

ŞUBAT 2023

DOKTORATEZİ-KİMYA

TURAN BİRİMOĞLU

TÜRKİYE CUMHURİYETİ
GAZİANTEP ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SOL JEL YÖNTEMİYLE GÜMÜŞ VE CEVİZ KABUĞU
EKSTRESİNİN TEKSTİL ÜRÜNLERİ ÜZERİNDEKİ
UYGULAMALARI VE YAPISAL TAYİNLERİ

KİMYA
DOKTORA TEZİ

TURAN BİRİMOĞLU
ŞUBAT 2023

**SOL JEL YÖNTEMİYLE GÜMÜŞ VE CEVİZ KABUĞU
EKSTRESİNİN TEKSTİL ÜRÜNLERİ ÜZERİNDEKİ
UYGULAMALARI VE YAPISAL TAYİNLERİ**

Gaziantep Üniversitesi

Kimya

Doktora Tezi

Danışman

Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

Turan BİRİMOĞLU

Şubat 2023



©2023[Turan BİRİMOĞLU]

**SOL JEL YÖNTEMİYLE GÜMÜŞ VE CEVİZ KABUĞU EKSTRESİNİN
TEKSTİL ÜRÜNLERİ ÜZERİNDEKİ UYGULAMALARI VE YAPISAL
TAYİNLERİ**

başlıklı bu çalışma, **Turan BİRİMOĞLU** tarafından hazırlanmış ve yapılan savunma sınavı sonucunda başarılı bulunarak jürimiz tarafından **Gaziantep Üniversitesi Kimya Bölümü'nde** Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof. Dr. Mehmet İshak YÜCE
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

.....

Prof. Dr. Ayşegül İYİDOĞAN
Kimya Bölüm Başkanı

.....

Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ
Danışman, Kimya
Gaziantep Üniversitesi

.....

Sınav Tarihi: 06 Şubat 2023

Jüri Üyeleri:

Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ
Danışman, Kimya
Gaziantep Üniversitesi

.....

Prof. Dr. Hüseyin ZENGİN
Kimya
Gaziantep Üniversitesi

.....

Prof. Dr. Mehmet GÜLCAN
Kimya
Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi

.....

Prof. Dr. Muhammet KÖSE
Kimya
Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi

.....

Dr. Öğr. Üyesi H.Gamze SOĞUKÖMEROĞULLARI
Kimya
Gaziantep Üniversitesi

.....

İlgili tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilmek suretiyle tezde yer aldığını beyan ederim.

Turan BİRİMOĞLU

ABSTRACT

APPLICATIONS AND STRUCTURAL DETERMINATIONS OF SILVER AND WALNUT SHELL EXTRACT ON TEXTILE PRODUCTS BY SOL GEL METHOD

BİRİMOĞLU, Turan

Ph.D. in Chemistry

Supervisor: Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

Şubat 2023

113 pages

In this study juglone, was obtained by extraction method using the soxhlet apparatus from the walnut shell and its Cu (II), Mn (II), Zn (II) complexes were synthesized. The structures of the obtained complexes were characterized by spectroscopic methods such as, elemental analysis (C, H, N, S), FT-IR, UV-Vis. Juglone and its complexes were applied on 100% cotton fabric. Fabrics treated with juglone, and metal complexes were coated with nanosilver obtained by sol gel method. Surface structures of fabrics coated with juglone, metal complexes and nano silver were investigated with SEM/EDX analysis, ICP-OES. Antimicrobial activity tests of fabrics coated with juglone, metal complexes and all the compounds coated with juglone complexes and nano silver were gram positive; *Staphylococcus aureus* Rosenbach ATCC-6538, *Bacillus cereus* ATCC 7064, gram negative and it was also performed against *Escherichia coli* ATCC-8739, *Salmonella typhimurium* strains and *Candida albicans* ATCC-90028 fungal species. The result obtained showed that, the fabrics coated copper complex with NPsAg has the best activity.

Key Words: Juglone, Antimicrobial Textile, Nanosilver, Sol Gel, Metal Complexes
Walnut Shell.

