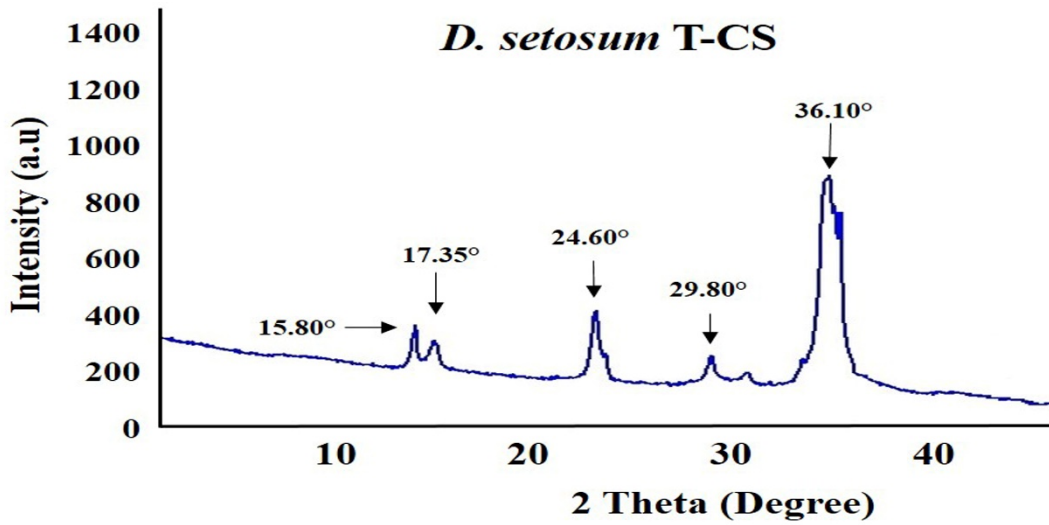
Resim 4.4.68. *D. setosum* kabuğundan elde edilen kitinin XRD analizi

S-CT' nin XRD analizinde dokuz pik kristal yansıması göstermiş ve altı en güçlü pik ( $15,26^\circ$ ,  $25,50^\circ$ ,  $28,45^\circ$ ,  $35,10^\circ$ ,  $38,8^\circ$  ve  $40,35^\circ$ ) tespit edilmiştir (Resim 4.9). En güçlü pik seviyesi  $2\theta$ 'de  $25-30^\circ$  ( $850^\circ$  sayı/s) aralığında olduğu belirlenmiştir (Resim 4.9).



Resim 4.4.69. *D. setosum* dikenlerinden elde edilen kitinin XRD analizi

T-CS' nin XRD analizinde on bir pik tepe gözlenmiş olup en güçlü beş tepe noktası ( $15,80^\circ$ ,  $17,35^\circ$ ,  $24,60^\circ$ ,  $29,80^\circ$  ve  $36,10^\circ$ ) tespit edilmiştir (Resim 4.10). T-CS biyopolimerinin en güçlü pik noktaları  $2\theta$ 'de yaklaşık  $30-40^\circ$  ( $900^\circ$  sayı/sn) belirlenmiştir (Resim 4.10).

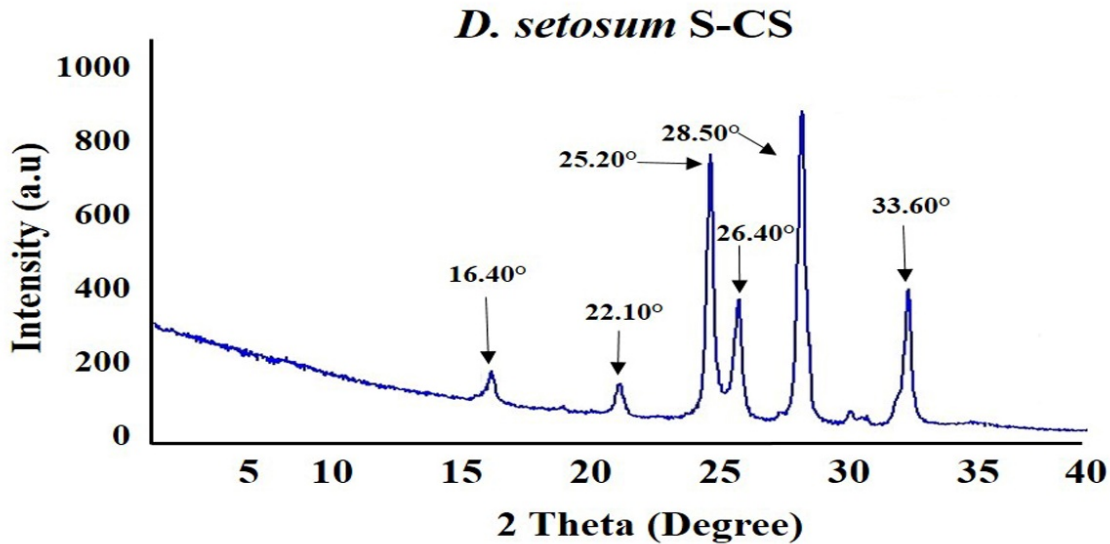


Resim 4.4.610. *D. setosum* kabuklarından elde edilen kitosanın XRD analizi

S-CS biyopolimerinde on dört pik gözlenmiş ve en güçlü altı pik ( $16,40^\circ$ ,  $22,10^\circ$ ,  $25,20^\circ$ ,



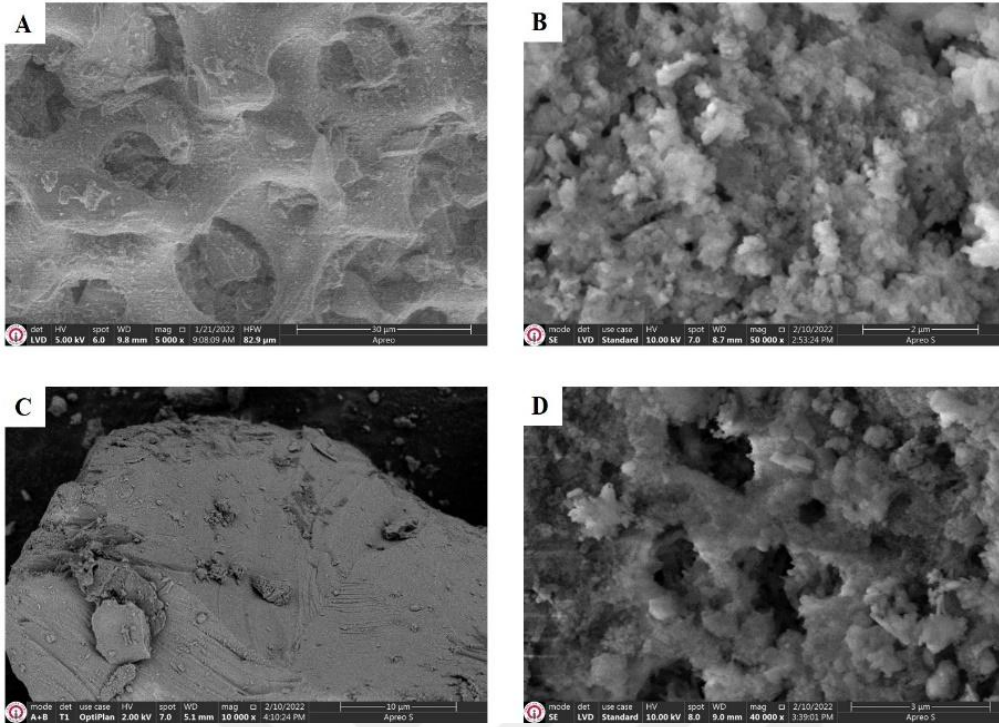
26,40°, 28,50° ve 33,60°) olduğu tespit edilmiştir (Resim 4.11). S-CS biyopolimerlerinin en güçlü pik seviyesinin 2θ'de yaklaşık 30-40° (900°sayım/sn) olduğu belirlenmiştir (Resim 4.11). Bununla birlikte denizkestanesi T-CS ve S-CS biyopolimerlerinin keskin zirveleri 29,80°-36,10° ve 28,50°-33,60° de gözlenmiştir. Bu pikler kitosanın saf olmadığını ve bazı kalıntıların olduğunu göstermektedir [164].



Resim 4.4.611. *D. setosum* dikenlerinden elde edilen kitosanın XRD analizi

#### 4.4.7. Kitin ve kitosanın SEM analizi

Denizkestanesinden elde edilen T-CT, S-CT, T-CS ve S-CS' lerin yüzey morfolojileri SEM kullanılarak incelenmiştir (Resim 4.12). Elde edilen T-CT' nin yüzey morfolojisinin özenekli katmanlara sahip olduğu ve bazı alanlarda fibril yapısı belirlenmiştir. Ekstrakte edilen T-CS' nin yoğun, gevşek ve pamuk benzeri fibril yapısına sahip olduğu tespit edilmiştir. S-CT' nin yüzey morfolojisinde pul katmanları olduğu, bazı alanlarda pürüzlü ve gözenekli yapıların olduğu anlaşılmıştır. S-CS' nin yüzey morfolojisinde pürüzlü, düzensiz, desenli, gözenekli, lif benzeri ve fibriler yapıların olduğu belirlenmiştir (Resim 4.12).



Resim 4.4.712. *D. setosum*'dan elde edilen kitin ve kitosanın SEM görüntüleri: A) Kabuk Kitin (T-CT), B) Kabuk Kitosan (T-CS), C) Diken Kitin (S-CT) ve D) Diken kitosan (S-CS)

#### 4.5. Kahverengi Makroalg (*S. vulgare*)'den Aljinat

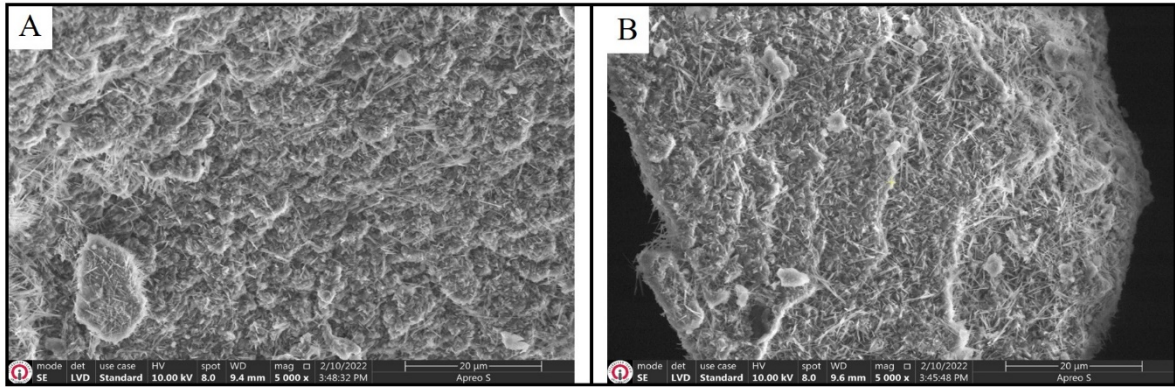
Kahverengi makro alg türünden aljinat elde edilmiştir. Elde edilen aljinatın verimi ve SEM ve FTIR analizleri yardımı ile karakterizasyonları yapılmıştır.

##### 4.5.1. Aljinatın verimi

İskenderun Körfezi'nden toplanan kahverengi makro alg *S. vulgare*'den elde edilen aljinatın verimi %41,21 hesaplanmıştır.

##### 4.5.2. Aljinatın SEM analizi

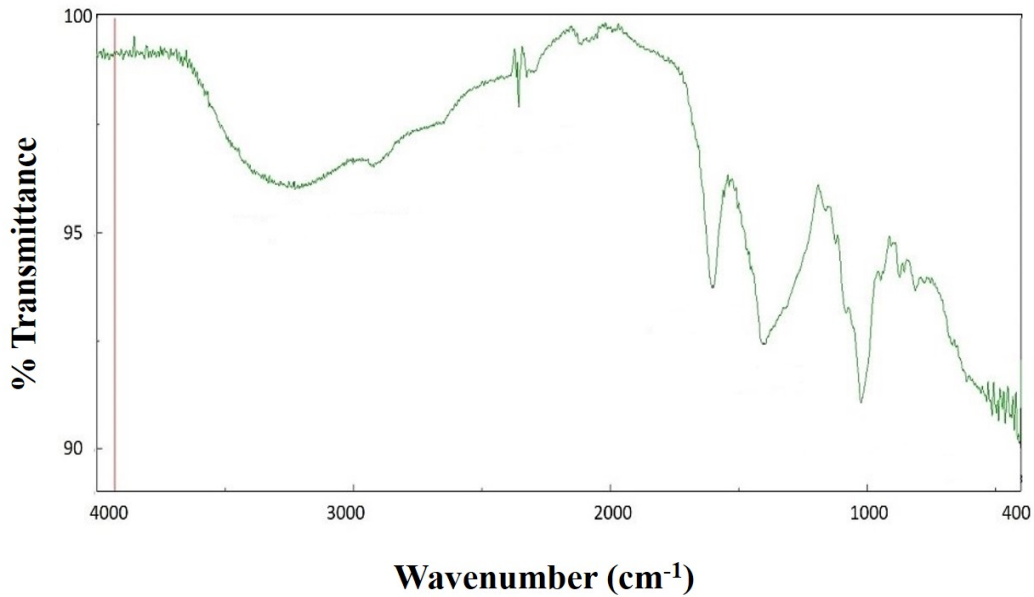
Kahverengi makro algden elde edilen aljinatın SEM görüntüleri Resim 4.13 de verilmiştir. Aljinatın yüzey morfolojisi incelendiğinde pürüzlü yapıda olduğu, bunun yanında düzensiz (amorf) nano ve mikro yapılardan oluştuğu ve farklı boyutlarda por yapılarının bulunduğu tespit edilmiştir (Resim 4.13).



Resim 4.5.213. *S. vulgare*'den elde edilen Aljinatın SEM görüntüleri

### 4.5.3. Aljinatın FTIR analizi

Kahverengi makro algden elde edilen aljinatın FTIR spektrumu incelendiğinde 9 adet titreşim piki ( $3229,22 \text{ cm}^{-1}$ ,  $2933,17 \text{ cm}^{-1}$ ,  $2358,52 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1600,63 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1402,96 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1023,05 \text{ cm}^{-1}$ ,  $939 \text{ cm}^{-1}$ ,  $884 \text{ cm}^{-1}$  ve  $404,98 \text{ cm}^{-1}$ ) yaptığı görülmüştür (Resim 4.14). Analiz sonucunda sırasıyla -CH bağına ve karboksilik gruplarına karşılık gelen pikler  $2933,17 \text{ cm}^{-1}$  ve  $1600,63 \text{ cm}^{-1}$  belirlenmiştir. FTIR analizi sonucunda mannuronik asit fonksiyonel grubu  $884 \text{ cm}^{-1}$  ve üronik asit  $939 \text{ cm}^{-1}$ , OH fonksiyonel grubu  $3200-3400 \text{ cm}^{-1}$  ve  $\text{CH}_2$  gerilmesi  $2928 \text{ cm}^{-1}$  gözlenmiştir.



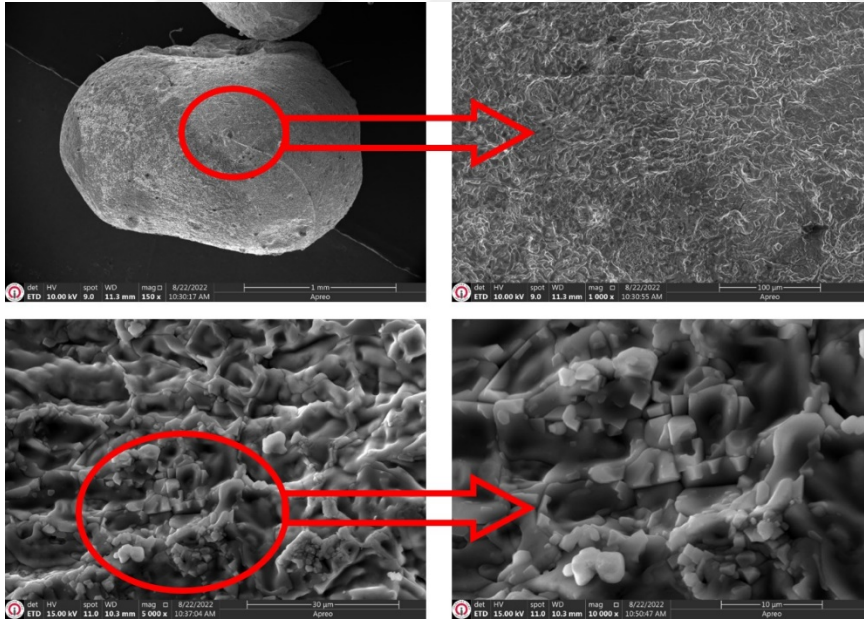
Resim 4.5.314. *S. vulgare*'den elde edilen aljinatın FTIR spektrumu

## 4.6. Biyosorbent Boncukların SEM ve EDS Analizleri

### 4.6.1. Boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri

Taramalı elektron mikroskobu yardımıyla A, AK1 ve AK2 boncuklarının biyosorpsiyon deneyleri öncesindeki yüzey morfolojileri SEM cihazı ile görüntülenmiştir. A, AK1 ve AK2 boncuklarının biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri Resim 4.15, 4.16 ve 4.17’ de verilmiştir.

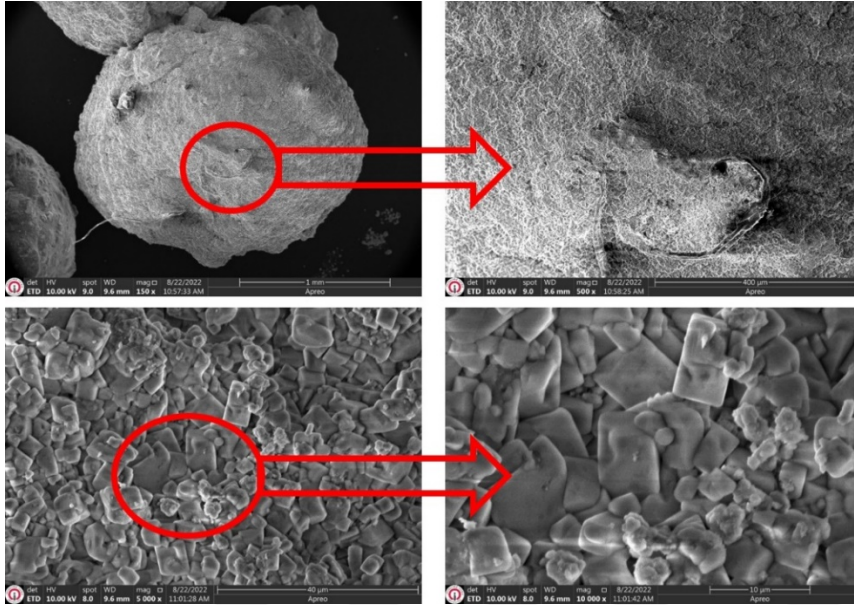
Kahverengi makro algden elde edilen aljinatın  $\text{CaCl}_2$  çözeltisine şırınga yardımı ile damla damla eklenmesi sonucu oluşan aljinat boncuklarının yüzey morfolojilerinin belirlenmesi için x150, x1000, x5000 ve x1000 büyütme kullanılarak SEM görüntüleri alınmıştır (Resim 4.15). SEM analizi sonucunda aljinat boncukların lifli yapıda ve tabakalaşmaların olduğu, ayrıca kompakt gözenekli yapıların da varlığı tespit edilmiştir (Resim 4.15). Aljinat boncuklarının gözenekli ve tabakalı yapısı, biyosorpsiyon kapasitesini artıracakını göstermektedir (Resim 4.15).



Resim 4.15. Aljinat boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri

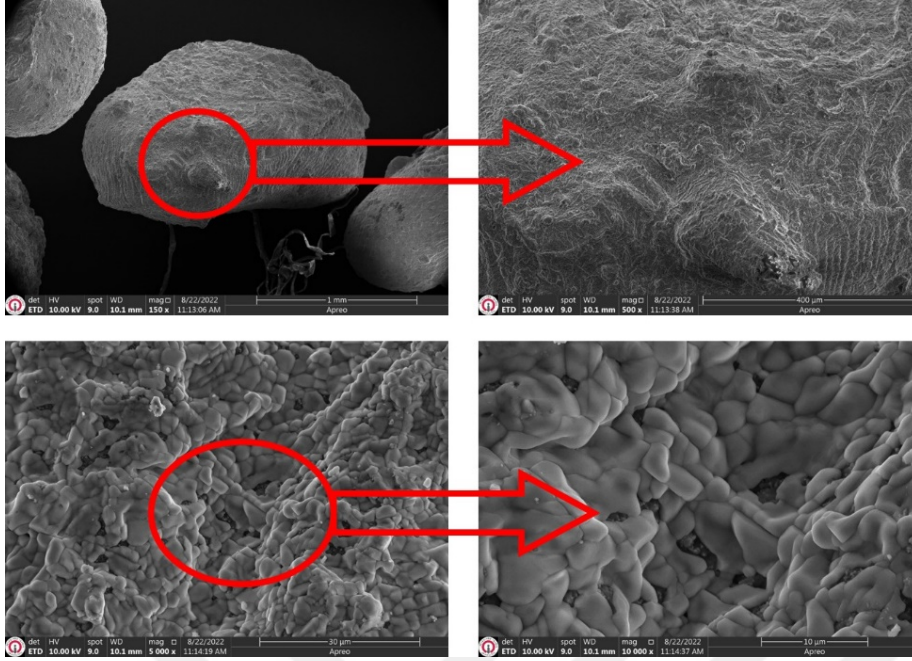
Resim 4.16’ da denizkestanesi kolajeni ile kahverengi makro alg aljinatı kullanılarak 2:1 oranında oluşturulan AK1 boncukların yüzey morfolojileri SEM ile görüntülenmiştir. Yüzey morfolojilerinin belirlenmesi için x150, x500, x5000 ve x1000 büyütme kullanılarak

görüntüler alınmıştır (Resim 4.16). SEM analizi sonucunda yüzey morfolojisi kübik, altıgen, küresel şekillerin bir arada yığılarak düzensiz bir şekil aldığını göstermektedir. AK1 boncukların düzensiz yapısı, düzensiz olan bu biyosorbent malzemenin Pb (II) iyonlarının gideriminde katkı sağlayacağını göstermektedir (Resim 4.16).



Resim 4.16. AK1 boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri

Denizkestanesi kolajeni ile kahverengi makro alg aljinatı kullanılarak 3:1 oranında oluşturulan AK2 boncuklarının yüzey morfolojilerinin belirlenmesi için x150, x500, x5000 ve x10000 büyütme kullanılarak SEM ile görüntüler alınmıştır (Resim 4.17). SEM ile alınan görüntüler sonucunda AK2 boncuklarının birbiri içine geçmiş, gözenekli, pamuksu, pürüzlü ve küresel yapıda olduğu anlaşılmıştır. Bu kümelenmiş parçacıkların arasındaki gözeneklerin bulunması biyosorpsiyona olumlu şekilde yardımcı olacağını göstermektedir (Resim 4.17).



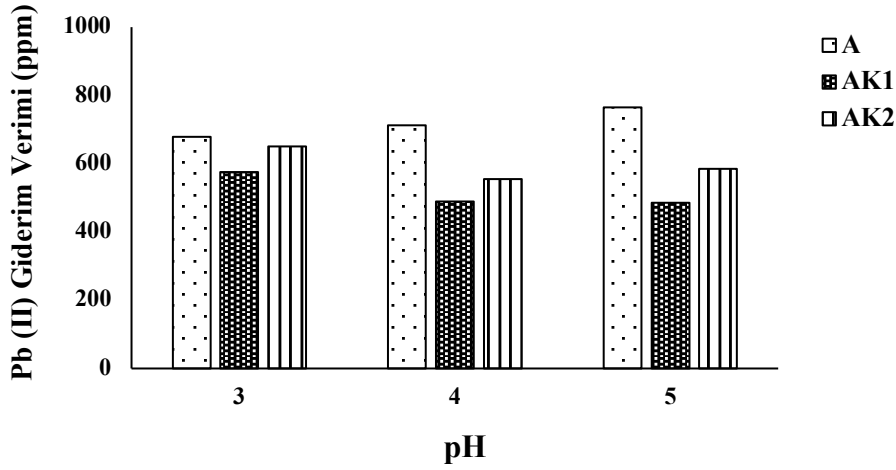
Resim 4.17. AK2 boncukların biyosorpsiyon öncesi SEM görüntüleri

## 4.7. Pb (II) Biyosorpsiyon Deneyleri

### 4.7.1. pH etkisi

Denizkestanesinden elde edilen kolajen ve kahverengi makro algden elde edilen aljinat ile oluşturulan Aljinat, Aljinat-Kolajen (2:1) (AK1) ve Aljinat-Kolajen (3:1) (AK2) kompozit boncuklarına farklı pH'nın etkisini belirlemek için Pb(II) giderim deneyleri pH 3 ila 6 arasında yürütülmüştür. Şekil 4.2 de farklı pH'ta Pb (II) metalinin % giderim verimleri sunulmuştur. Pb (II) miktarı  $C_0$ : 1 mg/L; temas süresi: 120 dk, biyosorbent miktarı: 0,5 g, 100 ml de deneyler yapılmıştır (Şekil 4.2). Süre sonunda çözeltiler filtre (Whatman-No: 42, 110 mm £) kağıdı ile süzülükten sonra cam tüplere koyularak AAS analizi için hazır hale getirilmiştir.

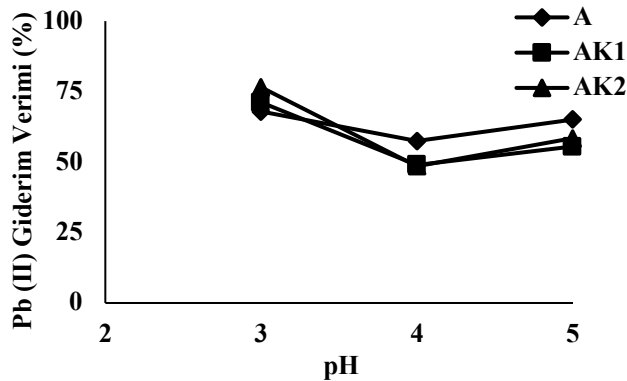
pH'nın Pb (II) biyosorpsiyonuna etkisinin araştırıldığı deneylerde pH 6 ve altındaki değerlerde (3, 4, 5 ve 6) çalışılmıştır. Bunun sebebi pH 6'da çökeltme gözlenmiştir ve bu yüzden daha yüksek pH değerliğinde çalışılmamıştır. Ayrıca pH 5 ve altındaki değerlerde metallerin +2 değerlikli olması, metallerin tamamıyla çözeltide çözünebilir olması ve bunlardan dolayıda çökeltmenin görülmemesi için pH 3, 4 ve 5 değerlerinde deneyler yürütülmüştür [165].



Şekil 4.2. Farklı pH'larda Pb (II) giderimi

Şekil 4.2 incelendiğinde en yüksek biyosorpsiyon kapasitesine AK1 ve AK2 için pH 3.0 ve Aljinat için pH 5.0 değerliğinde ulaştığı gözlenmiştir (Şekil 4.2).

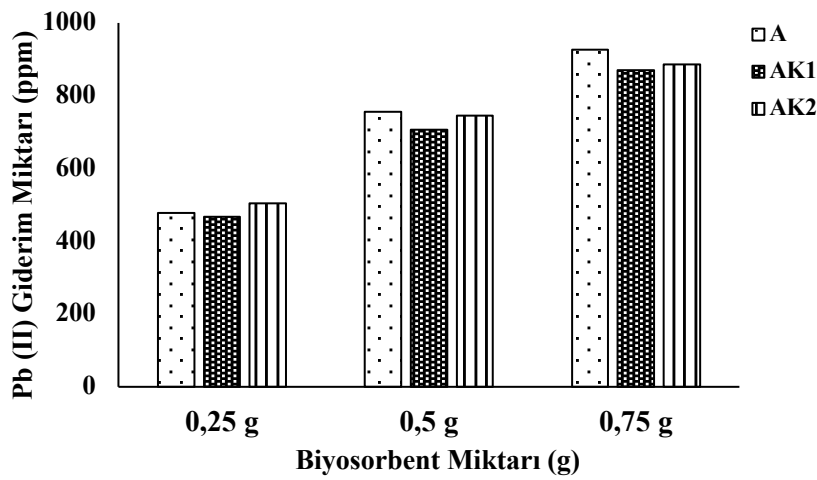
Şekil 4.3' e göre pH 3, 4 ve 5 değerlikte giderim verimleri sırasıyla Aljinat için; %67,92, %71,16 ve %76,52, AK1 için; %53,48, %48,96 ve % 48,52 ve AK2 için; %61,08, %55,52 ve %58,44 belirlenmiştir (Şekil 4.3). Yapılan bu çalışmada Pb (II)'nın kompozit Aljinat, AK1 ve AK2 giderimlerinin değişkenlik gösterdiği, Pb (II) gideriminin çözelti pH' ına bağlı olduğu belirlenmiştir. pH 3 ve 5 değerlikte baskın olan giderimin Aljinat, AK1 ve AK2 boncuklarında daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Yapılan deneyler sonucunda AK1 boncuk boyutlarında büyüme (şişme), aljinat boncuklarda ise parçalanma gözlenmiştir.



Şekil 4.3. Pb (II) gideriminde pH' ın etkisi (pH; 3 ve 5, C<sub>0</sub>: 1 mg/L, A, AK1 ve AK2: 0,5 g, Süre: 120 dk)

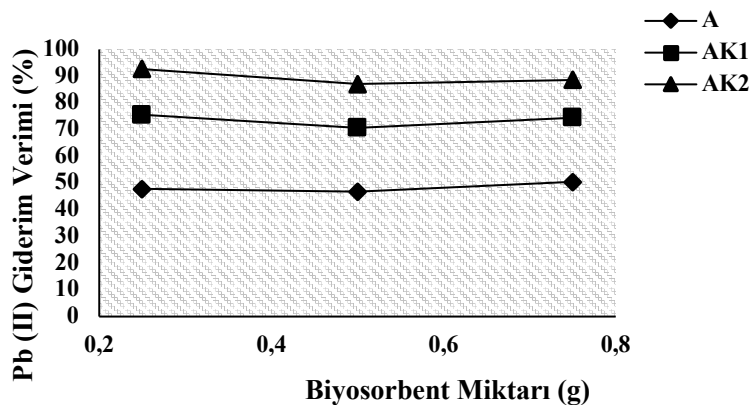
#### 4.7.2. Biyosorbent miktarının etkisi

Biyosorbent miktarının etkisinin belirlenmesi amacıyla 1 mg/L Pb (II) çözeltisine aljinat için pH 5'te, AK1 ve AK2 için pH 3' de 250 devir/dk karıştırma hızında, 0,25, 0,50 ve 0,75 g sorbent boncukları eklenerek 120 dk süre ile deneyler yapılmıştır. Süre sonunda çözeltilerden alınan numuneler filtre (Whatman-No: 42, 110 mm  $\phi$ ) kağıdı ile süzöldükten sonra cam tüplere alınarak metal okumasına hazır hale getirilmiştir.



Şekil 4.4. Farklı biyosorbent miktarlarında Pb (II) giderimi

Pb (II) giderimine biyosorbent miktarının etkisi deneylerinde Aljinat, AK1 ve AK2 boncukları için birim kütle başına giderilen Pb (II) miktarları Şekil 4.4 de gösterilmiştir.



Şekil 4.5. Pb (II) gideriminin de biyosorbent dozunun % etkisi (pH: 3 ve 5, C<sub>0</sub>: 1 mg/L, A, AK1 ve AK2: 0,25, 0,50 ve 0,75 g, Süre:120 dk)

Şekil 4.5 incelendiğinde metal giderimi 0,25g Aljinat, AK1 ve AK2 biyosorbentleri için sırasıyla %47,8, %46,76 ve %50,44 verime ulaşmıştır (Şekil 4.5). Pb (II) biyosorpsiyon

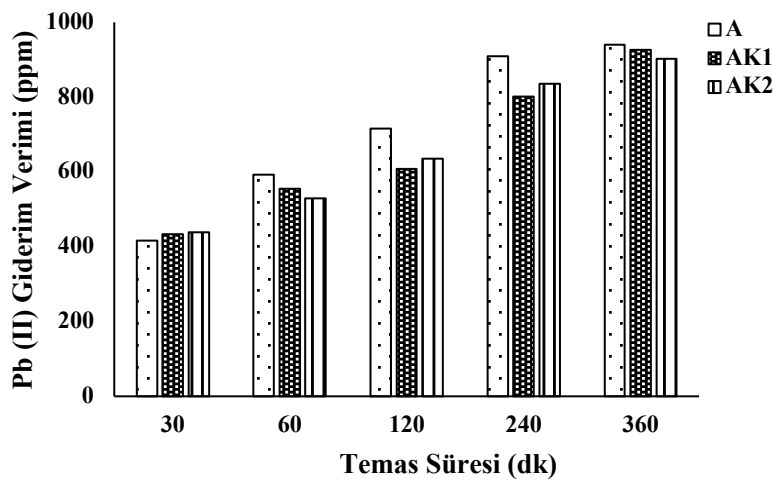


verimi artan biyosorbent miktarı ile artış göstermiş ve 0,75 g değerlerinde ise sırasıyla %92,64, %87,08 ve %88,68 ile en yüksek biyosorpsiyon verimine ulaşmıştır (Şekil 4.5).

AK1 ve AK2 kompozit boncukları ile Pb (II) gideriminde AK2>AK1 olduğu belirlenmiştir (Şekil 4.4). Bu durum Aljinat miktarının artması ve kolajenin lifli yapısı ile metal iyonlarının bağlanabileceği yüzey alanının da artması ile açıklanabilmektedir. Ancak A boncuklarının yapısal olarak boyutlarında küçülme ve parçalanma olduğu da tespit edilmiştir. A, AK1 ve AK2 biyosorbent malzemeleri ile bundan sonraki çalışmalar için optimum biyosorbent miktarı 0,5 g belirlenmiştir.

#### 4.7.3. Temas süresinin etkisi

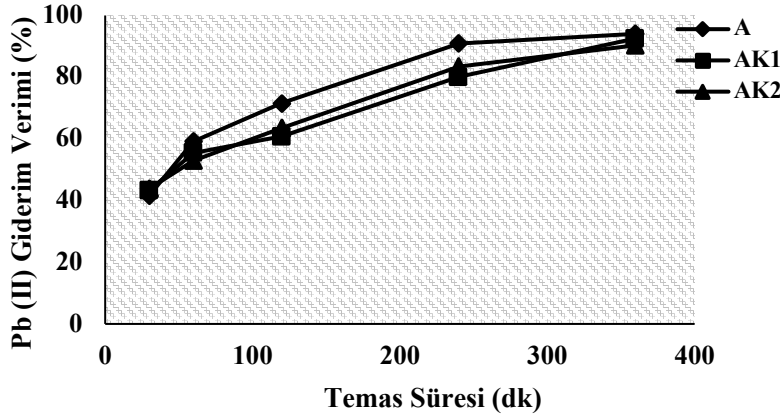
Temas süresinin etkisinin belirlenmesi için önceden belirlenen 4 farklı sürede deneyler yürütülmüştür. 100 mL, 1 mg/L Pb (II) çözeltisine A için pH 5 değerlikte, AK1 ve AK2 boncukları için pH 3 değerlikte, 250 devir/dak karıştırma hızında, 0,5 g biyosorbent boncuk kullanılıp 30, 60, 120, 240 ve 360 dakika temas süresi boyunca deneyler yürütülmüştür. Süre sonunda Pb (II) solüsyonu filtre kağıdı (Whatman-No: 42, 110 mm £) ile süzüldükten sonra Analizler AAS cihazında gerçekleştirilmiştir. Biyosorpsiyon deneylerinde hesaplanan sürenin etkisi Şekil 4.6' da verilmiştir.



Şekil 4.6. Farklı sürelerde Pb (II) giderimi

Deneyler sırasında süre arttıkça biyosorpsiyon miktarının artış gösterdiği belirlenmiştir (Şekil 4.6). Aljinat boncuklarında süre arttıkça parçalanmalar artmış, biyomalzemenin boyutlarında da değişim gözlenmiş, AK1 biyosorbentinde ise herhangi bir parçalanma

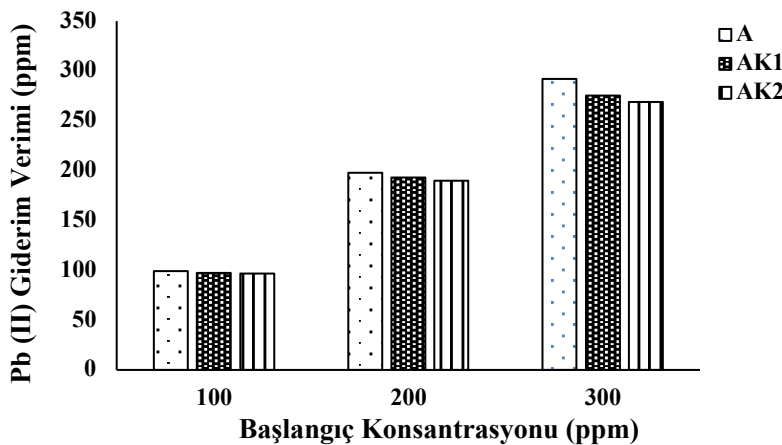
gözlenmemesinin yanısıra, süre arttıkça AK1 boncuklarının boyutlarında büyüme (şişme) gözlenmiştir. Optimum sürenin belirlenmesi için yapılan deney aşamasında optimum temas süresine (120 dk) devam edilmiştir. 360. dakikaya kadar Pb (II) giderimi devam etmiştir (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Pb (II) gideriminde temas sürelerinin etkisi (%) (pH: 3 ve 5,  $C_0$ : 1 mg/L, A, AK1 ve AK2: 0,5 g, Süre: 30-360 dk)

#### 4.7.4. Başlangıç konsantrasyonunun etkisi

Başlangıç Pb (II) konsantrasyonlarının etkisinin belirlenmesi için 1 mg/L hazırlanan stok çözeltisinden 100 ppm, 200 ppm ve 300 ppm Pb (II) konsantrasyonları hazırlanmış, Aljinat için pH 5’de, AK1 ve AK2 için ise pH 3’te, 250 devir/dak karıştırma hızında, 0,5 g biyosorbent boncuk kullanılarak 120 dakika boyunca deneyler yürütülmüştür. Süre sonunda çözeltiler filtre kağıdı (Whatman-No: 42, 110 mm  $\phi$ ) ile süzöldükten sonra AAS cihazı ile Pb (II) konsantrasyonları belirlenmiştir.

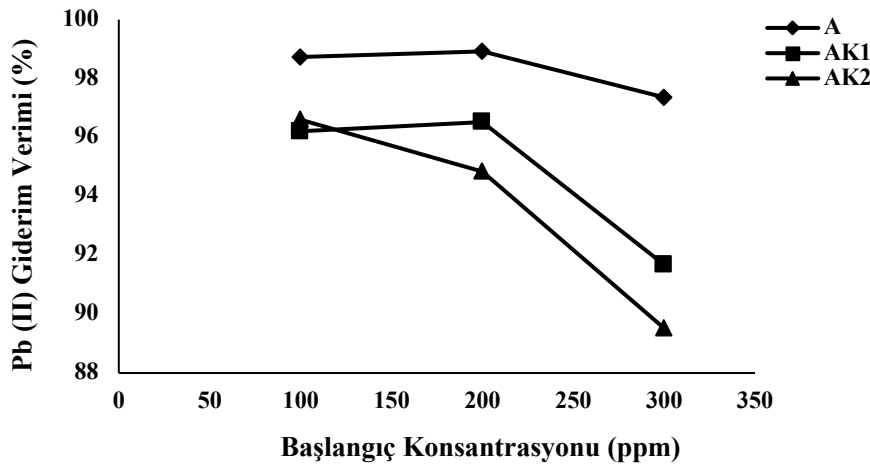


Şekil 4.8. Farklı Pb (II) konsantrasyonlarında giderimi

Başlangıç derişiminin Pb (II) adsorpsiyonuna etkisi Şekil 4.8 de verilmiştir (Şekil 4.8). Başlangıç metal konsantrasyonu arttıkça birim sorbent boncuk başına giderilen metal derişimi azalmıştır. En yüksek giderimin başlangıç derişimi 100 ppm olan Pb (II) çözeltilisinde gerçekleşmiştir. Aljinat, AK1 ve AK2 biyosorbent malzemelerinin 100 ppm metal iyonu derişim deneyleri sonucunda sırasıyla 1,68, 4,2 ve 3,4 ppm Pb (II) kaldığı tespit edilmiş olup giderim verimi ise sırasıyla %98,32, %95,8 ve %96,6 hesaplanmıştır (Şekil 4.9).

Aljinat boncukları ile yapılan Pb (II) giderim deneyleri sonucunda 100, 200 ve 300 ppm için kalan miktarlar sırasıyla 1,68, 2,16 ve 9,12 ppm olup, %98,32, %98,92 ve %96,96 oranlarında giderim sağlanmıştır (Şekil 4.9). Ancak Aljinat boncuklarında yapısal olarak parçalanmalar görülmüş, boyut ve şekil olarak da değişim tespit edilmiştir.

AK1 boncuğundaki giderim 100, 200 ve 300 ppm için sırasıyla 2,44 ppm, 6,96 ppm ve 24,96 ppm tespit edilmiş, %96,2, %96,52 ve %91,68 bir giderim sağlanmıştır (Şekil 4.9). Burada diğer deney aşamalarında olduğu gibi en az deformasyona uğrayan biyosorbentin yine AK1 boncukları olduğu anlaşılmıştır.

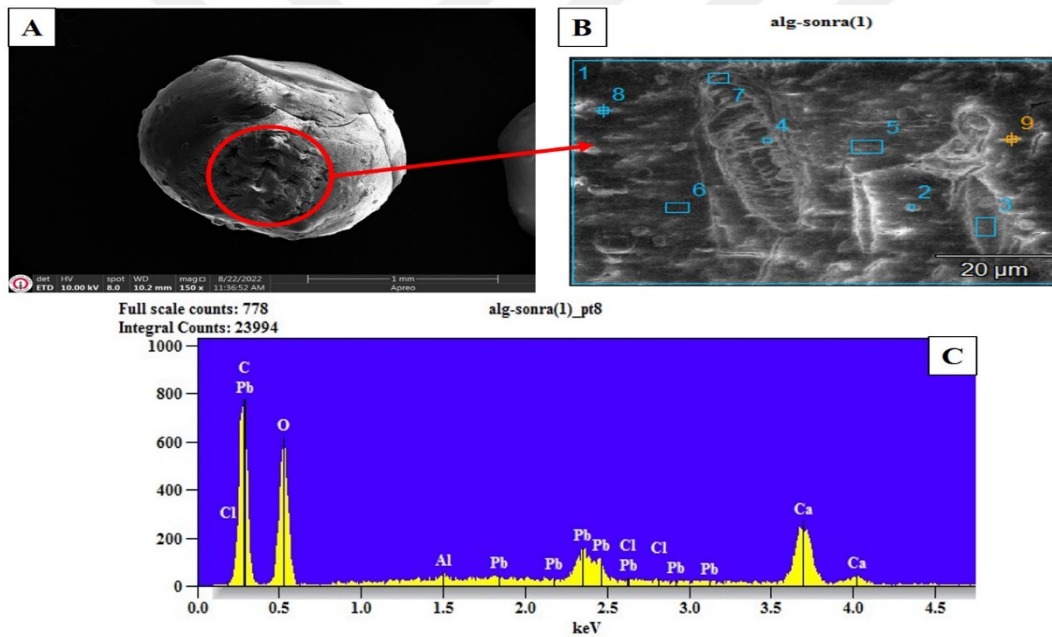


Şekil 4.9. Pb (II) gideriminde başlangıç konsantrasyonun % etkisi (pH: 3 ve 5, C<sub>0</sub>: 100-300 mg/L, A, AK1 ve AK2: 0,5 g, Süre: 120 dk)

Aljinat, AK1 ve AK2 biyosorbent boncuklar arasında Aljinat boncuğu en yüksek giderim verimine ulaşmış ancak parçalanmalar ve kırılmalar gözlenmiştir. Ayrıca Aljinat biyosorbent malzemesine göre AK1 ve AK2 malzemelerinin daha dayanıklı olduğu ve uzun süre yüzey alanında değişiklik olmadan metalleri bağladıkları gözlenmiştir.