ÖZET

SOL JEL YÖNTEMİYLE GÜMÜŞ VE CEVİZ KABUĞU EKSTRESİNİN TEKSTİL ÜRÜNLERİ ÜZERİNDEKİ UYGULAMALARI VE YAPISAL TAYİNLERİ

BİRİMOĞLU, Turan

Doktora Tezi, Kimya

Danışman: Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ

Şubat 2023

113 sayfa

Bu çalışmada juglon, ceviz kabuğundan Soxhlet aparatı kullanılarak ekstraksiyon yöntemi ile elde edilmiş ve Cu(II), Mn(II), Zn(II) kompleksleri sentezlenmiştir. Elde edilen komplekslerin yapıları elementel analiz (C, H, N, S), FT-IR, UV-Vis gibi spektroskopik yöntemlerle karakterize edilmiştir. Juglone ve kompleksleri %100 pamuklu kumaş üzerine uygulanmıştır. Juglon ve metal kompleksleri ile muamele edilen kumaşlar Sol-Jel yöntemi ile elde edilen nanogümüş ile kaplanmıştır. Juglon, metal kompleksler ve nano gümüş ile kaplanmış kumaşların yüzey yapıları SEM/EDX analizi, ICP-OES ile incelenmiştir. Juglon, metal kompleksleri ile kaplanmış kumaşlar, juglon kompleksleri ve nano gümüş ile kaplanmış tüm bileşiklerin antimikrobiyal etkinlik testleri gram pozitif; *Staphylococcus aureus* Rosenbach ATCC-6538, *Bacillus cereus* ATCC 7064, gram negatif ve ayrıca *Escherichia coli* ATCC-8739, *Salmonella typhimurium* suşları ve *Candida albicans* ATCC-90028 mantar türlerine karşı yapıldı. Elde edilen sonuçlar, AgNPs ile bakır kompleksi kaplanmış kumaşların en iyi etkinliğe sahip olduğunu göstermiştir. Ayrıca sentezlenen bileşiklerin orijinal olması sebebiyle kaynakçaya ışık tutarak, bu konu üzerinde çalışan bilim insanlarına yol göstereceği kanaatindeyiz.

Anahtar Kelimeler: Juglon, Antimikrobiyal Tekstil, Nanogümüş, Sol Jel, Metal Kompleksler, Ceviz Kabuğu.



“Canum aileme”

TEŞEKKÜR

Bu çalışma süresince tüm bilgilerini benimle paylaşmaktan kaçınmayan, her türlü konuda desteğini benden esirgemeyen ve tezimde büyük emeği olan, Gaziantep Üniversitesi öğretim üyelerinden danışman hocam, Sayın Prof. Dr. Mehmet SÖNMEZ'e sonsuz minnet ve teşekkürlerimi sunarım.

Tez savunma jurimde yer alan çok değerli hocalarım, sayın Prof. Dr. Hüseyin ZENGİN, Sayın Prof. Dr. Muhammet KÖSE, SEM görüntülerinin yorumlanmasında emeği geçen Sayın Prof. Dr. Mehmet Gülcan'a, doktora çalışmam boyunca her türlü konuda yardımlarını, desteğini, bilgisini ve deneyimlerini esirgemeyen, oluşan problemlerin çözümünde her zaman yanımda olan Sayın Hocam Dr. Öğr. Üyesi H. Gamze SOĞUKÖMEROĞULLARI'na sonsuz teşekkür ve şükranlarımı sunarım. Ayrıca yüksek lisans ve doktora öğrenimim boyunca bilgi ve birikimlerini benden esirgemeyen Gaziantep Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Emine Elçin EMRE, diğer bölüm hocalarıma ve antimikrobiyal testlerin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen ÜSKİM personellerinden Sayın Feridun KOÇER'e katkılarından dolayı teşekkür ederim.

Doktora çalışmalarım sırasında yardımlarını ve manevi desteklerini hiç esirgemeyen çok değerli kardeş olarak gördüğüm hocalarım; Dr. Öğr.Üyesi Ali ÇAPAN'a, Dr. Öğr.Üyesi Ahmet Oral SARIOĞLU'na, Doç. Dr. Yusuf YILMAZ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Her anlamda beni destekleyen zor zamanlarımda beni yalnız bırakmayan değerli dostlarım Ahmet IRMAK, M. Hakkı ŞİMŞEK, Mustafa DAĞÜSTÜ, Ömer KUMARKİ, Hüseyin KÖSE, Servet YİĞİT'e, özellikle laboratuvarında desteklerini esirgemeyen Ali DELİDOĞAN'a, Mehmet DOĞAN'a teşekkür ederim. Bu tez çalışmasını doktora tez projesi olarak destekleyerek kimyasal, sarf ve analiz hizmetlerinin alınması noktasında gerekli fonu sağlayan Gaziantep Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimine (Proje No: FEF DT.20.04) ve verdiği burs desteği için TÜBİTAK'a (2247-C Stajyer Araştırmacı Burs Programı, COVID-19 Araştırma Projeleri) teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca doktoramın her aşamasında bana güç veren ve beni her daim destekleyen canım babam Hakkı BİRİMOĞLU'na, manevi desteğim canım annem Nimet BİRİMOĞLU'na, maddi manevi her zaman yanımda olan abim Uğur BİRİMOĞLU, kardeşlerim Aydın BİRİMOĞLU ve Lutfiye BİRİMOĞLU'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ABSTRACT	vi
ÖZET.....	vii
TEŞEKKÜR	ix
İÇİNDEKİLER	x
TABLolar LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	xiv
SEMBOLLER LİSTESİ.....	xix
KISALTMALAR LİSTESİ.....	xx
BÖLÜM I GİRİŞ.....	1
BÖLÜM II KAYNAK ÖZETLERİ.....	5
2.1. GENEL BİLGİ	5
2.2. Antimikrobiyal Tekstil	5
2.2.1 Antimikrobiyal Tekstillerin Özellikleri	7
2.2.2 Mikroorganizmaların Etkileri	8
2.2.3 Antimikrobiyal Etken Maddeler ve Etki Mekanizmaları.....	10
2.2.4 Antimikrobiyal Tekstilin Önemi	11
2.3. Gümüşün Antimikrobiyal Özellikleri.....	17
2.3.1. Gümüşün Mikropları Yok Etme Mekanizması.....	18
2.3.2. Antimikrobiyal Ürünlerde Gümüşün Kullanımı	21
2.4. Juglon	23
2.4.1 Juglonun Metal Kompleksleri.....	26
2.5. Sol-Jel Teknolojisi.....	33
2.5.1. Sol-Jel yönteminin Uygulanması	35
2.5.2. Sol-Jel Yönteminin Temel Basamakları	36
2.5.3. Sol-Jel Yönteminin Avantajları	36
2.5.4. Sol-Jel Teknolojisinin Tekstil Ürünlerinde Uygulanması	37
2.5.5. Tekstil Ürünlerinde Sol-Jel Yöntemiyle Nanogümüş Uygulamaları. 38	
BÖLÜM III MATERYAL VE METOD	48