#### 4.8. Boncukların Biyosorpsiyon Sonrası SEM-EDS Analizleri

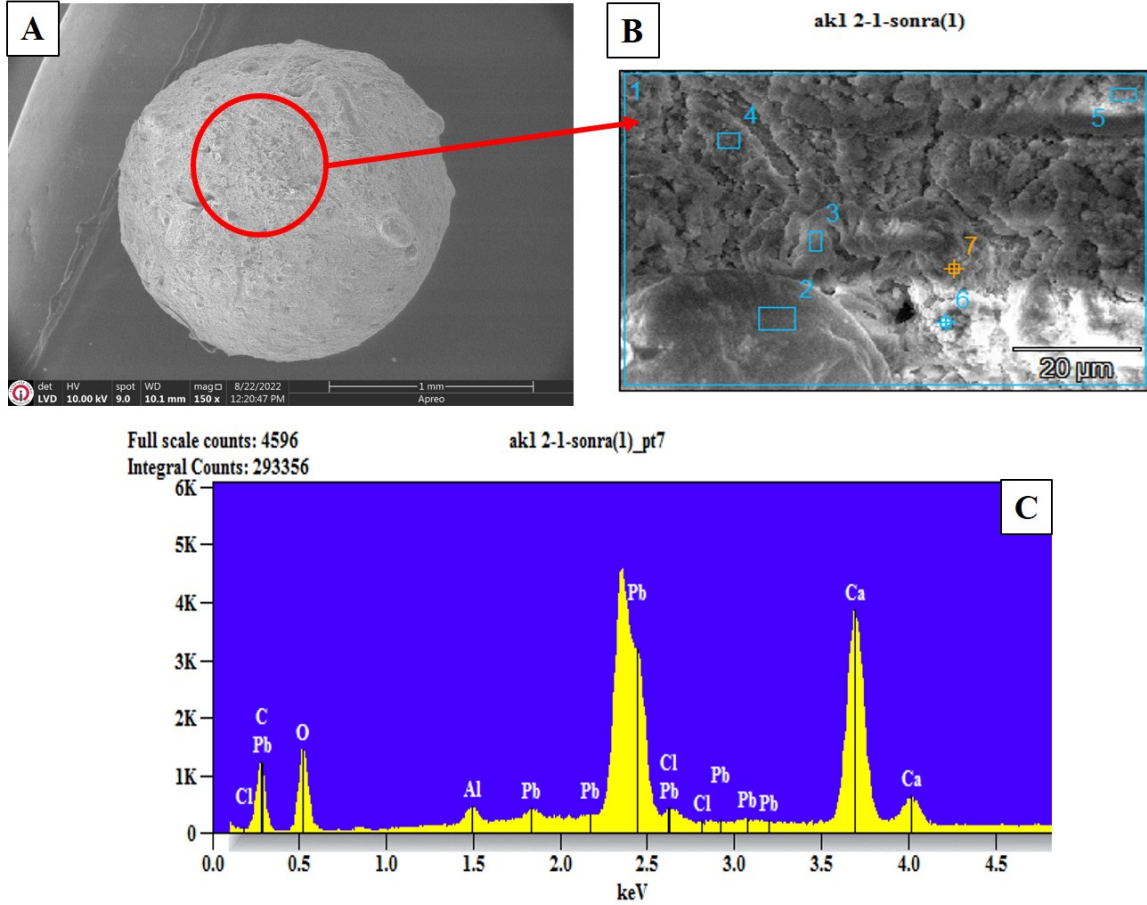
Kahverengi makro alg *S. vurgare*'den elde edilen aljinat boncukların Pb (II) metal giderimi sonrası SEM ve EDS (Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi) analiz sonuçları Resim 4.18'de verilmiştir. SEM analizinde Aljinat boncukların yüzey morfolojileri x150 ve x5000 büyötmeleri kullanılarak görüntölenmiştir. Resim 4.18A' da Aljinat boncuğun kompakt gözenekli yapıda olması biyosorpsiyon için uygun olduğunu göstermiştir. EDS spektrumu kurşun, kalsiyum, alüminyum, klor, karbon ve oksijen gibi farklı elementlerin nispi element kütlelerini gösterirken, hazırlanan numunede yabancı element veya safsızlık bulunmamaktadır. EDS spektrumu Şekil 4.18C' de verilmiştir. Pb (II) metalinin varlığı SEM - EDS analizi ile doğrulanmıştır (Resim 4.18B).



Resim 4.18. Aljinat boncukların biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizi

Biyosorpsiyon deneylerinden sonra AK1 biyosorbentinin SEM görüntüsü Şekil 4.19' da verilmiştir. Pb (II) iyonlarının AK1 boncuk yüzeyine biyosorplandığı EDS spektrumu ile doğrulanmıştır. Bununla birlikte AK1 boncuklarının yüzeylerinde mikro yapılarda bağlanan ya da çökelen Pb (II) iyonları gözlenmiştir (Resim 4.19B).

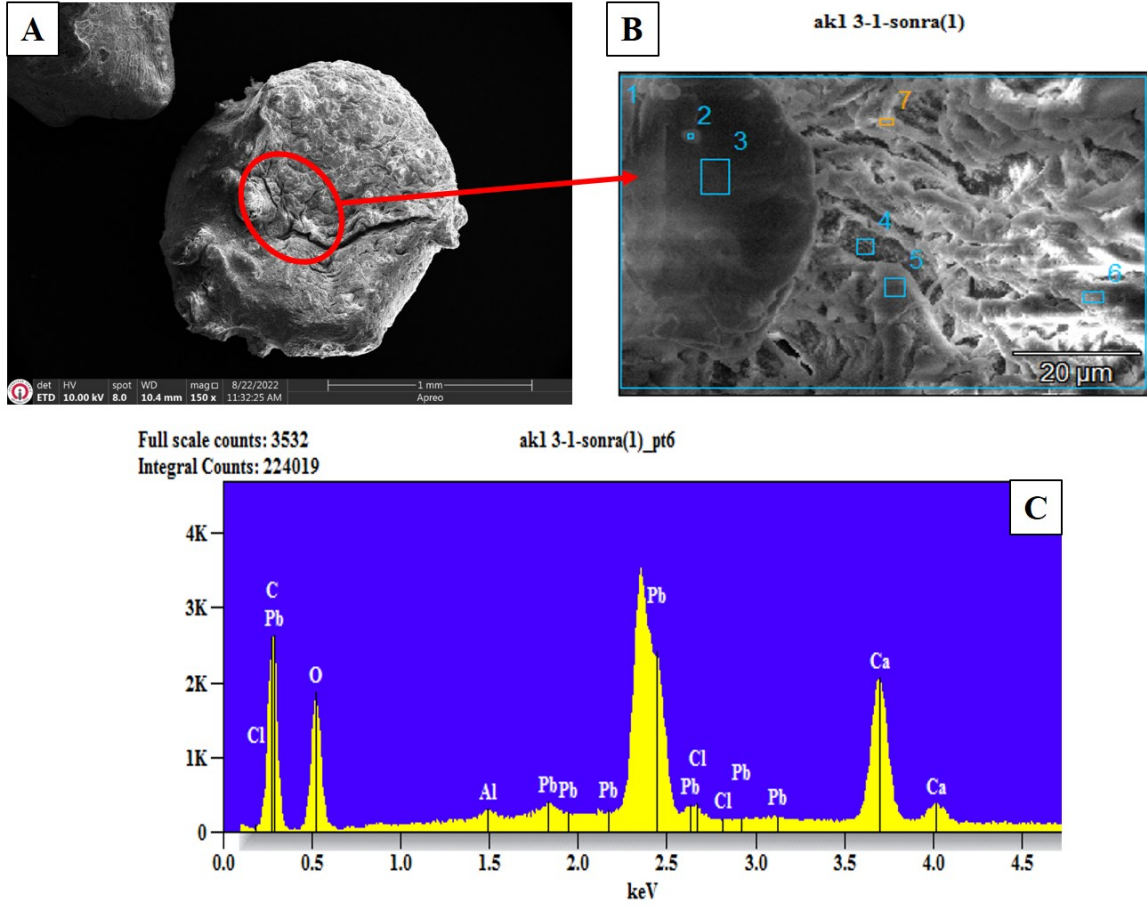
EDS analizi ile seçilmiş alanların elementel bileşimi Resim 4.19C’ de verilmiştir. AK1 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb (II) için %50,71, C için %5,11, O için %16,80, Ca için %26,43 ve diğer elementler için çok az miktarlarda tespit edilmiştir (Resim 4.19C).



Resim 4.19. AK1 boncukların biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizleri

Pb (II) giderimi sonrası AK2 biyosorbentinin yüzey morfolojisinin durumu (SEM görüntüsü) Şekil 4.20’ de verilmiştir. EDS spektrumu sonucunda Pb (II) iyonlarının AK2 boncuk yüzeyine bağlandığı görülmüştür (Resim 4.20C). Pb (II) giderimi sonrasında AK2 boncuklarının yüzeylerindeki yapının lifli, mikro çubuk ve birbiri içine geçmiş pamuksu yapılar oluşturduğu tespit edilmiştir (Resim 4.20B). Biyosorpsiyon deney sonrasında oluşan bu yapılarda bağlanan ya da çökelen Pb (II) iyonları gözlenmiştir (Resim 4.20C).

EDS analizi ile elde edilen seçilmiş alanların elementel bileşimi Resim 4.20C’ de verilmiştir. AK2 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %46,77, C için %13,23, O için %22,80, Ca için %16,63 ve diğer elementlerin çok daha az miktarlarda olduğu tespit edilmiştir (Resim 4.20C).



Resim 4.20. AK2 boncukların biyosorpsiyon sonrası SEM-EDS analizi

## 5. TARTIŞMA

Tez çalışmasının ilk bölümünde istilacı denizkestanesi *D. setosum*'un boy-ağırlık ilişkisinin belirlenmesi ve gonadosomatik indeks değişimlerinin hesaplanması için gerekli olan morfolometrik ölçümleri ve tartımları yapılmıştır.

Tez çalışmasının ikinci bölümünde *D. setosum*'un yumuşak dokularının ham protein, nem ve kül analizleri yapılmıştır. Ayrıca kolajenin amino asit analizi de yapılmıştır.

Tez çalışmasının üçüncü bölümünde istilacı denizkestanesinden kolajen ekstrakte edilmiştir. Daha sonra ekstrakte edilen kolajenin proximate analizi, verim miktarları hesaplanmış olup SDS-Page ve aminoasit analizleri yapılmıştır. Ayrıca kolajenin SEM görüntüleri alınmış ve FTIR spektrum analizleri de yapılmıştır.

Tez çalışmasının dördüncü bölümünde denizkestanesi *Diadema setosum* türünün kabuk ve dikenlerinden (spin) kitin ve kitosan ekstrakte edilmiştir. Elde edilen kitin ve kitosan biyomateryallerinin verimleri, asitte çözünürlüğü, deasetilasyon dereceleri (%DD), Kristal İndeks (CrI) hesaplamaları, FTIR, XRD analizleri ve SEM görüntülemeleri yapılmıştır.

Tez çalışmasının beşinci bölümünde bir kahverengi makro alg türü olan *Sargassum vulgare*'den aljinat (A) ekstrakte edilmiş ve elde edilen aljinat biyomateryalinin verimi hesaplanmış, SEM görüntülemeleri ve FTIR analizleri yapılmıştır.

Tez çalışmasının altıncı ve son bölümünde ülkemiz sularında istilacı bir tür olan *Diadema setosum* dokularından elde edilen kolajen (K) ile kahverengi makro alg türü olan *Sargassum vulgare*'den elde edilen aljinat (A) kullanılarak biyosorbent görevi görecek olan kompozit Aljinat, AK1 ve AK2 boncukları hazırlanmıştır. Hazırlanan boncuklarla tüm canlılar için toksik olan Pb (II) giderimi deneyleri yapılmıştır. Deneylerde ve optimum pH'ı belirlemek için farklı pH denemeleri yapılmış olup deneyin her aşamasında AAS okuması gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada tespit edilen optimum pH kullanılarak ikinci aşama olan optimum biyosorbent dozunun belirlenmesi gerçekleştirilmiştir. Her aşamada optimum parametreler (temas süresi ve başlangıç kurşun konsantrasyonu) belirlenerek çalışmaya devam edilmiştir. Ayrıca Aljinat, AK1 ve AK2 boncuklarının Pb (II) biyosorpsiyon

deneyleri öncesi ve deney sonrası yüzeylerindeki farklılıkları tespit etmek için SEM görüntülemeleri ve EDS analizi ile Pb (II) gideriminin tespiti yapılmıştır.

## 5.1. *Diadema setosum*'un Boy Ağırlık İlişkisi ve Gonadosomatik İndeksi

### 5.1.1. Boy-ağırlık ilişkisi (LWRs)

İskenderun Körfezi kıyılarından Eylül 2021'de toplanan *Diadema setosum*'un boy-ağırlık ilişkisi (LWRs), frekans dağılımı ve farklı gonadosomatik indeks değerleri (GSI) belirlenmiş olup, bu bölüm İskenderun Körfezi'nde *D. setosum* ile ilgili yapılan ilk detaylı çalışmadır.

Smith ve Kroh [166], Hindistan'ın Visakhapatnam Sahili'nden topladığı denizkestanesi *Stomopneustes variolaris* ile yaptıkları çalışmada maksimum kabuk boyunu 110 mm ve De Zoysa ve diğerleri [167] Sri Lanka'dan topladığı *S. variolaris* türünün maksimum kabuk boyunun 89 mm olduğunu bildirmiştir. Sellem ve Bouhaouala-Zahar [168], Tunus kıyılarındaki *Paracentrotus lividus* denizkestanesinin maksimum kabuk boyunu 67,9 mm bildirmişlerdir. Rahman ve diğerleri [142], Malezya Yarımadası'ndaki Pulau Pangkor bölgesinden topladıkları *D. setosum*'un ortalama kabuk boyunu 59,66 mm ve toplam ağırlığını 101,68 g bildirmişlerdir. Lök ve Köse [169], İzmir Körfezi'nde Urla-İskele'den *Arbacia lixula* ve *P. lividus* denizkestanesi türlerinin gonadosomatik indeks değişimlerini araştırmışlardır. Yaptıkları çalışmada *A. Lixula*'nın maksimum kabuk boyunu 55,6 mm ve toplam ağırlığını 73,78 g bulmuşlardır. *P. lividus* denizkestanesinin maksimum kabuk uzunluğu ve toplam ağırlığını sırasıyla 73,3 mm ve 96,12 g bildirmişlerdir. Siddique ve Ayub [170], Pakistan Karaçi'nin Buleji kayalık sahilinden *Echinometra mataei* denizkestanesinin kabuk boyunun 19 ila 77,2 mm arasında ve toplam ağırlığının 13,3 ila 121,6 g arasında değiştiğini bildirmiştir. Şimşek ve diğerleri [171], İskenderun Körfezi'ndeki istilacı denizkestanesi *D. setosum*'un ortalama kabuk çapını ve ağırlığını sırasıyla 55,85 mm ve 86,71 g kaydetmiştir. Çalışmamızda *D. setosum* bireylerinin boy-ferkans dağılımı hesaplamaları sonucunda denizkestanesi boylarının 24,32 ila 81,1 mm arasında ve ağırlıklarının ise 27,14 ila 185,11 g arasında değişim gösterdiği tespit edilmiştir. Bunun sebebinin, coğrafi farklılık, olası beslenme farklılıkları ve çalışılan denizlerin içerdikleri fiziko-kimyasal farklılıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmamızda b değerinin 3'ten küçük olduğu belirlenmiştir. İskenderun Körfezi'ndeki *D.*



*setosum* bireylerinin ağırlık olarak izometrik büyümeye yakın olduğu tespit edilmiştir. Mevcut çalışmadaki LWRs değerlerinin Tomšić ve diğerleri [172], Rahman ve diğerleri [142, 173], De Zoysa ve diğerleri [167] ve Ballesteros [174] yaptıkları çalışmalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Denizkestanesi *D. setosum*'un negatif allometrik büyümesinin, çevresel parametreler ve beslenme alışkanlıklarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 5.1.2. Gonadosomatik İndeks değerleri (GSI)

Küçükdermenci ve Lök [175], Muğla *A. lixula* denizkestanesinin GSI1 GSI2 GSI3 ve GSI4'ün dört farklı gonadosomatik indeks değerlerini sırasıyla %5,79, %9,6, %2,58 ve %8,79 bildirmiştir. Vafidis ve diğerleri [176], Pagasitikos Körfezi'nde yaptıkları çalışmada *Sphaerechinus granularis* GSI değerlerini %0,316-3,264 arasında olduğunu tespit etmişlerdir. De Zoysa ve diğerleri [167], Sri Lanka'da Beruwala, Tangalle ve Lavinia olmak üzere 3 farklı istasyonda *S. variolaris* denizkestanesinin gonad indeksi değişimlerini sırasıyla  $3,22 \pm 1,63$ ,  $3,44 \pm 1,89$  ve  $5,95 \pm 3,26$  hesaplamıştır. Shpigel ve diğerleri [177], *P. lividus* GSI değerinin %6 ile %12 arasında değiştiğini bildirmiştir. Arafa ve diğerleri [178], Tunus Körfezi'nde yaptıkları çalışmada *P. lividus* denizkestanesinin gonadosomatik indeks değerini en yüksek %16,71, en düşük %7,12 tespit etmişlerdir.

Kaneko ve diğerleri [179], Japonya'nın Nagasaki bölgesinde yaptıkları çalışmada *D. setosum*'un gonadosomatik indeks değerinin %9,3-10,4 arasında değiştiğini bildirmişlerdir. Çalışmamızda İskenderun Körfezi'nde dağılım gösteren *D. setosum*'un farklı gonadosomatik indeks değerleri (GSI) GSI1, GSI2 ve GSI3 sırasıyla  $3,4 \pm 0,04$ ,  $8,91 \pm 0,09$  ve  $7,50 \pm 0,14$  hesaplanmıştır. Yapılmış olan çalışmalarla, yaptığımız çalışma kıyaslandığında denizkestanesi türlerinin daha önce bildirilen LWR'leri ve GSI değerlerine benzerlik gösterdiği belirlenmiştir.

### 5.2. Protein, Lipid ve Kül ve Amino Asit Analizleri

Nurilmala ve diğerleri [158], *Thunnus albacares* balığı derisinden elde ettiği kolajenin protein, lipid ve kül içeriklerini sırasıyla %36,09, %1,08 ve %2,25 rapor etmiştir. Sulaiman ve Sarbon [180], *Decapterus macrosoma* balığının atıklarından elde ettikleri kolajenin protein, yağ ve kül miktarlarını sırasıyla, %22,86, %0,38 ve %60,9 bildirmişlerdir. Li ve diğerleri [181], *H. cinerascens* denizhiyarının vücut duvarından ekstrakte ettikleri kolajenin

protein, lipid ve kül düzeylerini sırasıyla,  $10,3 \pm 0,4$ ,  $0,3 \pm 0,0$  ve  $0,9 \pm 0,1$  hesaplamışlardır. Çalışmamızda, denizkestaneden elde edilen kolajenin ve ham materyalin protein, lipid ve kül içerikleri sırasıyla  $49,5 \pm 0,26$  ve  $20,99 \pm 0,33$ ,  $2,7 \pm 0,25$  ve  $15,78 \pm 0,34$ ,  $1,72 \pm 0,12$  ve  $18,35 \pm 0,56$  hesaplanmıştır. Protein, lipid ve kül içeriği belirlenen diğer kolajen çalışmalarının mevcut çalışma arasındaki farklılığın, türlerin farklı olması, farklı beslenme alışkanlıkları ya da buldukları coğrafi farklılıktan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Özgün ve Turan [182], İskenderun Körfezi'nden topladıkları kahverengi makro alg (*S. vulgare*) türünün kül içeriğini  $16,08$ , Marinho-Soriano ve diğerleri [137], Brezilyadan topladıkları *S. vulgare*'nin kül içeriğini  $14,20 \pm 3,86$ , Aras [183], İskenderun Körfezinden topladıkları *S. vulgare*'nin kül içeriğini  $14,79 \pm 0,19$  olarak belirtmiştir. Bu çalışmada ise *S. vulgare*'nin kül içeriği  $14,61 \pm 0,22$  tespit edilmiş olup hesapladığımız sonuçlar ile diğer çalışmaların benzerlik gösterdiği belirlenmiştir.

Amino asit içeriği kolajen materyalinin çözünürlüğünü, çapraz bağlanma kabiliyetini ve termal stabilitesini belirlediği için oldukça önemlidir [184, 185]. Genel olarak glisin amino asidi, 1000 kalıntıdaki toplam amino asitlerin yaklaşık üçte biridir. Glisin amino asidi, yapısal engeli azaltmak, sarmal eksen arasında dik zincirlere hidrojen bağı sağlamak için önemlidir [186]. *D. setosum* yumuşak dokularından ekstrakte edilen kolajenin amino asit analizi incelendiğinde, prolin ve hidroksprolin tespit edilmiş ve en yüksek amino asitin ise glisin olduğu belirlenmiş olup, toplam amino asit miktarının yaklaşık üçte birini oluşturmaktadır. *D. setosum*'dan ekstrakte edilen kolajende 326,94 kalıntı/1000 kalıntı glisin amino asidi tespit edilmiştir. Literatürde kolajen örneklerinde en baskın amino asit miktarının glisin olduğu ve *Saurida spp*, *Mugil cephalus* ve *Cypselurus melanurus*'ta amino asit içeriğinin yaklaşık %30-35'ini oluşturduğu bildirilmiştir [101, 187, 188]. Prolin miktarının yüksek olması kolajenin üçlü sarmal yapısının yüksek stabiliteli ve üçlü sarmal katlanmasının yüksek olduğunu göstermektedir [189].

Mevcut çalışmada elde edilen kolajenin prolin ve alanin amino asit içerikleri tropik ve subtropik bir tür olan denizkestanesi için beklenen bir değer olup, denatürasyon sıcaklıklarının soğuk iklim türlerine göre yüksek olması durumunu açıklamaktadır. *D. setosum*'dan ekstrakte edilen kolajende alanin, aspartik asit, treonin ve serin amino asitleri sırasıyla 101,6, 69,3, 56,6 ve 58,2 kalıntı/1000 kalıntı tespit edilmiş ve buna ek olarak sistin

amino asidine rastlanmamıştır. Bu çalışmaya benzer şekilde Iswariya ve diğerleri [190] ve Senaratne ve diğerleri [191], farklı deniz organizmalarından ekstrakte ettikleri kolajenlerde sistin amino asidine rastlamadıklarını bildirmişlerdir.

*D. setosum*'dan elde edilen kolajenin prolin ve alanin amino asit içerikleri incelendiğinde bu türün tropikal ve subtropikal olmasından dolayı beklenen düzeylerde normal değerler olduğu düşünülmektedir. *D. setosum*'dan ekstrakte edilen kolajenin prolin ve hidroksprolin içerikleri sırasıyla 117,5 ve 78,6 kalıntı/1000 kalıntı, toplam imino asit içeriği ise 196,1 kalıntı/1000 kalıntıdır. Yapılan çalışmalarda *Chrysaora* sp. (149 kalıntı/1000 kalıntı) [192], *A. ijimai* (84 kalıntı/1000 kalıntı), *Strongylocentrotus nudus* (86 kalıntı/1000 kalıntı) ve *Strongylocentrotus intermedius* (85 kalıntı/1000 kalıntı) türlerinin prolin içeriklerinin, bu çalışmadan hesaplanandan daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [193]. Yapılan benzer çalışmalarla kıyaslandığında, imino asit içeriklerinin farklı miktarlarda olmasının kıyaslanan canlıların yaşadıkları habitat farklılıklarından ve farklı deniz suyu sıcaklıklarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

İskenderun Körfezi'ndeki *D. setosum* yumuşak dokusundan ve ekstrakte edilen kolajenden toplam lipid ve kül içerikleri kıyaslandığında, yumuşak dokunun kül içeriğinden daha düşük olduğu belirlenmiştir. Bunun sebebinin kolajenin lipid ve inorganik maddelerden uzaklaştırılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 5.3. Denizkestanesinden Elde Edilen Kolajen

#### 5.3.1. Verim

*D. setosum*'un 75 g yumuşak dokusundan elde edilen kolajen için 17,5 g (kuru ağırlık) kolajen elde edilmiştir (Şekil 2) olup ortalama kolajen verimi %23,78±1,33 hesaplanmıştır. Balıkların deri ve kemiklerinden elde edilen ortalama kolajen verimlerinin %2 ile %29 arasında değiştiği bilinmektedir [149, 194-197]. Literatürde verilen kolajen verimleri arasındaki büyük farklılığın kullanılan balık türleri veya dokularının çeşitli olması, balıkların yaşadıkları denizlerin ekolojik ortamları ve farklı ekstraksiyon yöntemleri kullanılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Nagai ve Suzuki [198], mor denizkestanesi *Anthocidaris crassispina* kabuklarından ekstrakte ettikleri kolajenin yaklaşık verimini %35 (kuru ağırlık) bildirmiştir. Bu çalışmada elde edilen kolajen verimi ile diğer türlerden elde edilen kolajen

verimleri karşılaştırıldığında, aralarında farklılıkların tür farklılığı veya kolajenin elde edildiği doku farklılıklarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 5.3.2. SDS-Page analizi

Shimizu ve diğerleri [199], *A. ijimai*'de  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$  ve  $\alpha_4$  olmak üzere dört  $\alpha$  zinciri olduğunu bildirirken, Trotter ve Koob [200], *Eucidaris tribuloides cidaroid* denizkestanesinin  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  moleküler yapıya sahip heterotrimer yapıda olduğunu bildirmiştir. *Asthenosoma ijimai* denizkestanesinin kabuklarından elde edilen kolajenin, bu çalışmada tespit edilen benzer  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  heterotrimer yapısına sahip olduğu bildirilmiştir [193]. Bu çalışmada *D. setosum*'dan ekstrakte edilen kolajenin  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve yüksek moleküler ağırlıklı  $\beta$  ve  $\gamma$  zincirlerinden oluştuğu belirlenmiştir. Elde edilen kolajenin  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve  $\beta$  zincirlerinin moleküler ağırlıkları sırasıyla yaklaşık 124 kDa, 114 kDa ve 245 kDa olup, kolajenin  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  moleküler yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Tez kapsamında kullanılan denizkestanesi kolajeninin, benzer çalışmalarda farklı türlerin kolajenine benzer bir  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  moleküler yapıya sahip olduğu belirlenmiştir [201-203].

### 5.3.3. FTIR analizi

Amide B bandı  $\text{CH}_2$ 'nin asimetrik gerilme titreşimine karşılık gelmektedir [204]. Çeşitli kaynaklarda Amide I bandının  $1600 \text{ cm}^{-1}$  ila  $1700 \text{ cm}^{-1}$  arasında karakteristik frekanslara sahip olduğu ve esas olarak karbonil grubunun (C=O bağı) gerilme titreşimleriyle ilişkili olduğu bildirilmiştir [205]. Amide II bandı CN gerilme frekanslarına bağlı NH bükülme frekanslarını temsil etmektedir ve kolajenin sarmal kısmında daha fazla hidrojen bağına sahiptir [206].

Literatürde üçlü sarmal yapıdaki kolajenin C-H germe titreşimleri ve N-H deformasyonu arasındaki kombinasyon düzeylerini göstermektedir (Muyonga et al. 2004). *D. setosum* kolajeni doğal üçlü sarmal bir yapıya sahip olmakla birlikte, kolajenin FTIR spektrum sonuçlarının benzer çalışmalarda bildirilenlerle benzer olduğu görülmüştür [149, 194, 195, 197].

### 5.3.4. SEM analizi

Kolajen materyalinin üç boyutlu yapısı büyük önem taşımaktadır. Bu çalışmada istilacı denizkestanesinden elde edilen kolajenin morfolojik yapısı ilk kez araştırılmış olup, benzer çalışmaya rastlanmadığından, kıyaslama yapılamamıştır. Elde edilen kolajen ilk defa üretilmiş olup, SEM analizi sonucuna göre kozmetik, tıp ve doku mühendisliği gibi birçok alanda kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

## 5.4. Denizkestanesinden Elde Edilen Kitin ve Kitosan

### 5.4.1. Verim

Fernandez-Kim [207], asetilasyon sırasında asetil gruplarının polimerden aşırı uzaklaştırılmasından kaynaklanan numune kütle/ağırlık kaybının (kitinin kitosana dönüşümü) kitosan verimini etkilediğini bildirmiştir. Yapılan verim çalışmalarında T-CT ve S-CT'den elde edilen kitin veriminin *Loligo dersiana* (%36,06), *Sepia officinalis* (%20), *Penaeus monodon* (%22,18), *Loligo formosana* (%36,55) karides (%19,13), mavi yengeç (%20,14) ve ıstakozdan (%21,26) daha yüksek olduğu tespit edilmiştir [208-210]. Yengeç, karides, ıstakoz ve yumuşakça türlerinden elde edilen kitosan verimleri ise sırasıyla %74,6, %30-46, %74,3 ve %15-78 olarak bildirilmiştir [152, 154, 211-214]. Bu çalışmada denizkestanesi kabuk (T-CT) ve dikenlerinden (S-CT) kitin ekstraksiyonu verimi sırasıyla %57,2±1,43 ve %67,1±0,17 hesaplanmıştır. Kabuk (T-CS) ve dikenlerden (S-CS) elde edilen kitinden üretilen kitosan verimi ise sırasıyla %87,3±1,82 ve %74,04±1,27 belirlenmiştir.

### 5.4.2. Kitosanın çözünürlüğü

Kitosanın deasetilasyon derecesi asetik asitte en az %85 çözünürlük göstermesi gerektiği bildirilmiştir [162]. Bölgen ve diğerleri [215] mavi yengeçten kitin ve kitosan ekstraksiyonu çalışmasında kitosanın çözünürlüğünü %99,29±0,001 bildirmiştir. Nessa ve diğerleri [216] dört farklı asetilasyon süresi kullanarak sentezlediği kitosanın çözünürlüklerini %44,3, %96,01, %97,2 ve %97,06 bildirmiştir. Bu çalışmada denizkestanesi kabuğu (T-CS) ve dikeninden (S-CS) elde edilen kitosanın %1 asetik asitteki çözünürlüğü sırasıyla %85,26±1,55 ve %88,06±2,23 hesaplanmıştır. Kitosanın çözünürlüğünün çalışma

sıcaklığına ve deasetilasyon işleminde asetil grubunun uzaklaştırılmasına bağlı olduğu bildirilmiştir. Diğer çalışmalarla karşılaştırıldığında, bu çalışmada hesaplanan kitosan çözünürlük değerlerinin diğer çalışmalarla benzer olduğu anlaşılmıştır [217, 218].

#### 5.4.3. FTIR analizi

İstilaçı denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitin ve kitosanın FTIR spektrum sonuçları çeşitli çalışmalarda belirlenen sonuçlar ile benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir [210, 218-222 ].

#### 5.4.4. SEM analizi

Kumari ve diğerleri [223], balık pullarından ve karides kabuklarından elde ettikleri kitosanın bazı bölgelerinde pul tabakalı, kristal yapılı, gözenekli ve fibril yapılı olduğunu bildirmişlerdir. Bu çalışmada denizkestanesi kabuk ve dikenlerinden elde edilen T-CT' nin gözenekli katmanlara sahip olduğu ve bazı alanlarda fibril yapıda olduğu, T-CS' nin ise yoğun, gevşek ve pamuk benzeri fibril yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. S-CT' nin yüzey alanında pul katmanları olduğu, bazı alanlarının pürüzlü ve gözenekli olduğu tespit edilmiştir. S-CS' nin yüzey alanı pürüzlü, düzensiz desenli, gözenekli, lif benzeri ve fibriller olduğu belirlenmiştir. Diğer çalışmalarla kıyaslandığında, farklı türlerden elde edilen kitin ve kitosan materyallerinin SEM görüntülerine göre sahip oldukları yüzey morfolojilerinin bu çalışma ile benzerlik gösterdiği belirlenmiştir.

### 5.5. Kahverengi Makro Alg *Sargassum vulgare*'den Elde Edilen Aljinat

#### 5.5.1. Verim

Mazumder ve diğerleri [224], *Sargassum muticum*'dan elde ettikleri aljinatın verimini %13.57 bildirmişlerdir. Mohammed ve diğerleri [225], *Sargassum natans* türü algden çoklu aşama ile ekstrakte ettikleri aljinatın verimini %19 bildirmişlerdir. Başka bir çalışmada Mohammed ve diğerleri [226], Batı Hint Adasında bulunan Karayipler bölgesinden topladıkları *Sargassum* türünden elde ettikleri aljinatın verimini %21 hesaplamışlardır. Bu çalışmada kullanılan kahverengi makroalgden ekstrakte edilen aljinatın verimi %41,21 hesaplanmıştır. Diğer çalışmalarla kıyaslandığında, bu çalışmada elde edilen aljinat

veriminin diğer çalışmalardan daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu durumun çalışmaların yapıldığı tür farklılığından kaynaklandığı düşünülmektedir.

### 5.5.2. SEM analizi

Costa ve diğerleri [227], *Sargassum filipendula*'dan elde ettikleri aljinatın yüzey morfolojisinin düzensiz ve gözenekli bir yapıda olduğunu bildirmişlerdir. Helmiyati ve Aprilliza [228], kahverengi algden elde ettikleri aljinatın yüzey morfolojisinin lifli ve fibril yapıda olduğunu bildirmişlerdir. Diğer çalışmalarla benzer şekilde bu çalışmada da *Sargassum vulgare*'den elde edilen aljinatın yüzey morfolojisinin pürüzlü yapıda olduğu, bunun yanında düzensiz (amorf) ve gözenekli yapılardan oluştuğu belirlenmiştir.

### 5.5.3. FTIR analizi

Bu çalışmada kahverengi algden elde edilen aljinatın FTIR analizi sonucunun diğer yapılan çalışmalar ile benzerlik gösterdiği görülmüş ve ekstraksiyon sonucunda aljinat elde edildiği doğrulanmıştır [228, 229].

## 5.6. Pb (II) Giderim Deneyleri

### 5.6.1. pH'in etkisi

Çözelti pH'ının çözeltideki metal iyonlarının varlığını ve biyosorbent üzerindeki bağlanma bölgelerinin sayısını ve biyosorbentin özelliğini etkilediği bilinmektedir [230]. Yüksek pH'larda ( $\text{pH} > 5,5$ ) kurşun  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  şeklinde çökmektedir [231]. Shen ve diğerleri [132], nanokristalin selüloz/sodyum aljinat/K-karagenan kompozit hidrojel boncukları oluşturarak Pb (II) giderimi deneylerinde kullanmışlardır. Yaptıkları çalışmada Pb (II) giderimi için pH 2-6 arasında deneyler yürütmüşler ve  $\text{pH} > 6$  olduğunda kurşun çözeltisinde çökme olduğunu bildirmişlerdir. Aynı zamanda pH değerinin 5'ten 6'ya doğru yükseldikçe giderim miktarının çok az arttığını ancak, optimum değer olarak pH 5'i seçtiklerini bildirmişlerdir. Shi ve diğerleri [232], ticari olarak satın aldıkları sodyum aljinat ile hidrazit kullanarak hazırladıkları adsorban malzeme ile Hg (II), Pb (II), Cd (II), ve Cu (II) giderimi deneyleri yapmışlardır. Yaptıkları çalışmada Pb için optimum pH değerini 5 belirlemişlerdir. Nastaj ve diğerleri [118], kalsiyum aljinat küreleri kullanarak Ni, Pb ve Zn metallerinin giderimine

pH'nin etkisini belirlemek için yaptıkları çalışmalarında pH değerlerini 3-7 arasında kullandıklarında Pb (II) için giderim veriminin %99 olduğunu bildirmişlerdir.

Li ve diğerleri [233], yaptıkları çalışmada aljinat kompozit jel hazırlamak için sodyum aljinat (SA), polivinil oksit (PEO) ve seramik nanomalzemeler kullanmışlardır. Çalışmalarında Pb (II) giderimi için, kompozit jeller ile farklı pH (1-7) aralıklarında çalışmışlar ve pH 1-5 arasında giderim kapasitesinin yavaş bir şekilde artış gösterdiğini ve en yüksek giderimin pH 5 değerinde olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca çalışmalarında daha yüksek pH değerlerinde aljinat jellerin kütle kaybına uğradığını bildirmişlerdir. Güneş [234], atık materyallerle yaptığı tez çalışmasında Pb (II) giderim kapasitesini belirlemiştir. Çalışmasında farklı pH değerleri ile (2, 3, 4, 5, 6) deneyler yapmış, pH 6 değerinde giderim veriminin yüksek olmasına rağmen çökelti olmasından dolayı pH değerini optimum 5 belirlemiştir. Soltani ve diğerleri [235], ticari olarak satın alınan aljinat ile silika nano tozları kullanılarak silika/aljinat kompozit malzemesi hazırlamış ve Pb (II) giderim deneylerinde kullanmışlardır. Yaptıkları çalışmada pH değerlerinin 2-6 arasında gerçekleştirilmişler, pH değeri 6 ve üstü olduğunda çökeltme gözlemlendiğinden dolayı optimum pH değerinin 5 olduğunu bildirmişlerdir.

Claudio-Rizo ve diğerleri [127], domuz derisinden elde ettikleri kolajen ile ticari olarak satın aldıkları kitosan ile kolajen-kitosan kompozit malzemesi üretmişler ve manganit ile muamele ederek elde ettikleri kompozit jel çalışmasında en fazla giderimin pH değerinin 5 olduğu bildirmişlerdir. Reyes-Ruiz [128], kolajen-poliüretan-kitosan hidrojellerini kullanarak Pb (II) giderim verimini araştırdığı çalışmada pH değerinin 5 olarak belirlemiş ve bu pH değerinde %99 oranında giderim gerçekleştirmiştir. Kurttabar ve diğerleri [116], ticari olarak satın aldıkları kolajen ile sodyum klozit ve farklı kimyasallar kullanarak kolajen hidrojelleri elde ederek Pb (II) giderimi için 1,5-4,5 pH aralığında yürüttükleri deneyde en yüksek giderim kapasitesinin pH değerinin 4,5 olduğu bildirmişlerdir. Al Zhang ve diğerleri [236], mazı tozu (tanen) (BT) ve kolajen/selüloz ile hazırladıkları BT-kolajen/selüloz boncuklarını Pb (II) giderim deneylerinde kullandıkları çalışmalarında maksimum Pb (II) gideriminin pH değerinin 5,5 olduğunu bildirmişlerdir. Kim ve diğerleri [114], Aljinat-Alüminyum Oksit-Kolajen fibrillerini kullanarak elde ettikleri kompozit malzeme (AACF) ile Pb (II), Cu (II) ve Cd (II) metalleri için reaktör kolonu kullanarak yaptıkları giderim çalışmasında pH değerini 4,5 olduğunu bildirmişlerdir.



Yapılan çalışmalar incelendiğinde, ticari olarak satın alınan ya da domuz, sığır gibi hayvanların derisinden elde edilen kolajen ile oluşturulan kompozit malzemelerin Pb (II) giderimindeki pH aralığının 4-5 arasında olduğu tespit edilmiştir. Pb (II) çözeltisi pH 6'dan sonra OH<sup>-</sup> metal iyonları ile hidroksil bileşenleri oluşturarak çökelmekte ve adsorpsiyon kapasitesini azaltmaktadır. Ayrıca, düşük çözelti pH'ında, adsorpsiyon bölgeleri için metal iyonları ile rekabet eden yüksek H<sup>+</sup> konsantrasyonundan dolayı metal adsorpsiyon miktarı nispeten düşük olmaktadır. Bu çalışmada kullanılan AK1 ve AK2 boncuklarının giderim deneylerinde en yüksek pH değerinin 3 olduğu tespit edilmiştir. Bu çalışma ile diğer çalışmalarda kullanılan pH değeri farklılığının kullanılan kolajen kaynağından olabileceği düşünülmektedir.

### 5.6.2. Biyosorbent miktarının etkisi

Zheng ve diğerleri [237], *Clostridium tyrobutyricum* bakterisi ile immobilize edilen makro gözenekli Ca-aljinat-lignin (MCAL) ile yaptıkları Pb (II) giderim çalışmasında, bu boncukların dozajını 0,01 ila 0,20 g arasında değiştirdiğinde, uzaklaştırma hızının arttığını ancak adsorpsiyon miktarının azaldığını bildirmişlerdir. Bu çalışmada kullanılan Aljinat, Aljinat-Kolajen (2:1) (AK1) ve Aljinat-Kolajen (3:1) (AK2) kompozit boncukların biyosorpsiyona etkisi önceki çalışmalarla kıyaslandığında çalışmaların benzerlik gösterdiği, kullanılan kompozit malzemelerin miktarlarının artmasıyla giderimin arttığı görülmüştür [116, 238-241].

### 5.6.3. Temas süresinin etkisi

Zheng ve diğerleri [237], *Clostridium tyrobutyricum* bakterisi ile immobilize edilen makro gözenekli Ca-aljinat-lignin (MCAL) ile yaptıkları Pb (II) giderim çalışmasında, boncukların kurşun iyonlarını 0-120 dakikada hızla adsorbe ettiğini ve daha sonra adsorpsiyon hızının yavaşladığını, adsorpsiyon kapasitesi ve uzaklaştırma hızının 7. ve 8. saatlere ulaşıldığında düştüğünü bildirmiştir. Abdelwahab ve diğerleri [239], yaptıkları çalışmada manyetik biyokömür/sodyum aljinat nanokompozit (BC-G-SA) malzeme ile sulu ortamdan Pb (II) gideriminde temas süresinin artmasıyla biyosorpsiyonun da arttığını bildirmişlerdir. Goher ve diğerleri [240], bir alg türü olan *Chlorella vulgaris* ile Pb (II) giderimi yaptıkları çalışmada giderimde sürenin etkisi belirlemek için 0-120 dk arasında yürüttüğü deneylerde, giderimin 20. dakikaya kadar devam ettiğini ve giderimin %99'a ulaştığını bildirmişlerdir.

Vijayalakshmi ve diğeri [241], nanokitosan (2g), sodyum aljinat (8g) ve mikrokristal selüloz (1g) ile oluşturdukları NCS/SA/MC boncuklar ile Pb (II) gideriminin temas süresine etkisini belirledikleri çalışmada, ilk 60 dakikada hızlı bir giderimin olduğunu ve 240 dakikada ise dengeye ulaştığını bildirmişlerdir.

#### 5.6.4. Başlangıç konsantrasyonunun etkisi

Al Mosawi ve diğeri [242], bir mikro alg türü olan *Chlorella vulgaris* ve ticari Na-aljinati birleştirerek oluşturdukları boncuklarla yaptıkları Pb (II) giderimi çalışmasında 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm ve 50 ppm konsantrasyonlarını kullanmışlar ve giderim konsantrasyonlarını 9,2 ppm, 18,2 ppm, 16,39 ppm, 31,39 ppm ve 45,8 ppm bulmuşlardır. Ayrıca konsantrasyon arttıkça giderim yüzdesinin azaldığını bildirilmişlerdir. Zheng ve diğeri [237], makro-gözenekli Ca-aljinat-lignin (MCAL) boncukları kullanarak başlangıç konsantrasyonunun etkisini araştırmak için 100-500 ppm arasında Pb (II) giderim deneyleri yapmışlardır. Araştırmacılar *Clostridium tyrobutyricum* bakterisi ile immobilize edilen MCAL boncuklarının giderim yüzdesinin 100-200 ppm arasında azaldığını, ancak 200-500 ppm arasında giderim yüzdesinin yaklaşık %60' dan %80' e çıktığını bildirmişlerdir.

Vijayalakshmi ve diğeri [241], nanokitosan (2g), sodyum aljinat (8g) ve mikrokristal selüloz (1g) ile oluşturdukları NCS/SA/MC boncuklar ile Pb (II) gideriminin başlangıç konsantrasyonuna etkisini belirlemişlerdir. Çalışmada Pb (II) giderim yüzdesinin daha düşük metal iyon konsantrasyonunda daha yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Abdel-Ghani ve diğeri [238], pirinç kabuğu, mısır koçanı ve talaş malzemelerinin Pb (II) giderimine etkisini araştırmışlardır. Pb (II) gideriminin başlangıç konsantrasyonuna etkisinin belirlendiği deneyde, tüm malzemelerin Pb(II) gideriminde konsantrasyon arttıkça giderim yüzdesinin azaldığını bildirmişlerdir.

Hazırlanan çözeltilerdeki metal konsantrasyonları arttıkça yüzey alana ulaşan metal miktarı artış göstermekte ancak belirli bir konsantrasyondan sonra sorbent yüzeyindeki alanlar metal iyonları ile dolduğundan biyosorpsiyon kapasitesi azalmaktadır [243]. Ancak mevcut çalışmanın sonuçlarına göre Pb (II) gideriminin de konsantrasyon arttıkça giderim veriminde kayda değer bir değişiklik olmadığı ve Aljinat, AK1 ve AK2 boncukları için yaklaşık olarak %84-98 arasında giderim sağlandığı tespit edilmiştir.

### 5.6.5. Pb (II) giderimi sonrası boncukların SEM-EDS analizleri

Yapılan deneyler sonucunda AK1 boncuk boyutlarında büyüme (şişme), aljinat boncuklarda ise parçalanma gözlemiştir. Aljinat boncuklarının kullanımını kısıtlamaktadır. Diğer iki biyosorbent malzemenin Aljinat biyosorbent malzemesine oranla kısmen düşük olan giderim verimleri elde edilen yüksek sonuçlar kullanılan malzemelerin modifikasyonundan sonra giderim deneyleri sırasında boncukların boyutlarının küçülmesi ve şekillerinin değişiminden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Aljinat boncuğunun kompakt gözenekli yapıda olması biyosorpsiyon için uygun olduğunu göstermiştir. Aljinat boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %20, C için %15,74, O için %35,95 ve Ca için %27,83 tespit edilmiştir. AK1 boncuklarının yüzeyinde, mikro yapılarda bağlanan ya da çökelen Pb (II) iyonları gözlenmiştir. AK1 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %50,71, C için %5,11, O için %16,80, Ca için %26,43 bulunmuş ve diğer elementlerin çok az miktarlarda olduğu tespit edilmiştir. AK2 boncukları yüzeyindeki yapının lifli, mikro çubuk ve birbiri içine geçmiş pamuksu yapılar oluşturduğu gözlenmiştir. AK2 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %46,77, C için %13,23, O için %22,80, Ca için %16,63 bulunmuş ve diğer elementlerin çok az miktarlarda olduğu tespit edilmiştir.

## 6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Doktora tezi kapsamında ülkemiz sularında hızla yayılım gösteren istilacı denizkestanesi *D. setosum* ve makro alg türü *Sargassum vulgare* türlerinden kolajen (K) ve aljinat (A) elde edilmiştir. Elde edilen kolajen ve aljinat ile Aljinat (A), AK1 (2:1) ve AK2 (3:1) boncukları kullanılarak sucul ekosistemde bulunan canlılar ve insan sağlığı için toksik olan Pb(II) metalinin sentetik sıvı çözeltiden giderimi için kullanılması hedeflenmiştir. Ayrıca istilacı denizkestanesi *D. setosum* türünün kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan elde edilerek karakterizasyonları yapılmış, bu istilacı denizkestanesinin çeşitli alanlara entegre edilerek alternatif biyomateryal malzemeleri (kolajen, kitin, kitosan vb.) üretilerek ekonomiye kazandırılması ve özellikle ülkemiz sularındaki popülasyonlarının azaltılması amaçlanmıştır. Dahası ülkemizde *D. setosum*'un tüm vücut dokuları, kabuk ve dikenleri kullanılarak yapılan ilk detaylı biyomalzeme çalışması olmasından dolayı oldukça önemlidir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar şu şekilde özetlenmiştir;

Tez çalışmasının ilk bölümünde, İskenderun Körfezi kıyılarındaki istilacı *Diadema setosum*'un kabuk çapının 24,32-81,1 mm arasında ölçülmüş, ortalama çap ise  $51,8 \pm 1,18$  mm belirlenmiştir. Denizkestanesi bireylerinin vücut ağırlıkları 27,14-185,11 g arasında tartılmış, ortalama vücut ağırlığı ise  $84,64 \pm 2,77$  g hesaplanmıştır. *D. setosum*'un boy-ağırlık ilişkisi  $W = 0,7917 * L^{1,1773}$  bulunmuştur. Tür için tahmin edilen regresyon katsayısı ( $R^2$ ) değeri 0,71 hesaplanmıştır. Denizkestanesinin farklı gonadosomatik indeks değerleri (GSI) GSI1, GSI2 ve GSI3 sırasıyla  $\%3,4 \pm 0,04$ ,  $\%8,91 \pm 0,09$  ve  $\%7,50 \pm 0,14$  belirlenmiştir.

Tez çalışmasının ikinci bölümünde, denizkestanesi yumuşak dokusunun ve buradan elde edilen kolajenin protein, lipid ve kül içerikleri sırasıyla  $\%15,78 \pm 0,34$ ,  $\%1,72 \pm 0,12$  ve  $\%18,35 \pm 0,56$  ve  $\%49,5 \pm 0,26$ ,  $\%20,99 \pm 0,33$  ve  $\%2,7 \pm 0,25$  hesaplanmıştır. Kolajenin amino asit içeriğinde en fazla glisin, prolin, alanin, hidroksprolin amino asitleri tespit edilmiştir. Glisin, alanin, prolin ve hidroksprolin amino asit değerleri sırasıyla 326,94 kalıntı/1000 kalıntı, 101,6 kalıntı/1000 kalıntı, 117,6 kalıntı/1000 kalıntı ve 78,6 kalıntı/1000 kalıntı bulunmuştur. Toplam amino asitlerin yüzdesel olarak büyük kısmını glisin,  $\%10$  alanin,  $\%12$  prolin ve  $\%8$  hidroksprolinden oluştuğu belirlenmiştir. Amino asit içeriği kolajen materyalinin çözünürlüğünü, çapraz bağlanma kabiliyetini ve termal stabilitesini belirlediği için oldukça önemlidir. Genel olarak glisin amino asidi 1000 kalıntıdaki toplam amino

asitlerin yaklaşık üçte biridir. Glisin amino asidi, yapısal engeli azaltmak, sarmal eksen arasında dik zincirlere hidrojen bağı sağlamak için önemlidir. Mevcut çalışmada elde edilen kolajenin prolin ve alanin amino asit içerikleri tropik ve subtropik bir tür olan denizkestanesi için beklenen bir değer olup, denatürasyon sıcaklıklarının soğuk iklim türlerine göre yüksek olması durumunu açıklamaktadır. Kolajenin imino asit içeriği 196,19 kalıntı/1000 kalıntı belirlenmiştir.

Tez çalışmasının üçüncü bölümünde, denizkestanesinden kolajen elde edilmesi için 75 g yumuşak doku kullanılmış olup, yaklaşık 17,5 g (kuru ağırlık) kolajen elde edilmiştir. Kolajen verimi ortalama  $23.78 \pm 1.33$  hesaplanmıştır. *D. setosum*'dan elde edilen kolajenin pepsinde çözündürülüp yapılmış olan SDS-Page analizi sonucunda  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve yüksek moleküler ağırlıklı  $\beta$  ve  $\gamma$  zincirlerinden oluştuğu belirlenmiştir. Bu kolajenin moleküler ağırlığı  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  ve  $\beta$  sırasıyla yaklaşık 124 kDa, 114 kDa ve 245 kDa tanımlanmıştır. Ayrıca kolajenin  $(\alpha_1)_2\alpha_2$  moleküler yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. Sonuç olarak ülkemizdeki istilacı denizkestanesi *D. setosum* dokularından elde edilen  $\alpha_1$  ve  $\alpha_2$  zincirlerine sahip olan kolajenin tip I kolajenine benzer olduğunu doğrulamaktadır. İstilacı denizkestanesinden elde edilen kolajenin FTIR spektrum analizi sonucunda, Amide A bandı  $3301 \text{ cm}^{-1}$ , Amide B bandı  $2924 \text{ cm}^{-1}$ , Amide I bandı  $1643 \text{ cm}^{-1}$ , Amide II bandı  $1550 \text{ cm}^{-1}$  ve Amide III bandı  $1242 \text{ cm}^{-1}$  bulunmuş ve böylece Tip 1 kolajen bantları gösterdiği tespit edilmiştir. *D. setosum*'dan elde edilen kolajenin morfolojik yüzeyini tespit etmek üzere kullanılan SEM görüntülemesinde beyaz, tek tip, çok katmanlı, pul pul ve yoğun tabaka benzeri fibril yapıda bir görünüm sergilediği anlaşılmıştır. Çıplak gözle incelendiğinde kolajen yumuşak, beyaz ve gözenekli bir yapıya sahip gibi görülmüştür. Ancak SEM görüntüsü incelendiğinde birbirine bağlanmış, çok katmanlı, yoğun ve düzensiz tabakalar gibi yüzeye sahip olduğu belirlenmiştir. Bu çalışmada denizkestanesinden elde edilen kolajenin morfolojik yapısı ilk kez araştırılmış ve kolajenin kozmetik doku mühendisliği, biyomedikal mühendisliği gibi birçok alanda değerlendirilebileceği sonucuna varılmıştır.

Tez çalışmasının dördüncü bölümünde, denizkestanesinin kabuk ve dikenlerinden elde edilen kitin ve kitosan verimleri hesaplanmıştır. Denizkestanesi kabuk (T-CT) ve dikenlerinden (S-CT) elde edilen kitinin verimi sırasıyla  $57,2 \pm 1,43$  ve  $67,1 \pm 0,17$  hesaplanmıştır. Kitinden elde edilen kitosanın verimi ise kabuklardan (T-CS) ve dikenlerden (S-CS) sırasıyla  $87,3 \pm 1,82$  ve  $74,04 \pm 1,27$  tespit edilmiştir. Kabuktan elde edilen kitosanın (T-CS) ve dikenlerinden elde edilen kitosanın (S-CS), %1 asetik asitte

%85,26±1,55 ve %88,06±%2,23 oranında iyi bir çözünürlüğe sahip oldukları tespit edilmiştir. Deasetilasyon derecesi (DD), kitosanın fiziksel, kimyasal, biyolojik özelliklerini ve biyolojik olarak parçalanabilirliğini etkilediği için oldukça önemli bir parametre olduğundan kitin ve kitosan örneklerindeki DD ve Asetilasyon (DA)'u hesaplamak için FTIR spektrumunda absorbans modu kullanılmıştır. %60'ın altındaki DA, kitin varlığını göstermekte ve %60'ın üzerindeki DD ise kitosan varlığını göstermektedir. T-CT ve S-CT kitinlerinin DA'sı sırasıyla %15,8 ve %14,20 hesaplanmıştır. Ayrıca T-CS ve S-CS kitosanlarının DD'si ise sırasıyla %84,19 ve %85,80 bulunmuştur. Denizkestanesi kabuk ve dikenlerinin CrI (kristal indeks) değeri sırasıyla %68 ve %67 hesaplanmıştır. XRD analizi sonucunda kitinde 14,70° ve 15,26°de gözlenen pikler, deasetilasyondan sonra 24,60° ve 25,20°ye kaymıştır. Bu kitinden kitosan ekstraksiyonunu desteklemektedir. FTIR sonucunda T-CT ve S-CT daha belirgin olan alifatik O-H gerilimini ve titreşimini gösteren 3436,52 cm<sup>-1</sup> ve 3435,56 cm<sup>-1</sup> de yer alan bantlar tespit edilmiştir. T-CT ve S-CT için absorpsiyon bantları 1623,77 ve 1619,91 cm<sup>-1</sup> olup, asetamidden C-O, C=O' nun gerilmesini ve titreşimini göstermektedir. T-CT ve S-CT için diğer karakteristik absorpsiyonlar asetamid grubundan sırasıyla -NH' nin eğilme titreşimini ve -CN' nin germe titreşimini gösteren 1548,56 ve 1551,45 cm<sup>-1</sup>'dir. T-CT ve S-CT için absorpsiyon tepe noktaları 1028,83 cm<sup>-1</sup> ve 1011,48 cm<sup>-1</sup> olduğu belirlenmiştir. Glukozamin halkasının -C-O-C' si germe titreşimleri iken, β-1,4 glikozidik bağlar için tepe bant karakterizasyonunun 892,88 cm<sup>-1</sup> ve 893,84 cm<sup>-1</sup> deki halka gerilmesidir. Kitin (T-CT ve S-CT) spektrumlarındaki -CH<sub>3</sub> grubunun titreşimi, dört saat deasetilasyon (NaOH) işlemden sonra kitosanın (T-CS ve S-CS) FTIR spektrumunda belirlenememiştir. Bu sonuç T-CT ve S-CT'deki asetil grubu COCH<sub>3</sub>'ün deasetilasyon işlemi sırasında uzaklaştırıldığını ve böylece kitosan elde edildiğini kanıtlamaktadır. T-CS ve S-CS'nin FTIR sonuçlarında 3218,61-3264,89 cm<sup>-1</sup>, 2923,56-2924,52 cm<sup>-1</sup>, 1649,80-1647,888 cm<sup>-1</sup>, 1578,45-1582,30 cm<sup>-1</sup>, 1419,35-1421,28 cm<sup>-1</sup>, 1382,71-1385,60 cm<sup>-1</sup>, 1153,22-1160,94 cm<sup>-1</sup> ve 1062,58-1068,37 cm<sup>-1</sup> karakteristik bantlar tespit edilmiştir. Kitin (T-CT ve S-CT) ve kitosanın (T-CS ve S-CS) XRD sonucunda, T-CT'nin on kristal pik yansıması gösterdiği ve en güçlü altı pikin 14,70°, 23,80°, 26,20°, 33,40°, 35,80° ve 37,60° olduğu tespit edilmiştir. En güçlü tepe yansıması 2θ'de 20-25° (1060° sayı/sn) civarında bulunmuştur. S-CT' nin XRD analizi sonucunda dokuz kristal pik yansıması göstermiştir ve altı en güçlü pik 15,26°, 25,50°, 28,45°, 35,10°, 38,8° ve 40,35° tespit edilmiştir. En güçlü pik seviyesi 2θ'de 25-30° (850° sayı/sn) civarında belirlenmiştir. T-CS' nin XRD analizinde on bir kristal pik gözlenmiş olup, en güçlü beş pik 15,80°, 17,35°, 24,60°, 29,80° ve 36,10° tespit edilmiştir. T-CS biyopolimerinin en güçlü pik noktaları,

20'de yaklaşık 30-40° (900° sayı/sn) belirlenmiştir. SEM analizi sonucunda, T-CT' nin gözenekli katmanlara sahip olduğu ve bazı alanlarda fibril yapısının görülebildiği belirlenmiştir. T-CS' nin yoğun, gevşek ve pamuk benzeri fibril yapısına sahip olduğu tespit edilmiştir. S-CT' nin yüzey alanında pul katmanları, bazı alanlarda da pürüzlü ve gözenekli olduğu anlaşılmıştır. S-CS 'nin yüzey alanının pürüzlü, düzensiz, desenli, gözenekli, lif benzeri ve fibriler olduğu belirlenmiştir. *D. setosum* türünün kabuk ve dikenlerinden kitin ve kitosan elde edilmesi ile ilgili yapılmış bir çalışmaya rastlanmamış olup, ilk kez bu çalışmada yapılmıştır. Bu çalışmada kitin ve kitosan verimleri ortalamanın üzerinde tespit edilmiş olup, istilacı denizkestanesi kabuk ve dikenlerinin diğer kabuklu canlılardan elde edilen kitin ve kitosan kaynaklarına alternatif olduğu belirlenmiştir.

Tez çalışmasının beşinci bölümünde, kahverengi bir makro alg türü olan *Sargassum vulgare*'den aljinat elde edilmiştir. Elde edilen aljinatın verimi % 41,21 hesaplanmıştır. SEM analizi sonucunda aljinatın pürüzlü yapıda olduğu, bunun yanında düzensiz (amorfe) nano ve mikro yapılardan oluştuğu ve farklı boyutlarda por yapılarının bulunduğu tespit edilmiştir. FTIR spektrumu analizi sonucunda 3229,22 cm<sup>-1</sup>, 2933,17 cm<sup>-1</sup>, 2358,52 cm<sup>-1</sup>, 1600,63 cm<sup>-1</sup>, 1402,96 cm<sup>-1</sup>, 1023,05 cm<sup>-1</sup>, 939 cm<sup>-1</sup>, 884 cm<sup>-1</sup> ve 404,98 cm<sup>-1</sup> bantlarının olduğu belirlenmiştir. Ekstrakte edilen aljinatta bulunan alkolik grubun (3229,22 cm<sup>-1</sup>) ekstraksiyon sonrası yeterince safsu ile muamele edilmemesinden, kurutma işleminin yetersiz olmasından ya da ekstraksiyonda kullanılan Na<sup>+</sup> ile etkileşimden kaynaklanabileceği sonucuna varılmıştır [244]

Tez çalışmasının altıncı ve son bölümünde, istilacı denizkestanesinden elde edilen kolajen ve kahverengi makro alg türünden elde edilen aljinat ile oluşturulan Aljinat (A), Aljinat-Kolajen (2:1) (AK1) ve Aljinat-Kolajen (3:1) (AK2) kompozit boncuklar ile hazırlanan sentetik Pb (II) giderimi için sırasıyla pH, adsorbent dozu, temas süresi ve başlangıç konsantrasyonu belirlenmiştir. Yapılan deneyler sonucunda en yüksek biyosorpsiyon kapasitesine AK1 ve AK2 için pH 3.0 ve Aljinat için pH 5.0' de ulaştığı gözlenmiştir. pH 3, 4 ve 5' te giderim verimleri sırasıyla Aljinat için, %67,92, %71,16 ve %76,52, AK1 için %53,48, %48,96 ve % 48,52 ve AK2 için %61,08, %55,52 ve %58,44 hesaplanmıştır. Pb (II) metalinin kompozit A, AK1 ve AK2 giderim mekanizmalarının değişkenlik gösterdiğini, Pb (II) metal gideriminin çözelti pH'ına bağlı olduğunun bir göstergesidir. pH 3 ve 5' te baskın olan giderim mekanizmasının Aljinat, AK1 ve AK2 boncuklarında daha yüksek giderim olduğunu ve kolajen materyallerinin boncuk oluşumunda kullanılan CaCO<sub>3</sub>

yapısındaki  $\text{Ca}^{+2}$  ile Pb (II)'nin kation değişim reaksiyonuyla yer değiştirdiği anlaşılmıştır. Ayrıca deneyler sonucunda AK1 boncuk boyutlarında büyüme (şişme), aljinat boncuklarda ise parçalanma gözlenmiştir. Biyosorbent miktarının etkisinin belirlenmesi için yapılan deneylerde 0,25g A, AK1 ve AK2 biyosorbentleri ile sırasıyla %47,8, %47,96 ve %50,44 verime ulaşılmıştır. Pb(II) metalinin biyosorpsiyon verimi, artan biyosorbant miktarı ile artış göstermiş ve 0,75 g değerlerinde sırasıyla %92,64, %71,08 ve %84,68 ile en yüksek biyosorpsiyon verimine ulaşmıştır. AK1 ve AK2 kompozit boncukları ile Pb (II) gideriminde  $\text{AK2} > \text{AK1}$  olduğu belirlenmiştir. Bu durum aljinat miktarının artması ve kolajenin lifli yapısı ile metal iyonlarının bağlanabileceği yüzey alanının artması ile açıklanabilir. Ancak A boncuklarının yapısal olarak boyutlarında küçülme ve parçalanma olduğu tespit edilmiştir. Pb (II) gideriminde temas süresinin belirlenmesi için yapılan deneylerde, süre arttıkça biyosorpsiyon miktarının artış gösterdiği belirlenmiştir. Aljinat boncuklarında süre arttıkça parçalanmalar da artış göstermiş olup, boyutlarında da değişim gözlenmiştir. Özellikle AK1 biyosorbent malzemesinde herhangi bir parçalanma gözlenmemesinin yanısıra, süre arttıkça AK1 boncuklarında şişme olduğu gözlenmiştir. Bu deney aşamasında 360. dakikada Pb (II) giderimi dengeye ulaşmıştır. Pb (II) gideriminin başlangıç konsantrasyonuna etkisinin belirlenmesi için yapılan deneylerde en yüksek giderim başlangıç derişiminin 100 ppm olduğu Pb (II) çözeltisinde gerçekleşmiştir. Aljinat, AK1 ve AK2 biyosorbent malzemeleri 100 ppm metal iyonu derişimi deneyi sonucunda sırasıyla 1,68, 4,2 ve 3,4 ppm Pb (II) iyonu kaldığı tespit edilmiş olup, giderim verimi sırasıyla %98,32, %95,8 ve %96,6 belirlenmiştir. Pb (II) gideriminde konsantrasyon arttıkça giderim veriminde kayda değer bir değişiklik olmadığı ve Aljinat, AK1 ve AK2 boncukları için yaklaşık olarak %84-98 arasında giderim sağlandığı tespit edilmiştir. Özellikle de AK1 boncuğundaki giderim sonrasında kalan miktarlar 100, 200 ve 300 ppm için sırasıyla 4,2, 19,36 ve 45,36 ppm tespit edilmiş olup, %95,8, 90,32 ve 84,88 başarı sağlanmıştır (Şekil 4.9). Burada diğer deney aşamalarında olduğu gibi en az deformasyona uğrayan biyosorbentin gene AK1 boncukları olduğu anlaşılmıştır. Aljinat boncukları ile yapılan Pb (II) giderim deneyleri sonucunda 100, 200 ve 300 ppm için sırasıyla kalan miktarlar 1,68, 2,16 ve 9,12 ppm olup, %98,32, %98,92 ve %96,96 oranlarında başarı sağlanmıştır. Ancak aljinat boncuklarında yapısal olarak parçalanmalar tespit edilmiş olup, boyutlarında küçülmeler belirlenmiştir. Sonuç olarak Pb (II) gideriminde, kompozit boncukların verimli bir giderim oranına sahip oldukları belirlenmiştir. Aljinat boncuğunun kompakt gözenekli yapıda olması biyosorpsiyon için uygun olduğunu göstermektedir. Aljinat boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %20, C için %15,74, O için %35,95 ve Ca için %27,83 tespit edilmiştir. AK1



boncuklarının yüzeyinde mikro yapılarda bağlanan ya da çökelen Pb (II) iyonları gözlenmiştir. AK1 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %50,71, C için %5,11, O için %16,80, Ca için %26,43 bulunmuş ve diğer elementlerin çok az miktarlarda olduğu tespit edilmiştir. AK2 boncukları yüzeyindeki yapının lifli, mikro çubuk ve birbiri içine geçmiş pamuksu yapılar oluşturduğu gözlenmiştir. AK2 boncuklarının ağırlığına göre element bileşimi Pb için %46,77, C için %13,23, O için %22,80, Ca için %16,63 bulunmuş ve diğer elementlerin çok daha az miktarlarda olduğu tespit edilmiştir.

Sonuçlar AK1 boncuklarının bozunmaya karşı direncini ve asidik pH'ta daha yüksek şişme kapasitesini geliştirerek daha yüksek çapraz bağlanma derecesine sahip olduğunu göstermektedir. AK1 boncukları ile Aljinat karşılaştırıldığında AK1 boncuklarının Pb (II) iyonlarının sudan uzaklaştırılma hızında azalma göstermemişlerdir. Bu nedenle AK1 biyomalzemesi asidik koşullarda Pb (II) bulaşmış atık suların iyileştirilmesi için potansiyel biyosorbent adayı olabilir.

*D. setosum* zehirli bir tür olması, ülkemizde insanlar tarafından tüketilmemesi, ticari öneminin olmaması ve bunlara ek olarak uzun dikenleri sebebi ile denizel ortamda çok fazla predatörünün olmaması da İskenderun Körfezi'ndeki denizkestanesi popülasyonunu zamanla artırmaktadır. *D. setosum*'un ekolojik zararları düşünüldüğünde diğer istilacı Lessepsiye türler gibi denizkestanesi de ilgili denizel substratta yaşamlarını sürdüren endemik (yerli) makro omurgasızlar ile besin yarışı rekabetine girip, endemik türler üzerinde baskın hale gelerek bu yerli türlerin azalmasına neden olmaktadır. Bu doktora tezinin bir diğer amacı da, araştırma konusu olan bu istilacı denizkestanesi türünden elde edilebilecek biyomateryallerden başarılı şekilde kolajen, kitin ve kitosan elde edilerek, bu türün ekonomiye kazandırılmasıdır.

Bu tez çalışmasının amacı, öncelikle istilacı denizkestanesinin biyomateryal olarak kullanılabilirliğini araştırmak, kahverengi makro alg türünden aljinat elde ederek kompozit bir malzeme oluşturmak ve bunu kanıtlayacak doğrultuda analizler yapmaktır. Türkiye'nin hemen her kıyısında bulunan istilacı *Diadema setosum*'un kolajen, kitin ve kitosan kaynağı olarak kullanılması birçok sanayii (kozmetik, farmasötik, gıda, doku mühendisliği vb.) alanı için alternatif ham madde açığını yerli ve milli olarak karşılayabilecektir. Diğer yandan bu türün hammadde kaynağı olarak kullanılması, ekonomik getirisinden ötürü denizlerden denizkestanesinin toplanarak zamanla popülasyonun azalmasına ve denge haline gelmesine

sebebiyet vererek sucul ortama (özellikle endemik türlere) verdiği zararı büyük ölçüde azaltacağı düşünülmektedir.

Bu tez çalışması sonuçları biyomalzeme kullanarak metal giderimi konusunda çalışma yapan araştırmacılar tarafından değerlendirilip, metodu modifiye edilebilir ve böylece metalleri etkin şekilde gideren kolajen esaslı biyosorbentlerin eldesi ve biyosorplama kapasiteleri arttırılabilir. Kolajen esaslı boncukların, saf ve renksiz olması sebebi ile sadece toksik metalleri gidermede değil tekstil, gıda ve kozmetik sanayii vb. alanlarda da (renk, koku giderimi gibi) kullanılabilirliği söz konusu olabilir. Ekolojik ortama zarar vermeden istenmeyen istilacı bir tür ile toksik bir metalin giderilmesi ilkesine dayanan, hızlı, kirlilik oluşturmayan ve ekonomik olması nedeniyle ideal olan biyosorpsiyon yöntemi, Pb (II) metali içeren atık suların arıtılmasında önemli yararlar sağlayacağı düşünülmektedir.

Sonuç olarak tez çalışmasının amacı doğrultusunda yapılan deney ve analiz sonuçlarına göre *Diadema setosum*'dan elde edilen kolajenin metal giderimin de kullanılmak üzere biyosorbent içerisine az miktarlarda eklenmesi ile biyokompozit malzeme oluşturularak kullanılabilirliği kanıtlanmıştır. Yapılan bu tez çalışmasının ileride metal giderimi için denizel organizmaları kullanılarak yeni biyomalzeme fikirleri için bilim insanlarına katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

1. Lao, Q., Su, Q., Liu, G., Shen, Y., Chen, F., Lei, X., Qing, S., Wei, C., Zhang, C., ve Gao, J. (2019). Spatial distribution of and historical changes in heavy metals in the surface seawater and sediments of the Beibu Gulf, China. *Marine Pollution Bulletin*, 146, 427-434.
2. Chojnacka, K. (2010). Biosorption and bioaccumulation—the prospects for practical applications. *Environment international*, 36(3), 299-307.
3. Volesky, B. (1990). Removal and recovery of heavy metals. Biosorption of heavy metals, 7-43.
4. Elhadad, E., ve Tantawy, S.T. (2015). Equilibrium Kinetic Studies of Biosorption of Cr (III) and Cd (II) by Activated Carbon Prepared from Spirulina Algae. *Journal of Biodiversity and Environmental Sciences (JBES)*, 7(3), 132-140
5. Stoica, L., Stanescu, A.M., Constantin, C., Oprea, O., ve Bacioiu, G. (2015). Removal of copper (II) from aqueous solutions by biosorption-flotation. *Water, Air, & Soil Pollution*, 226(8), 1-11.
6. İleri, R. (2000). Çevre Biyoteknolojisi, Sakarya Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Adapazarı, 661s.
7. Han, R., Wang, Y., Yu, W., Zou, W., Shi, J. ve Liu, H. (2007). Biosorption of methylene blue from aqueous solution by rice husk in a fixed-bed column. *Journal of Hazardous Materials*, 141, 713-718.
8. Akar, T., ve Tunalı, S. (2006). Biosorption characteristics of *Aspergillus flavus* biomass for removal of Pb (II) and Cu (II) ions from an aqueous solution. *Bioresource Technology*, 97(15), 1780-1787.
9. Wang, J., ve Chen, C. (2009). Biosorbents for heavy metals removal and their future. *Biotechnology advances*, 27(2), 195-226.
10. Alacabey, Ğ. (2014). Doğal ve aktive edilmii Van Gölü sediment (dip çamuru) örneklerinin bazı ağır metallerle Adsorpsiyonunun İzoterm ve Termodinamik Analizi. Doktora Tezi, Yüzüncü Yıl Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Van
11. Tran, H.T., Vu, N.D., Matsukawa, M., Okajima, M., Kaneko, T., Ohki, K., ve Yoshikawa, S. (2016). Heavy metal biosorption from aqueous solutions by algae inhabiting rice paddies in Vietnam. *Journal of environmental chemical engineering*, 4(2), 2529-2535.
12. He, H.J., Xiang, Z.H., Chen, X.J., Chen, H., Huang, H., Wen, M., ve Yang, C.P. (2018). Biosorption of Cd (II) from synthetic wastewater using dry biofilms from biotrickling filters. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 15(7), 1491-1500.

13. Saini, S., Gill, J.K., Kaur, J., Saikia, H.R., Singh, N., Kaur, I., ve Katnoria, J.K. (2020). Biosorption as environmentally friendly technique for heavy metal removal from wastewater. *Fresh water pollution dynamics and remediation*, 167-181.
14. Jang, H., Park, N., ve Bae, H. (2020). Removal of Pb (II) from wastewater by biosorption using powdered waste sludge. *Membrane and Water Treatment*, 11(1), 41-48.
15. Sharma, S., Saxena, R., ve Gaur, G. (2014). Study of removal techniques for azo dyes by biosorption: a review. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 7(10), 6-21.
16. Thines, K.R., Abdullah, E.C., Mubarak, N.M., ve Ruthiraan, M. (2017). Synthesis of magnetic biochar from agricultural waste biomass to enhancing route for waste water and polymer application: a review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 67, 257-276.
17. Kasap A.G. (2018). Ayvacık Suat Uğurlu Baraj Gölü'nün Su Kirliliği Açısından Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun, 520279
18. Panthi, G., Park, M., Park, S.J., ve Kim, H.Y. (2015). PAN electrospun nanofibers reinforced with Ag<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> nanoparticles: highly efficient visible light photocatalyst for photodegradation of organic contaminants in waste water. *Macromolecular Research*, 23(2), 149-155.
19. Şener, S., Gedikoğlu, İ., Bilgin, N., Güngör, H., Üstün, H., (1994). Çeşitli Etkenlerle Kirlenen Sulama Sularının Toprak Özelliklerine ve Bitki Verimine Etkisi, T.C. Başkanlığı Köy Hizmetleri Genel Müdürlüğü APK Daire Başkanlığı, Yayın no: 80, Ankara.
20. Kahvecioğlu Ö., Kartal G., Güven A., ve Timur S., (2004). Metallerin Çevresel Etkileri I. *Metaller Dergisi*, 136, 47-53
21. Wei, W., Bao, P., Yue, H., Liu, S., Wang, L., Li, Y., ve Yang, D. (2018). Visible-light-enabled construction of thiocarbamates from isocyanides, thiols, and water at room temperature. *Organic letters*, 20(17), 5291-5295.
22. Sahmoune, M.N. (2018). Performance of *Streptomyces rimosus* biomass in biosorption of heavy metals from aqueous solutions. *Microchemical Journal*, 141, 87-95.
23. Baccar, R., Blázquez, P., Bouzid, J., Feki, M., ve Sarrà, M. (2010). Equilibrium, thermodynamic and kinetic studies on adsorption of commercial dye by activated carbon derived from olive-waste cakes. *Chemical Engineering Journal*, 165(2), 457-464.
24. Blázquez, G., Martín-Lara, M.A., Tenorio, G., Calero, M. (2011). Batch biosorption of lead (II) from aqueous solutions by olive tree pruning waste: Equilibrium, kinetics and thermodynamic study. *Chemical Engineering Journal*, 168(1), 170-177.

25. Jaramillo, A.C., Cobas, M., Hormaza, A., Sanromán, M. (2017). Degradation of adsorbed azo dye by solid-state fermentation: improvement of culture conditions, a kinetic study, and rotating drum bioreactor performance. *Water, Air, & Soil Pollution*, 228(6), 1-14.
26. Martinez-Juarez, V.M., Cárdenas-González, J.F., Torre-Bouscoulet, M.E., ve Acosta-Rodríguez, I. (2012). Biosorption of mercury (II) from aqueous solutions onto fungal biomass. *Bioinorganic chemistry and applications*, 2012, 56190.
27. Anonim, (2022). Kurşun elementinin özellikleri. <https://bilimenc.tubitak.gov.tr/peri-yodik-tablo/kursun> Erişim tarihi: 15.12.2022
28. WHO (1995). Environmental Health Criteria 165-Inorganic lead, Geneva.
29. Erdem, E. (2014). Doğal adsorban olarak tuf (Doğantarla-Aksaray) ile sulardan ağır metal gideriminin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Aksaray Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
30. Anonim, (2022). Kurşun. <https://tr.wikipedia.org/wiki/Kur%C5%9Fun>. (Erişim Tarihi: 17.05.2022).
31. Siegel, F.R. (2002). Environmental geochemistry of potentially toxic metals (Vol. 32). Berlin: springer.
32. Sevak, P.I., Pushkar, B.K., ve Kapadne, P.N. (2021). Lead pollution and bacterial bioremediation: a review. *Environmental Chemistry Letters*, 19(6), 4463-4488.
33. Fadel, M., Hassanein, N.M., Elshafei, M.M., Mostafa, A.H., Ahmed, M.A., ve Khater, H.M. (2017). Biosorption of manganese from groundwater by biomass of *Saccharomyces cerevisiae*. *Hbrc Journal*, 13(1), 106-113.
34. Preetha, B., ve Viruthagiri, T. (2007). Batch and continuous biosorption of chromium (VI) by *Rhizopus arrhizus*. *Separation and Purification Technology*, 57(1), 126-133.
35. Luo, Q., Feng, B., Liu, Z., Zhou, Q., Zhang, Y., ve Li, N. (2018). Experimental Study on Simultaneous Absorption and Desorption of CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, and NO<sub>x</sub> Using Aqueous N-Methyldiethanolamine and Dimethyl Sulfoxide Solutions. *Energy & fuels*, 32(3), 3647-3659.
36. Ning, R.Y. (2002). Arsenic removal by reverse osmosis. *Desalination*, 143(3), 237-241.
37. Choi, H., Kim, H.S., Yeom, I.T., ve Dionysiou, D.D. (2005). Pilot plant study of an ultrafiltration membrane system for drinking water treatment operated in the feed-and-bleed mode. *Desalination*, 172(3), 281-291.
38. Saltabaş, Ö., Teker, M., Döver, A., ve Atay, E.S. (2012). Removal of Rhodium (III) from Aqueous Solution by Na- and K-Treated Clinoptilolites. *Water, Air, & Soil Pollution*, 223(1), 411-419.

39. Meunier, N., Drogui, P., Montané, C., Hausler, R., Mercier, G., ve Blais, J.F. (2006). Comparison between electrocoagulation and chemical precipitation for metals removal from acidic soil leachate. *Journal of hazardous materials*, 137(1), 581-590.
40. Jüttner, K., Galla, U., ve Schmieder, H. (2000). Electrochemical approaches to environmental problems in the process industry. *Electrochimica Acta*, 45(15-16), 2575-2594.
41. Hamutoğlu, R., Dinçsoy, A.B., Cansaran-Duman, D., ve Aras, S. (2012). Biosorption, adsorption, phytoremediation methods and applications. *Türk Hijyen ve Deneysel Biyoloji Dergisi*, 69(4), 235-253
42. Tamjidi, S., Ameri, A., ve Esmaceli, H. (2023). A review of the application of fungi as an effective and attractive bio-adsorbent for biosorption of heavy metals from wastewater. *Environmental Monitoring and Assessment*, 195(1), 1-18.
43. Rouibah, K., Ferkous, H., Delimi, A., Himeur, T., Benamira, M., Zighed, M., Darwish, A.S., Lemaoui, T., Yadav, K.K., Bhutto, J.K., Ahmad, A., Chairapat, S., ve Benguerba, Y. (2023). Biosorption of zinc (II) from synthetic wastewater by using *Inula Viscosa* leaves as a low-cost biosorbent: Experimental and molecular modeling studies. *Journal of Environmental Management*, 326, 116742.
44. Volesky, B. (2004). Sorption and Biosorption. St. Lambert, Quebec: BV Sorbex. Inc, 103, 28.
45. Negi, A., Joshi, S.K., ve Bhandari, N.S. (2023). Estimation of sorption-desorption characteristics of biosorbent of *Lantana camara* leaves for removal of Pb (II) ions from wastewater. *Environmental Monitoring and Assessment*, 195(1), 1-17.
46. Feng, C., Huang, M., ve Huang, C.P. (2023). Specific chemical adsorption of selected divalent heavy metal ions onto hydrous  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-biochar from dilute aqueous solutions with pH as a master variable. *Chemical Engineering Journal*, 451, 138921.
47. Biswas, A., Chandra, B.P., ve Prathibha, C. (2023). Highly efficient and simultaneous remediation of heavy metal ions (Pb (II), Hg (II), As (V), As (III) and Cr (VI)) from water using Ce intercalated and ceria decorated titanate nanotubes. *Applied Surface Science*, 612, 155841.
48. Bilal, M., Rasheed, T., Sosa-Hernández, J.E., Raza, A., Nabeel, F., ve Iqbal, H.M. (2018). Biosorption: an interplay between marine algae and potentially toxic elements-a review. *Marine drugs*, 16(2), 65.
49. Karabulut, B.Y., ve Atasoy, A.D. (2019). Ağır Metallerin Çeşitli Gözenekli Malzemeler üzerinde adsorpsiyonu. *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 23(2), 427-432.
50. Gaur, N., Kukreja, A., Yadav, M., ve Tiwari, A. (2018). Adsorptive removal of lead and arsenic from aqueous solution using soya bean as a novel biosorbent: equilibrium isotherm and thermal stability studies. *Applied Water Science*, 8(4), 1-12.

51. Macaskie, L.E. (1990). An immobilized cell bioprocess for the removal of heavy metals from aqueous flows. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 49(4), 357-379.
52. Matheickal, J.T., ve Yu, Q. (1999). Biosorption of lead (II) and copper (II) from aqueous solutions by pre-treated biomass of Australian marine algae. *Bioresource technology*, 69(3), 223-229.
53. Fulekar, M.H. (2010). Bioremediation Technology for hazardous wastes-recent advances. *Bioremediation technology*, 135-166.
54. Felician, F.F., Xia, C., Qi, W., ve Xu, H. (2018). Collagen from marine biological sources and medical applications. *Chemistry & biodiversity*, 15(5), e1700557.
55. Eser, B.E., ve Gozde, K.I. (2021). Marine collagen. *Studies in Natural Products Chemistry*, 71, 121-139.
56. Valenzuela-Rojo, D.R., López-Cervantes, J., ve Sánchez-Machado, D.I. (2018). Tilapia (*Oreochromis aureus*) collagen for medical biomaterials. London, UK: IntechOpen.
57. Krishnamoorthi, J., Ramasamy, P., Shanmugam, V., ve Shanmugam, A. (2017). Isolation and partial characterization of collagen from outer skin of *Sepia pharaonis* (Ehrenberg, 1831) from Puducherry coast. *Biochemistry and biophysics reports*, 10, 39-45.
58. Jeevithan, E., Bao, B., Bu, Y., Zhou, Y., Zhao, Q., ve Wu, W. (2014). Type II collagen and gelatin from silvertip shark (*Carcharhinus albimarginatus*) cartilage: Isolation, purification, physicochemical and antioxidant properties. *Marine Drugs*, 12(7), 3852-3873.
59. Wang, C., Brisson, B.K., Terajima, M., Li, Q., Han, B., Goldberg, A.M., Liu, X.S., Marcolongo, M.S., Enomoto-Iwamoto, M., Yamauchi, M., Volk, S.W., ve Han, L. (2020). Type III collagen is a key regulator of the collagen fibrillar structure and biomechanics of articular cartilage and meniscus. *Matrix Biology*, 85, 47-67.
60. Gauza-Włodarczyk, M., Kubisz, L., ve Włodarczyk, D. (2017). Amino acid composition in determination of collagen origin and assessment of physical factors effects. *International journal of biological macromolecules*, 104, 987-991.
61. Gelse, K., Pöschl, E., ve Aigner, T. (2003). Collagens-structure, function, and biosynthesis. *Advanced drug delivery reviews*, 55(12), 1531-1546.
62. Cheah, K.S., Lau, E.T., Au, P.K., ve Tam, P.P. (1991). Expression of the mouse alpha 1 (II) collagen gene is not restricted to cartilage during development. *Development*, 111(4), 945-953.
63. Exposito, J.Y., Cluzel, C., Garrone, R., ve Lethias, C. (2002). Evolution of collagens. *The Anatomical Record: An Official Publication of the American Association of Anatomists*, 268(3), 302-316.

64. Addad, S., Exposito, J.Y., Faye, C., Ricard-Blum, S., ve Lethias, C. (2011). Isolation, characterization and biological evaluation of jellyfish collagen for use in biomedical applications. *Marine drugs*, 9(6), 967-983.
65. Jankangram, W., Chooluck, S., ve Pomthong, B. (2016). Comparison of the properties of collagen extracted from dried jellyfish and dried squid. *African Journal of Biotechnology*, 15(16), 642-648.
66. Martins, E., Fernandes, R., Alves, A.L., Sousa, R.O., Reis, R.L., ve Silva, T.H. (2022). Skin byproducts of *reinhardtius hippoglossoides* (Greenland Halibut) as ecosustainable source of marine collagen. *Applied Sciences*, 12(21), 11282.
67. Uğurlu, E., Duysak, Ö., Saygılı, E.İ., Ugur, S., ve Sayın, S. (2020). Denizel Omurgasız Canlılardan Elde Edilen Kolajenler ve Kullanım Alanları. *Ecological Life Sciences*, 15(1), 24-35.
68. Ardhani, F.A.K., Safithri, M., Tarman, K., ve Setyaningsih, I. (2019). Antioxidant activity of collagen from skin of parang-parang fish (*Chirocentrus dorab*) using DPPH and CUPRAC methods. *In IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 241(1), 012032
69. Liu, S., Lau, C.S., Liang, K., Wen, F., ve Teoh, S.H. (2022). Marine collagen scaffolds in tissue engineering. *Current Opinion in Biotechnology*, 74, 92-103.
70. Di Benedetto, C., Barbaglio, A., Martinello, T., Alongi, V., Fassini, D., Cullorà, E., Patruno, M., Bonasoro, F., Barbosa, M.A., Carnevali, M.D.C., ve Sugni, M. (2014). Production, characterization and biocompatibility of marine collagen matrices from an alternative and sustainable source: the sea urchin *Paracentrotus lividus*. *Marine Drugs*, 12(9), 4912-4933.
71. Ghosh, A., Grosvenor, A.J., ve Dyer, J.M. (2019). Marine Spongia collagens: Protein characterization and evaluation of hydrogel films. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(39), 47996.
72. Leitinger, B., ve Hohenester, E. (2007). Mammalian collagen receptors. *Matrix Biology*, 26(3), 146-155.
73. Oliveira, G.V., Hawkins, H.K., Chinkes, D., Burke, A., Tavares, A.L.P., Ramos-e-Silva, M., Albrecht, T.B., Kitten, G.T., ve Herndon, D.N. (2009). Hypertrophic versus non hypertrophic scars compared by immunohistochemistry and laser confocal microscopy: type I and III collagens. *International wound journal*, 6(6), 445-452.
74. Parenteau-Bareil, R., Gauvin, R., ve Berthod, F. (2010). Collagen-based biomaterials for tissue engineering applications. *Materials*, 3(3), 1863-1887.
75. Sanz-Herrera, J.A., ve Reina-Romo, E. (2011). Cell-biomaterial mechanical interaction in the framework of tissue engineering: insights, computational modeling and perspectives. *International journal of molecular sciences*, 12(11), 8217-8244.



76. Cunniffe, G.M., ve O'Brien, F.J. (2011). Collagen scaffolds for orthopedic regenerative medicine. *Jom*, 63(4), 66-73.
77. Croisier, F., ve Jérôme, C. (2013). Chitosan-based biomaterials for tissue engineering. *European polymer journal*, 49(4), 780-792.
78. Varshosaz, J., Sadrai, H., ve Heidari, A. (2006). Nasal delivery of insulin using bioadhesive chitosan gels. *Drug delivery*, 13(1), 31-38.
79. Jang, M.K., Kong, B.G., Jeong, Y.I., Lee, C.H., ve Nah, J.W. (2004). Physicochemical characterization of  $\alpha$ -chitin,  $\beta$ -chitin, and  $\gamma$ -chitin separated from natural resources. *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 42(14), 3423-3432.
80. Islam, S., Bhuiyan, M.A., ve Islam, M.N. (2017). Chitin and chitosan: structure, properties and applications in biomedical engineering. *Journal of Polymers and the Environment*, 25(3), 854-866.
81. Bal-Ozturk, A., Karal-Yilmaz, O., Akguner, Z.P., Aksu, S., Tas, A., ve Olmez, H. (2019). Sponge-like chitosan-based nanostructured antibacterial material as a topical hemostat. *Journal of Applied Polymer Science*, 136(19), 47522.
82. Behr, M., ve Ganesan, K. (2022). Improving Polysaccharide-Based Chitin/Chitosan-Aerogel Materials by Learning from Genetics and Molecular Biology. *Materials*, 15(3), 1041.
83. Kedir, W.M., Abdi, G.F., Goro, M.M., ve Tolesa, L.D. (2022). Pharmaceutical and drug delivery applications of chitosan biopolymer and its modified nanocomposite: A review. *Heliyon*, e10196.
84. Chopra, L., Thakur, K.K., Chohan, J. S., Sharma, S., Ilyas, R.A., Asyraf, M.R.M., ve Zakaria, S.Z.S. (2022). Comparative Drug Release Investigations for Diclofenac Sodium Drug (DS) by Chitosan-Based Grafted and Crosslinked Copolymers. *Materials*, 15(7), 2404.
85. Jin, E., Wu, M., Wang, S., Qiao, Z., Li, M., ve Linghu, W. (2022). Preparation and Application Performance of Graft-Quaternization Double Modified Chitosan Electrospun Antibacterial Nanofibers. *Materials Today Communications*, 103712.
86. Feng, L., Zhong, K., Zhou, W., Liu, J., Liu, B., Wang, W., ve Zheng, H. (2022). Synthesis of a chitosan-based flocculant CS-gP (AM-IA-AATPAC) and evaluation of its performance on Ni<sup>2+</sup> removal: role of chelating-coordination and flocculation. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 109138.
87. Baharlouei, P. ve Rahman, A. (2022). Chitin and Chitosan: Prospective Biomedical Applications in Drug Delivery, Cancer Treatment, and Wound Healing. *Marine Drugs*, 20(7), 460.
88. Sharifianjazi, F., Khaksar, S., Esmailkhanian, A., Bazli, L., Eskandarinezhad, S., Salahshour, P., Sadeghi, F., Rostamnia, S., ve Vahdat, S.M. (2022). Advancements

- in Fabrication and Application of Chitosan Composites in Implants and Dentistry: A Review. *Biomolecules*, 12(2), 155.
89. Lai, W.F. ve Rogach, A.L. (2017). Hydrogel-Based Materials for Delivery of Herbal Medicines, *ACS Applied Materials and Interfaces*, 9(13), 11309-11320.
  90. Van V.S., Dubruel, P., ve Schacht, E. (2011). Biopolymer-based hydrogels as scaffolds for tissue engineering applications: A review, *Biomacromolecules*, 12(5), 1387–1408
  91. Niaounakis, M. (2015). Definitions of Terms and Types of Biopolymers. In M. Niaounakis (Eds.), *Biopolymers: Applications and trends* (pp.1-90).
  92. Sehgal, R., Mehta, A., ve Gupta, R. (2019). Alginates: General Introduction and Properties. In S. Ahmed (Eds.), *Alginates: applications in the biomedical and food industries* (pp.1-20).
  93. Eslahi, N., Abdorahim, M., ve Simchi, A. (2016). Smart Polymeric Hydrogels for Cartilage Tissue Engineering: A Review on the Chemistry and Biological Functions, *Biomacromolecules*, 17(11), 3441–3463.
  94. Gökbulut, İ. ve Öztürk, F.S. (2018). Gıda Mikrokapsülasyonunda Aljinat Kullanımı. *Batman Üniversitesi Yaşam Bilimleri Dergisi*, 8 (1/2) , 16-28.
  95. Senturk P.T., Lindner, M., Rothkopf, I., Schmid, M. ve Müller, K. (2019). The Development of a Uniform Alginate-Based Coating for Cantaloupe and Strawberries and the Characterization of Water Barrier Properties. *Foods*, 8, 203.
  96. Brownlee, I.A., Seal, C.J., Wilcox, M., Dettmar, P.W. ve Pearson, J.P. (2009). Applications of Alginates in Food. In: B. Rehm (Eds.), *Alginates: 35 Biology and Applications* (vol. 1, pp.211-228).
  97. Oussalah, M., Caillet, S., Salmiéri, S., Saucier, L. ve Lacroix, M. (2006). Antimicrobial effects of alginate-based film containing essential oils for the preservation of whole beef muscle, *Journal of Food Protection*, 69(10), 2364-2369.
  98. Oussalah, M., Caillet, S., Salmiéri, S., Saucier, L., ve Lacroix, M. (2007). Antimicrobial effects of alginate-based films containing essential oils on *Listeria monocytogenes* and *Salmonella typhimurium* present in bologna and ham, *Journal of Food Protection*, 70(4), 901-908.
  99. Kaygusuz, H., Torlak, E., Akın-Evingür, G., Özen, İ., von Klitzing, R., ve Erim, F.B. (2017). Antimicrobial cerium ion-chitosan crosslinked alginate biopolymer films: A novel and potential wound dressing. *International Journal of Biological Macromolecules*, 105, 1161–1165.
  100. Lee, K.Y., ve Mooney, D.J. (2012). Alginate: Properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*, 37(1), 106-126.

101. Kumar Giri, T., Thakur, D., Ajazuddin, Badwaik, H., ve Krishna Tripathi, D. (2012). Alginate based Hydrogel as a Potential Biopolymeric Carrier for Drug Delivery and Cell Delivery Systems: Present Status and Applications. *Current Drug Delivery*, 9(6), 539–555. doi: 10.2174/156720112803529800.
102. Shi, T., Xie, Z., Zhu, Z., Shi, W., Liu, Y., Liu, M., ve Mo, X. (2022). Effective removal of metal ions and cationic dyes from aqueous solution using different hydrazine–dopamine modified sodium alginate. *International Journal of Biological Macromolecules*, 195, 317-328.
103. Deng, A., Wu, S., Hao, J., Pan, H., Li, M., ve Gao, X. (2022). Photocatalytic Removal of Cr (VI) by Thiourea Modified Sodium Alginate/Biochar Composite Gel. *Gels*, 8(5), 293.
104. Wang, B., Wan, Y., Zheng, Y., Lee, X., Liu, T., Yu, Z., Huang, J., Ok, Y.S., Chen, J., ve Gao, B. (2019). Alginate-based composites for environmental applications: a critical review, *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 49(4), 318-356.
105. Kaygusuz, H., Uzaşçı, S., ve Erim, F.B. (2015). Removal of Fluoride from Aqueous Solution Using Aluminum Alginate Beads, *CLEAN - Soil, Air, Water*, 43(5), 724-730.
106. Viscusi, G., Lamberti, E., ve Gorrasi, G. (2022). Design of a hybrid bio-adsorbent based on Sodium Alginate/Halloysite/Hemp hurd for methylene blue dye removal: Kinetic studies and mathematical modeling. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 633, 127925.
107. Balkız, G., Pingo, E., Kahya, N., Kaygusuz, H., ve Erim, F.B. (2018). Graphene Oxide/Alginate Quasi-Cryogels for Removal of Methylene Blue, *Water, Air, Soil Pollution*, 229(4), 1-9.
108. Kadirvelu, K., Thamaraiselvi, K., ve Namasivayam, C. (2001). Removal of heavy metals from industrial wastewaters by adsorption onto activated carbon prepared from an agricultural solid waste. *Bioresource technology*, 76(1), 63-65.
109. Jeon, C., Nah, I.W., ve Hwang, K.Y. (2007). Adsorption of heavy metals using magnetically modified alginic acid. *Hydrometallurgy*, 86(3-4), 140-146.
110. Pandey, A., Bera, D., Shukla, A., ve Ray, L. (2007). Studies on Cr (VI), Pb (II) and Cu (II) adsorption-desorption using calcium alginate as biopolymer. *Chemical Speciation & Bioavailability*, 19(1), 17-24.
111. Dahiya, S., Tripathi, R.M., ve Hegde, A.G. (2008). Biosorption of heavy metals and radionuclide from aqueous solutions by pre-treated arca shell biomass. *Journal of Hazardous Materials*, 150(2), 376-386.
112. Shawky, H.A. (2011). Improvement of water quality using alginate/montmorillonite composite beads. *Journal of Applied Polymer Science*, 119(4), 2371-2378.

113. Idris, A., Ismail, N.S.M., Hassan, N., Misran, E., ve Ngomsik, A.F. (2012). Synthesis of magnetic alginate beads based on maghemite nanoparticles for Pb (II) removal in aqueous solution. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 18(5), 1582-1589.
114. Kim, K.H., Keller, A.A., ve Yang, J.K. (2013). Removal of heavy metals from aqueous solution using a novel composite of recycled materials. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 425, 6-14.
115. Liu, B., Lv, X., Meng, X., Yu, G., ve Wang, D. (2013). Removal of Pb (II) from aqueous solution using dithiocarbamate modified chitosan beads with Pb (II) as imprinted ions. *Chemical engineering journal*, 220, 412-419.
116. Kurdtabar, M., Peyvand Kermani, Z., ve Bagheri Marandi, G. (2015). Synthesis and characterization of collagen-based hydrogel nanocomposites for adsorption of Cd<sup>2+</sup>, Pb<sup>2+</sup>, methylene green and crystal violet. *Iranian Polymer Journal*, 24(9), 791-803.
117. Chiew, C.S.C., Yeoh, H.K., Pasbakhsh, P., Krishnaiah, K., Poh, P.E., Tey, B.T., ve Chan, E.S. (2016). Halloysite/alginate nanocomposite beads: Kinetics, equilibrium and mechanism for lead adsorption. *Applied Clay Science*, 119, 301-310.
118. Nastaj, J., Przewłocka, A., ve Rajkowska-Myśliwiec, M. (2016). Biosorption of Ni (II), Pb (II) and Zn (II) on calcium alginate beads: equilibrium, kinetic and mechanism studies. *Polish Journal of Chemical Technology*, 18(3), 81-87.
119. Verma, R., Asthana, A., Singh, A.K., Prasad, S., ve Susan, M.A.B.H. (2017). Novel glycine-functionalized magnetic nanoparticles entrapped calcium alginate beads for effective removal of lead. *Microchemical Journal*, 130, 168-178.
120. Ranjbar, E., Ghiassi, R., ve Akbary, Z. (2017). Lead removal from groundwater by granular mixtures of pumice, perlite and lime using permeable reactive barriers. *Water and Environment Journal*, 31(1), 39-46.
121. Nazir, H., Salman, M., Athar, M., Farooq, U., Wahab, A., ve Akram, M. (2019). Citric acid functionalized Bougainvillea spectabilis: a novel, sustainable, and cost-effective biosorbent for removal of heavy metal (Pb<sup>2+</sup>) from waste water. *Water, Air, & Soil Pollution*, 230(12), 1-16.
122. Liu, G., Zhang, W., ve Luo, R. (2019). Synthesis, characterization of amino-modified walnut shell and adsorption for Pb (II) ions from aqueous solution. *Polymer Bulletin*, 76(3), 1099-1114.
123. Tangtubtim, S., ve Saikrasun, S. (2019). Effective removals of copper (II) and lead (II) cations from aqueous solutions by polyethyleneimine-immobilized pineapple fiber. *Bioresource Technology Reports*, 7, 100188.
124. Santos, P.F., Neris, J.B., Luzardo, F.H.M., Velasco, F.G., Tokumoto, M.S., ve da Cruz, R.S. (2019). Chemical modification of four lignocellulosic materials to improve the Pb<sup>2+</sup> and Ni<sup>2+</sup> ions adsorption in aqueous solutions. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(5), 103363.

125. Varaprasad, K., Nùñez, D., Ide, W., Jayaramudu, T., ve Sadiku, E.R. (2020). Development of high alginate comprised hydrogels for removal of Pb (II) ions. *Journal of Molecular Liquids*, 298, 112087.
126. Shen, W., An, Q.D., Xiao, Z.Y., Zhai, S.R., Hao, J.A., ve Tong, Y. (2020). Alginate modified graphitic carbon nitride composite hydrogels for efficient removal of Pb (II), Ni (II) and Cu (II) from water. *International journal of biological macromolecules*, 148, 1298-1306.
127. Claudio-Rizo, J.A., Burciaga-Montemayor, N.G., Cano-Salazar, L.F., Flores-Guía, T.E., Cabrera-Munguía, D.A., Herrera-Guerrero, A., ve Soriano-Corral, F. (2020). Novel collagen-chitosan based hydrogels reinforced with manganite as potential adsorbents of Pb<sup>2+</sup> ions. *Journal of Polymers and the Environment*, 28(11), 2864-2879.
128. Reyes-Ruiz I.D., Cesar E.C.C., Jesús A.C.R., Tirso E.F., Denis A.C.M., Lucía F.C.S., ve Juan, J.B.R. (2020). Evaluation of Collagen-Polyurethane-Chitosan Hydrogels for Lead Ions Removal from Water. *Mediterranean Journal of Basic and Applied Sciences (MJBAS)*, 4(2), 93-104.
129. Zhao, C., Hu, L., Zhang, C., Wang, S., Wang, X., ve Huo, Z. (2021). Preparation of biochar-interpenetrated iron-alginate hydrogel as a pH-independent sorbent for removal of Cr (VI) and Pb (II). *Environmental Pollution*, 287, 117303.
130. Cheng, S., Zhao, S., Guo, H., Xing, B., Liu, Y., Zhang, C., ve Ma, M. (2022). High-efficiency removal of lead/cadmium from wastewater by MgO modified biochar derived from crofton weed. *Bioresource Technology*, 343, 126081.
131. Jayalakshmi, R., Jeyanthi, J., ve Sidhaarth, K.A. (2022). Versatile application of cobalt ferrite nanoparticles for the removal of heavy metals and dyes from aqueous solution. *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, 17, 100659.
132. Shen, J., Xu, X., Ouyang, X.K., ve Jin, M.C. (2022). Adsorption of Pb (II) from aqueous solutions using nanocrystalline cellulose/sodium alginate/k-carrageenan composite hydrogel beads. *Journal of Polymers and the Environment*, 30(5), 1995-2006.
133. Lessios, H.A., Kessing, B.D., ve Pearse, J.S. (2001). Population structure and speciation in tropical seas: global phylogeography of the sea urchin *Diadema*. *Evolution*, 55(5), 955-975.
134. Yokes, B., ve Galil, B.S. (2006). The first record of the needle-spined urchin *Diadema setosum* (Leske, 1778) (Echinodermata: Echinoidea: Diadematidae) from the Mediterranean Sea. *Aquatic Invasions*, 1(3), 188-190.
135. Ebert, T.A. (1981). Estimating mortality from growth parameters and a size distribution when recruitment is periodic. *Limnology and Oceanography*, 26, 764-769.

136. Clark, H.L. (1925). A catalogue of the recent sea-urchins (Echinoidea) in the collection of the British Museum (Natural History) (No. na). Order of the Trustees of the British Museum.
137. Marinho-Soriano, E., Fonseca, P.C., Carneiro, M.A.A., ve Moreira, W.S.C. (2006). Seasonal variation in the chemical composition of two tropical seaweeds. *Bioresource Technology*, 97: 2402–2406.
138. Barbarino, E., ve Louren, S.O. (2005). An evaluation of methods for extraction and quantification of protein from marine macro- and microalgae. *Journal of Applied Phycology*, 17, 447-460.
139. Dietrich, C.P., Farias, G.G., de Abreu, L.R., Leite, E.L., da Silva, L.F., ve Nader, H.B. (1995). A new approach for the characterization of polysaccharides from algae: presence of four main acidic polysaccharides in three species of the class Phaeophyceae. *Plant Science*, 108(2), 143-153.
140. Ye, H., Zhou, C., Sun, Y., Zhang, X., Liu, J., Hu, Q., ve Zeng, X. (2009). Antioxidant activities in vitro of ethanol extract from brown seaweed *Sargassum pallidum*. *European Food Research Technology*, 230, 101- 109.
141. Le Cren, E.D. (1951). The length-weight relationship and seasonal cycle in gonad weight and condition in the perch (*Perca fluviatilis*). *The Journal of Animal Ecology*, 201-219.
142. Rahman, M.A., Amin, S.M.N., Yusoff, F.M., Arshad, A., Kuppan, P., ve Nor Shamsudin, M. (2012). Length weight relationships and fecundity estimates of long-spined sea urchin, *Diadema setosum*, from the Pulau Pangkor, Peninsular Malaysia. *Aquatic Ecosystem Health & Management*, 15(3), 311-315.
143. Conor, J.J. (1972). Gonad growth in the sea urchin, *Strongylocentrotus purpuratus* (Stimpson)(Echinodermata: Echinoidea) and the assumptions of gonad index methods. *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*, 10(2), 89-103.
144. Agatsuma, Y. (1998). Aquaculture of the sea urchin (*Strongylocentrotus nudus*) transplanted from coralline flats in Hokkaido, Japan. *Journal of Shellfish Research*, 17(5), 1541-1547.
145. AOAC, (2000). Official Methods of Analysis. 17th Edition Vol II. Assoc. Off. Anal. Chem., Wash. D.C., USA
146. Bligh, E.G., ve Dyer, W.J. (1959). A rapid method for total lipid extraction and purification. *Canadian Journal Biochemistry and Physiology*, 37, 911-917.
147. Dimova, N. (2003). RP-HPLC analysis of amino acids with UV-detection. *Comptes rendus de l'Académie bulgare des Sciences*, 56(12), 12-75. 2003CRABS..56l..75D
148. PITC (1999). Instructions, Phenylisothiocyanate 26922, Pierce Chemical Company, 6/1999, U.S.A.

149. Gharagheshlagh, S.N., Fatemi, M.J., Jamili, S., Sharifi, A.M., ve Nourani, M.R. (2020). Isolation and characterization of acid-soluble collagen from the skin of *Rutilus Frisii Kutum* (Kamensky) of the Caspian Sea. *Iranian Journal of Fisheries Sciences*, 19(2), 768-779.
150. Sivakumar, P., ve Chandrakasan, G. (1998). Occurrence of a novel collagen with three distinct chains in the cranial cartilage of the squid *Sepia officinalis*: comparison with shark cartilage collagen. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-General Subjects*, 1381(2), 161-169.
151. Laemmli, U. K. (1970). SDS-page Laemmli method. *Nature*, 227, 680-685.
152. Puvvada, Y.S., Vankayalapati, S., ve Sukhavasi, S. (2012). Extraction of chitin from chitosan from exoskeleton of shrimp for application in the pharmaceutical industry. *International Current Pharmaceutical Journal*, 1(9), 258-263.
153. Brugnerotto, J., Lizardi, J., Goycoolea, F.M., Argüelles-Monal, W., Desbrieres, J., ve Rinaudo, M. (2001). An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. *Polymer*, 42(8), 3569-3580.
154. Yen, M.T., Yang, J.H., ve Mau, J.L. (2009). Physicochemical characterization of chitin and chitosan from crab shells. *Carbohydrate polymers*, 75(1), 15-21.
155. Yuan, Y., Chesnutt, B.M., Haggard, W.O., ve Bumgardner, J.D. (2011). Deacetylation of chitosan: Material characterization and in vitro evaluation via albumin adsorption and pre-osteoblastic cell cultures. *Materials*, 4(8), 1399-1416.
156. Mian, A.J., ve Percival, E. (1973). Carbohydrates of the brown seaweeds *himanthalia lorea*, *bifurcaria bifurcata*, and *Padina pavonia*: Part I. extraction and fractionation. *Carbohydrate Research*, 26(1), 133-146.
157. Chee, S.Y., Wong, P.K., ve Wong, C.L. (2011). Extraction and characterisation of alginate from brown seaweeds (Fucales, Phaeophyceae) collected from Port Dickson, Peninsular Malaysia. *Journal of Applied Phycology*, 23(2), 191-196.
158. Nurilmala, M., Pertiwi, R.M., Nurhayati, T., Fauzi, S., Batubara, I., ve Ochiai Y (2019). Characterization of collagen and its hydrolysate from yellowfin tuna *Thunnus albacares* skin and their potencies as antioxidant and antiglycation agents. *Fisheries Science*, 85(3), 591-599.
159. Jamilah, B., Hartina, M.U., Hashim, D.M., ve Sazili, A.Q. (2013). Properties of collagen from barramundi (*Lates calcarifer*) skin. *International Food Research Journal*, 20(2), 835-842.
160. Wu, J., Kong, L., Zhang, J., ve Chen, W. (2019). Extraction and properties of acid-soluble collagen and pepsin-soluble collagen from silver carp (*Hypophthalmichthys molitrix*) scales: Prerequisite information for fishery processing waste reuse. *Polish Journal of Environmental Studies*, 28(4), 2923-2930.

161. Kittiphattanabawon, P., Benjakul, S., Visessanguan, W., Nagai, T., & Tanaka, M. (2005). Characterisation of acid-soluble collagen from skin and bone of bigeye snapper (*Priacanthus tayenus*). *Food chemistry*, 89(3), 363-372.
162. Hossain, M.S., ve Iqbal, A. (2014). Production and characterization of chitosan from shrimp waste. *Journal of the Bangladesh Agricultural University*, 12(1), 153-160.
163. Dutta, P.K., Dutta, J., ve Tripathi, V.S. (2004). Chitin and chitosan: Chemistry, properties and applications.
164. Liu, W. G., ve De Yao, K. (2002). Chitosan and its derivatives-a promising non-viral vector for gene transfection. *Journal of controlled release*, 83(1), 1-11.
165. Haşimi, D.Ü. (2006). Metallerin Aljinat Bilyelerine Adsorplanma Mekanizmasının ve Kinetiğinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü ve Fen Bilimleri Enstitüsü Çevre Mühendisliği Ana Bilim Dalı.
166. Smith, A.B., ve Kroh, A. (2000). The echinoid directory (pp. 181-194). Natural History Museum.
167. De Zoysa, H.K.S., Jinadasa, B.K.K.K., Edirisinghe, E.M.R.K., ve Jayasinghe, G.D.T.M. (2017). Length-weight relationship of black sea urchin (*Stomopneustes variolaris*) in Sri Lanka. *International Journal of Aquatic Biology*, 5(6), 408-412.
168. Sellem, F., ve Bouhaouala-Zahar, B. (2021). Biometric characteristics of the wild population of sea urchin *Paracentrotus lividus* (Lamarck, 1816) on the Tunisian coast. *Thalassas: An International Journal of Marine Sciences*, 37(2), 659-669.
169. Lök, A., ve Köse, A. (2006). Urla-İskele'den Toplanan Deniz Kestanelerinin (*Paracentrotus lividus* *Arbacia lixula*) Gonadosomatik İndeks Değişimi. *Su Ürünleri Dergisi*, 23(1), 7-11.
170. Siddique, S., ve Ayub, Z. (2016). Length-weight relationships and condition factor of the sea urchin *Echinometra mathaei* (Echinoidea: Echinodermata) on Buleji rocky shore of Karachi, Pakistan. *Pakistan Journal of Marine Sciences*, 1(2), 161-171.
171. Simsek, E., Demirci, A., Demirci, S., Akar, Ö., Bayraktar, O. (2018). Some Biological Parameters of Long-spined Sea urchin *Diadema setosum* (Leske, 1778) in Iskenderun Bay. 1082. International Ecology Symposium, (Poster Presentation), 19-23 Kastamonu, Turkey.
172. Tomšić, S., Conides, A., Dupčić Radić, I., ve Glamuzina, B. (2010). Growth, size class frequency and reproduction of purple sea urchin, *Paracentrotus lividus* (Lamarck, 1816) in Bistrina Bay (Adriatic Sea, Croatia). *Acta Adriatica: International Journal of Marine Sciences*, 51(1), 67-77.
173. Rahman, M.A., Yusoff, F.M., Arshad, A., Amin, S.M.N., ve Mariana, N.S. (2013). Population characteristics and fecundity estimates of short-spined white sea urchin, *Salmacis sphaeroides* (Linnaeus, 1758) from the coastal waters of Johor, Malaysia. *Asian Journal of Animal and Veterinary Advances*, 8(2), 301-308.



174. Ballesteros, E. (1981). Algunos datos biométricos de *Paracentrotus lividus* (Lmk.), *Arbacia lixula* (L.) y *Sphaerechinus granularis* (Lmk.)(Echinodermata, Echinoidea). *Oecologia aquatica*, 5(5), 227-231.
175. Küçükdermenci, A., ve Lök, A. (2016). Muğla-Ören Mevkii'nden toplanan denizkestanelerinin (*Arbacia lixula*) gonadosomatik ve vücut indeks değişiminde farklı metotların uygulanması Different methods practices on cycles of gonadosomatic and body indices of sea urchin (*Arbacia lixula*) from Muğla-Ören Site. *Ege Journal of Fisheries and Aquatic Sciences*, 33(4), 355-360.
176. Vafidis, D., Antoniadou, C., ve Ioannidi, V. (2020). Population density, size structure, and reproductive cycle of the comestible sea urchin *Sphaerechinus granularis* (Echinodermata: Echinoidea) in the Pagasitikos Gulf (Aegean Sea). *Animals*, 10(9), 1506.
177. Shpigel, M., McBride, S.C., Marciano, S., ve Lupatsch, I. (2004). The effect of photoperiod and temperature on the reproduction of European sea urchin *Paracentrotus lividus*. *Aquaculture*, 232(1-4), 343-355.
178. Arafa, S., Chouaibi, M., Sadok, S., & El Abed, A. (2012). The influence of season on the gonad index and biochemical composition of the sea urchin *Paracentrotus lividus* from the Gulf of Tunis. *The Scientific World Journal*, 2012, 8.
179. Kaneko, K., Matsumoto, H., Shirai, T., Kamei, M., Okazaki, E., ve Osako, K. (2012). Seasonal variations in free amino acid composition and taste aspects of black sea urchin, *Diadema setosum*, gonad. *Food Science and Technology Research*, 18(6), 835-842.
180. Sulaiman, A.W., ve Sarbon, N.M. (2020). Characterization of acid soluble collagen (ASC) and pepsin soluble collagen (PSC) extracted from shortfin scad (*Decapterus macrosoma*) waste. *Food Research*, 4(6), 2272-2280.
181. Li, P.H., Lu, W.C., Chan, Y.J., Ko, W.C., Jung, C.C., Le, T.D., ve Ji, Y.X. (2020). Extraction and characterization of collagen from sea cucumber (*Holothuria cinerascens*) and its potential application in moisturizing cosmetics. *Aquaculture* 515, 734590.
182. Özgün, S., ve Turan, F. (2015). Biochemical composition of some brown algae from İskenderun Bay, The Northeastern Mediterranean coast of Turkey. *Journal of the Black Sea / Mediterranean Environment*, 2, 125-134.
183. Aras, A. (2020). Denizel Makroalg, *Ulva İntestinalis* (Chlorophyta), *Ellisolandia Elongata* (Rhodophyta), *Dictyota Dichotoma* ve *Sargassum Vulgare* (Pheophyta)'nin Lipit İçeriği ve Antimikrobiyal Etkilerinin Belirlenmesi. İskenderun Teknik Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi. 58.
184. Gómez-Guillén, M.C., Turnay, J., Fernández-Díaz, M.D., Ulmo, N., Lizarbe, M.A., ve Montero, P. (2002). Structural and physical properties of gelatin extracted from different marine species: a comparative study. *Food Hydrocolloids*, 16(1), 25-34.

185. Hashim, P., Ridzwan, M.M., Bakar, J., ve Hashim, M.D. (2015). Collagen in food and beverage industries. *International Food Research Journal*, 22(1), 1.
186. Matmaroh, K., Benjakul, S., Prodpran, T., Encarnacion, A.B., ve Kishimura, H. (2011). Characteristics of acid soluble collagen and pepsin soluble collagen from scale of spotted golden goatfish (*Parupeneus heptacanthus*). *Food chemistry*, 129(3), 1179-1186.
187. Veeruraj, A., Arumugam, M., ve Balasubramanian, T. (2013). Isolation and characterization of thermostable collagen from the marine eel-fish (*Evenchelys macrura*). *Process Biochemistry*, 48(10), 1592-1602.
188. Kozłowska, J., Sionkowska, A., Skopinska-Wisniewska, J., ve Piechowicz, K. (2015). Northern pike (*Esox lucius*) collagen: Extraction, characterization and potential application. *International Journal of Biological Macromolecules*, 81, 220-227.
189. Jimenez, S., Harsch, M., ve Rosenbloom, J. (1973). Hydroxyproline stabilizes the triple helix of chick tendon collagen. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 52(1), 106-114.
190. Iswariya, S., Velswamy, P., ve Uma, T.S. (2018). Isolation and characterization of biocompatible collagen from the skin of puffer fish (*Lagocephalus inermis*). *Journal of Polymers and the Environment*, 26(5), 2086-2095.
191. Senaratne, L.S., Park, P.J., ve Kim, S.K. (2006). Isolation and characterization of collagen from brown backed toadfish (*Lagocephalus gloveri*) skin. *Bioresource technology*, 97(2), 191-197.
192. Barzideh, Z., Latiff, A.A., Gan, C.Y., ve Benjakul, S. (2014). Karim AA. Isolation and characterisation of collagen from the ribbon jellyfish (*C hrysaora* sp.). *International Journal of Food Science & Technology* 49(6), 1490-1499.
193. Omura, Y., Urano, N., ve Kimura, S. (1996). Occurrence of fibrillar collagen with structure of  $(\alpha 1) 2\alpha 2$  in the test of sea urchin *Asthenosoma ijimai*. *Comparative Biochemistry and Physiology B*, 115(1), 63-68.
194. Ahmad, M., ve Benjakul, S. (2010). Extraction and characterisation of pepsin-solubilised collagen from the skin of unicorn leatherjacket (*Aluterus monoceros*). *Food Chemistry*, 120(3), 817-824.
195. Ali, A.M.M., Benjakul, S., Prodpran, T., ve Kishimura, H. (2018). Extraction and characterisation of collagen from the skin of golden carp (*Probarbus jullieni*), a processing by-product. *Waste Biomass Valorization* 9(5), 783-791.
196. Muthumari, K., Anand. M., ve Maruthupandy, M. (2016). Collagen extract from marine finfish scales as a potential mosquito larvicide. *Protein Journals*, 35(6), 391-400.

197. Nurubhasha, R., Kumar, N.S., Thirumalasetti, S.K., Simhachalam, G., ve Dirisala, V.R. (2019). Extraction and characterization of collagen from the skin of *Pterygoplichthys pardalis* and its potential application in food industries. *Food Science and Biotechnology*, 28(6), 1811-1817.
198. Nagai, T., ve Suzuki, N. (2000). Partial characterization of collagen from purple sea urchin (*Anthocidaris crassispina*) test. *International Journal of Food Science & Technology*, 35(5), 497-501.
199. Shimizu, K., Amemiya, S., ve Yoshizato, K. (1990). Biochemical and immunological characterization of collagen molecules from echinothurioid sea urchin *Asthenosoma ijimai*. *Biochimica et Biophysica Acta (BBA) - Protein Structure and Molecular Enzymology*, 1038(1), 39-46.
200. Trotter, J.A., ve Koob, T.J. (1994). Biochemical characterization of fibrillar collagen from the mutable spine ligament of the sea-urchin *Eucidaris tribuloides*. *Comparative Biochemistry and Physiology B*, 107(1), 125-134.
201. Liu, T., Xu, J., Chan, B.P., ve Chew, S.Y. (2012). Sustained release of neurotrophin-3 and chondroitinase ABC from electrospun collagen nanofiber scaffold for spinal cord injury repair. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 100(1), 236-242.
202. Zhang, Q., Lu, H., Kawazoe, N., ve Chen, G. (2014). Pore size effect of collagen scaffolds on cartilage regeneration. *Acta biomaterialia*, 10(5), 2005-2013.
203. Asaduzzaman, A.K.M., Getachew, A.T., Cho, Y.J., Park, J.S., Haq, M., ve Chun, B.S. (2020). Characterization of pepsin-solubilised collagen recovered from mackerel (*Scomber japonicus*) bone and skin using subcritical water hydrolysis. *International Journal of Biological Macromolecules*, 148, 1290-1297.
204. Muyonga, J.H., Cole, C.G.B., ve Duodu, K.G. (2004). Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopic study of acid soluble collagen and gelatin from skins and bones of young and adult Nile perch (*Lates niloticus*). *Food chemistry*, 86(3), 325-332.
205. Payne, K.J., ve Veis, A. (1988). Fourier transform IR spectroscopy of collagen and gelatin solutions: deconvolution of the amide I band for conformational studies. *Biopolymers: Original Research on Biomolecules*, 27(11), 1749-1760.
206. Li, H., Liu, B.L., Gao, L Z., ve Chen, H.L. (2004). Studies on bullfrog skin collagen. *Food chemistry*, 84(1), 65-69.
207. Fernandez-Kim SO (2004) Physicochemical and functional properties of crawfish chitosan as affected by different processing protocols. Master Thesis, Faculty of the Louisiana State University, Agricultural and Mechanical College, Food Science, Seoul National University, 99.
208. Tolaimate, A., Desbrieres, J., Rhazi, M., ve Alagui, A. (2003). Contribution to the preparation of chitins and chitosans with controlled physico-chemical properties. *Polymer*, 44(26), 7939-7952.

209. Chandumpai, A., Singhpibulporn, N., Faroongsarng, D., ve Sornprasit, P. (2004). Preparation and physico-chemical characterization of chitin and chitosan from the pens of the squid species, *Loligo lessoniana* and *Loligo formosana*. *Carbohydrate Polymers*, 58(4), 467-474.
210. Al Sagheer, F.A., Al-Sughayer, M.A., Muslim, S., ve Elsabee, M.Z. (2009). Extraction and characterization of chitin and chitosan from marine sources in Arabian Gulf. *Carbohydrate Polymers*, 77(2), 410-419.
211. Divya, K., Rebello, S., ve Jisha, M.S. (2014) A simple and effective method for extraction of high purity chitosan from shrimp shell waste. In: *Proc Int Conf Advances In Applied Science and Environmental Engineering - ASEE*, 141-145. <https://doi.org/10.15224/978-1-63248-004-0-93>
212. Hajji, S., Younes, I., Ghorbel-Bellaaj, O., Hajji, R., Rinaudo, M., Nasri, M., ve Jellouli, K. (2014). Structural differences between chitin and chitosan extracted from three different marine sources. *International Journal of Biological Macromolecules*, 65, 298-306.
213. Hamdi, M., Hajji, S., Affes, S., Taktak, W., Maâlej, H., Nasri, M., ve Nasri, R. (2018). Development of a controlled bioconversion process for the recovery of chitosan from blue crab (*Portunus segnis*) exoskeleton. *Food Hydrocolloids*, 77, 534-548.
214. Baron, R.D., Pérez, L.L., Salcedo, J.M., Córdoba, L.P., ve do Amaral Sobral, P.J. (2017). Production and characterization of films based on blends of chitosan from blue crab (*Callinectes sapidus*) waste and pectin from Orange (*Citrus sinensis* Osbeck) peel. *International Journal of Biological Macromolecules*, 98, 676-683.
215. Bölgen, N., Demir, D., Öfkeli, F., ve Ceylan, S. (2016). Extraction and characterization of chitin and chitosan from blue crab and synthesis of chitosan cryogel scaffolds. *Journal of the Turkish Chemical Society Section A: Chemistry*, 3(3), 131-144.
216. Nessa, F., Masum, S.M., Asaduzzaman, M., Roy, S.K., Hossain, M.M., ve Jahan, M.S. (2010). A process for the preparation of chitin and chitosan from prawn shell waste. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 45(4), 323-330.
217. No, H.K., ve Meyers, S.P. (1995). Preparation and characterization of chitin and chitosan-a review. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 4(2), 27-52.
218. Kumari, S., Annamareddy, S.H.K., Abanti, S., ve Rath, P.K. (2017). Physicochemical properties and characterization of chitosan synthesized from fish scales, crab and shrimp shells. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 1697-1705.
219. Kaya, M., Cakmak, Y.S., Baran, T., Asan-Ozusaglam, M., Menten, A., ve Tozak, K.O. (2014). New chitin, chitosan, and O-carboxymethyl chitosan sources from resting eggs of *Daphnia longispina* (Crustacea); with physicochemical

- characterization, and antimicrobial and antioxidant activities. *Biotechnology and Bioprocess Engineering*, 19(1), 58-69.
220. Varun, T.K., Senani, S., Kumar, N., Gautam, M., Gupta, R., ve Gupta, M. (2017). Extraction and characterization of chitin, chitosan and chitooligosaccharides from crab shell waste. *Indian Journal of Animal Research*, 51(6), 1066-1072.
221. Ibitoye, E.B., Lokman, I.H., Hezmee, M.N.M., Goh, Y.M., Zuki, A.B.Z., ve Jimoh, A.A. (2018). Extraction and physicochemical characterization of chitin and chitosan isolated from house cricket. *Biomedical Materials*, 13(2), 025009.
222. Zaghib, I., Arafa, S., ve Hassouna, M. (2022). Biological, Functional and Physicochemical Characterization of Chitosan Extracted from Blue Crab (*Portunus segnis*) Shell Waste by Chemical Method. *American Academic Scientific Research Journal for Engineering, Technology, and Sciences*, 85(1), 100-115.
223. Kumari, S., Rath, P., ve Kumar, A.S.H. (2016). Chitosan from shrimp shell (*Crangon crangon*) and fish scales (*Labeorohita*): Extraction and characterization Suneeta. *African Journal of Biotechnology*, 15(24), 1258-1268.
224. Mazumder, A., Holdt, S.L., De Francisci, D., Alvarado-Morales, M., Mishra, H.N., ve Angelidaki, I. (2016). Extraction of alginate from *Sargassum muticum*: process optimization and study of its functional activities. *Journal of Applied Phycology*, 28(6), 3625-3634.
225. Mohammed, A., Bissoon, R., Bajnath, E., Mohammed, K., Lee, T., Bissram, M., Jhon, N., Jalsa, N.K., Lee, K.Y., ve Ward, K. (2018). Multistage extraction and purification of waste *Sargassum natans* to produce sodium alginate: An optimization approach. *Carbohydrate Polymers*, 198, 109-118.
226. Mohammed, A., Rivers, A., Stuckey, D.C., ve Ward, K. (2020). Alginate extraction from *Sargassum* seaweed in the Caribbean region: Optimization using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers*, 245, 116419.
227. Costa, C.S., Cardoso, S.L., Nishikawa, E., Vieira, M.G., ve da Silva, M.G. (2016). Characterization of the residue from double alginate extraction from *Sargassum filipendula* seaweed. *Chemical Engineering Transactions*, 52, 133-138.
228. Helmiyati ve Aprilliza, M. (2017). Characterization and properties of sodium alginate from brown algae used as an ecofriendly superabsorbent. *In IOP conference series: Materials Science and Engineering*, 188(1), 012019.
229. Fertah, M., Belfkira, A., Taourirte, M., ve Brouillette, F. (2017). Extraction and characterization of sodium alginate from Moroccan *Laminaria digitata* brown seaweed. *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S3707-S3714.
230. Putra, W.P., Kamari, A., Yusoff, S.N.M., Ishak, C.F., Mohamed, A., Hashim, N., ve Isa, I.M. (2014). Biosorption of Cu (II), Pb (II) and Zn (II) ions from aqueous solutions using selected waste materials: Adsorption and characterisation studies. *Journal of Encapsulation and Adsorption Sciences*, 4(1), 25-35.

231. Gupta, V.K., Ganjali, M.R., Nayak, A., Bhushan, B., ve Agarwal, S. (2012). Enhanced heavy metals removal and recovery by mesoporous adsorbent prepared from waste rubber tire. *Chemical Engineering Journal*, 197, 330-342.
232. Shi, T., Xie, Z., Zhu, Z., Shi, W., Liu, Y., Liu, M., Mo, X., (2022). Effective removal of metal ions and cationic dyes from aqueous solution using different hydrazine–dopamine modified sodium alginate. *International Journal of Biological Macromolecules* 195, 317–328.
233. Li, H., Jin, R., Hu, H., Kianpoor Kalkhajeh, Y., Zhao, Y., Gao, Y., ve Zhang, B. (2021). Adsorption of As (III), Pb (II), and Zn (II) from Wastewater by Sodium Alginate Modified Materials. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 7527848. <https://doi.org/10.1155/2021/7527848>
234. Güneş, S. (2018). Artık materyal kullanılarak adsorpsiyon yöntemi ile atıksulardan kurşun giderimi. Yüksek Lisans Tezi Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı, 89.
235. Soltani, R.D.C., Khorramabadi, G.S., Khataee, A.R., ve Jorfi, S. (2014). Silica nanopowders/alginate composite for adsorption of lead (II) ions in aqueous solutions. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45(3), 973-980.
236. Zhang, M., Ding, C., Chen, L., ve Huang, L. (2015). Preparation of tannin-immobilized collagen/cellulose bead for Pb (II) adsorption in aqueous solutions. *BioResources*, 10(1), 1773-1789.
237. Zheng, W., Zhao, Q., Malkmes, M.J., Gao, G., He, J., Zheng, L., ve Jiang, L. (2022). Biosorption of lead ions from aqueous solution by *Clostridium tyrobutyricum* immobilized in macroporous Ca-alginate-lignin beads. *Journal of Applied Microbiology*, 132(3), 2080-2092.
238. Abdel-Ghani, N. T., Hefny, M., ve El-Chaghaby, G. A. (2007). Removal of lead from aqueous solution using low cost abundantly available adsorbents. *International Journal of Environmental Science & Technology*, 4(1), 67-73.
239. Abdelwahab, M.S., El Halfawy, N.M., ve El-Naggar, M.Y. (2022). Lead adsorption and antibacterial activity using modified magnetic biochar/sodium alginate nanocomposite. *International Journal of Biological Macromolecules*, 206, 730-739.
240. Goher, M.E., AM, A.E.M., Abdel-Satar, A.M., Ali, M.H., Hussian, A.E., ve Napiórkowska-Krzebietke, A. (2016). Biosorption of some toxic metals from aqueous solution using non-living algal cells of *Chlorella vulgaris*. *Journal of Elementology*, 21(3).
241. Vijayalakshmi, K., Devi, B.M., Latha, S., Gomathi, T., Sudha, P.N., Venkatesan, J., ve Anil, S. (2017). Batch adsorption and desorption studies on the removal of lead (II) from aqueous solution using nanochitosan/sodium alginate/microcrystalline cellulose beads. *International Journal of Biological Macromolecules*, 104, 1483-1494.

242. Al Mosawi, Z.H.A., Ajanabi, A.O.H., ve Al Mamoori, A.M.J. (2022). Immobilize Algae To Removal Copper And Lead From Aquatic Ecosystem. *Nveo-Natural Volatiles & Essential Oils Journal NVEO*, 850-860.
243. Ozsoy, H.D., Kumbur, H., Saha, B., ve Van Leeuwen, J.H. (2008). Use of Rhizopus oligosporus produced from food processing wastewater as a biosorbent for Cu (II) ions removal from the aqueous solutions. *Bioresource technology*, 99(11), 4943-4948.
244. Bertagnolli, C., da Silva, M.G.C., ve Guibal, E. (2014). Chromium biosorption using the residue of alginate extraction from Sargassum filipendula. *Chemical Engineering Journal*, 237, 362-371.



## DİZİN

**A**

absorpsiyon · 53  
 adsorpsiyon · 5  
 ağır metal · 1, 2  
 Ağırlık · 39  
 Akdeniz · 17  
 alanin · 26  
 Aljinat · 15  
 allometrik · 29  
 altıgen · 59  
 Amide · 47  
 amino asit · 12  
 amorf · 57  
 antibakteriyal · 15  
 antimikrobiyal · 15  
 Arıtım · 2  
 arıtma · 7  
 asetamid · 51  
 asetil · 52  
 aspartik asit · 26  
 atık su · 5

**B**

bağ doku · 11  
 beher · 28  
 besin · 6  
 Besin zinciri · 1  
 bidistile su · 28  
 bileşik · 5  
 biyobozunur · 13  
 biyokütle · 3  
 biyolojik · 3  
 biyomalzeme · 84  
 biyomateryal · 9  
 Biyomedikal · 13  
 Biyometrik · 29

biyosorbent · 26  
 Biyosorpsiyon · 2  
 biyoyumlu · 13  
 Boncuk · 39  
 borik asit · 31  
 boy-ağırlık · 29

**C**

cam tüp · 60  
 Cd · 1  
 cilt · 12  
 Cr · 1  
 Cu · 1

**Ç**

Çevre dostu · 13  
 çözünürlük · 49

**D**

deasetilasyon · 37  
 defekt · 13  
 deney · 60  
 denizanası · 13  
 denizel · 13, 89, 90  
 denizkestanesi · 13  
 derişim · 65  
 destilasyon · 31  
 Diadema · 24  
 dijital kumpas · 29  
 doğal · 11  
 doku · 11  
 doku mühendisliği · 13  
 Dünya · 1

**E**

Echinodermata · 24  
 eczacılık · 14  
 Ekolojik · 90  
 ekonomik · 17, 84  
 ekstraksiyon · 50  
 Ekstraksiyon · 2  
 element · 5  
 endemik · 17, 90  
 Endüstriyel · 12  
 endüstriyel atık · 4  
 entegre · 84

**F**

farmasötik · 13  
 fibril · 56  
 filtre kâğıdı · 30  
 Fitoremediasyon · 9  
 fiziksel · 3  
 FTIR · 48

**G**

geri kazanım · 11  
 gerilme · 51  
 gıda · 14  
 giderim · 5  
 Glisin · 44  
 Glukozamin · 52  
 Gonad · 44  
 gonadosomatik indeks · 17  
 gözenekli · 56  
 greft · 13



---

**H**

ham kül · 30  
ham madde · 89  
hidrojen bağı · 47  
Hint-Pasifik · 17  
histidin · 45

---

**İ**

İlaç salınımı · 16  
imino asit · 45  
inorganik · 8  
İnsan Sağlığı · 4  
istilacı · 89  
iyon değiştirme · 2

---

**K**

kabuklu · 14  
kahverengi alg · 15  
kalıntı · 56  
kalsiyum · 15  
kanserojen · 4  
karakterizasyon · 29  
kemik · 11  
Kıkırdak · 12  
kırınım · 37  
kıyısal · 26  
Kızıldeniz · 17  
kirlilik · 1  
Kitin · 14  
kitosan · 14  
Kjeldahl · 31  
Kolajen · 11  
kompozit · 16  
konsantrasyon · 64  
kozmetik · 90  
kristal · 54  
Kurşun · xviii  
kübik · 59

---

**L**

Lessepsiye tür · 89  
lif · 11  
lipid · 30

---

**M**

magnezyum · 15  
mannuronik · 57  
mercan · 26  
metal giderimi · 63, 90  
midye · 14  
mikro · 57  
mikroskop · 58  
molekül ağırlığı · 46  
morfometrik · 17

---

**N**

nano · 57

---

**O**

omurgasız · 11, 17  
optimum · 63  
organik · 6

---

**Ö**

öğütme · 27

---

**P**

parametre · 42  
Pb (II) · 18  
Petri · 31  
pH · 61  
pik · 54  
pipet · 28  
polipeptit · 12  
polisakkarit · 15

por · 57  
potasyum · 15  
prolin · 12  
protein · 11  
pul · 56  
pürüzlü · 56

---

**S**

saf · 90  
sağlık · 13  
sanayi · 6  
santrifüj · 30  
Sargassum · 26  
seçici · 10  
SEM · 48  
sistin · 45  
sodyum · 15  
sorbent · 18  
spektrum · 17  
spin · 17  
stok çözelti · 28  
Su kaynakları · 2  
Su Kirliliği · 3  
su ürünleri · 3  
Suveyş Kanalı · 17

---

**T**

tekstil · 15, 90  
Temas süresi · 10  
temiz su · 3  
tendon · 12  
testa · 27  
Tirozin · 45  
titreşim · 51  
toksik · 2, 16

---

**U**

uzun dikenli · 89

---

**Ü**

üçlü sarmal · 12

---

**V**

Verim · 39

vücut duvarı · 11

---

**X**

X-Işını · 34

XRD · 49

---

**Y**

yara iyileşmesi · 16

---

**Z**

zehirli · 17





**TEKNOVERSITE**



*teknoversite* **AYRICALIĞINDASINIZ**

**İSTE**