3.1 MATERYAL	48
3.1.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler	48
3.1.2. Kromatografik Analizler	49
3.1.3 Kolon Kromatografisi	49
3.1.4 Erime Noktası Tayinleri.....	49
3.1.5 Elementel Analizler (C, H, O tayini)	50
3.1.6 Spektral Analizler	50
3.1.7. Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES).....	51
3.2. METOT	52
3.2.1. Ceviz Kabuklarından Juglon Elde Edilmesi	52
3.2.2. Metal Komplekslerinin Sentezi.....	54
3.2.3. CuL ₂ Kompleksinin Sentezi	55
3.2.4. ZnL ₂ ·2H ₂ O Kompleksinin Sentezi.....	55
3.2.5. Mn ₂ L ₂ Cl ₂ Kompleksinin Sentezi	56
3.2.6. Kumaşlara Juglon, Juglon Komplekslerinin ve Nanagümüşün Uygulanması.....	57
3.2.7. Suşların Hazırlanması ve Ekimi.....	59
3.2.8. Komplekslerden Disklerin Hazırlanması ve Uygulanması.....	60
3.2.9. Minimum İnhibisyon Konsantrasyonu (MIK)	60
BÖLÜM IV BULGULAR	61
4.1 BULGULAR	61
4.1.1. Sentezlenen Maddelerin Spektral ve Diğer Analiz Verileri.....	62
4.1.1.1. ZnL ₂ ·2H ₂ O Kompleksinin Analiz Verileri	62
4.1.1.2. CuL ₂ Kompleksine Ait Analiz Verileri.....	64
4.1.1.3. Mn ₂ L ₂ Cl ₂ Kompleksinin Analiz Verileri.....	65
BÖLÜM V TARTIŞMA VE SONUÇ.....	84
5.1. TARTIŞMA.....	84
5.1.1. Juglon Etken Maddesinin Ceviz Kabuğundan Elde Edilmesi	84
5.1.2. Juglon Metal Komplekslerinin Sentezi.....	85
5.1.3. Sentezlenen Bileşiklerin UV-Vis Spektrumlarının Değerlendirilmesi	87
5.1.4. Sentezlenen Bileşiklerin FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi ..	87

5.1.5. Kumaşlara Uygulanan Kompleks/Sol-Jel Nano Gümüş IR Sonuçlarının Değerlendirilmesi.....	88
5.1.6. Sentezlenen Bileşiklerin SEM ve SEM/EDX Analizlerinin Değerlendirilmesi	89
5.1.7. Endüktif olarak eşleştirilmiş plazma optik emisyon spektrometrisi/ICP OES	92
5.1.8. Biyolojik Etkinlik Sonuçları	92
5.1.9. Minimum İnhibisyon Konsantrasyon (MIK) Bulguları.....	95
5.2. SONUÇ	96
KAYNAKLAR	98
ÖZGEÇMİŞ.....	112



TABLÖLER LİSTESİ

Sayfa

Tablo 1. Patojenik ve patojen olmayan bazı mikroorganizmalar	13
Tablo 2. 5-hidroksi-1, 4-naftokinon (Jg) ve metal şelatlarının antimikrobiyal etkinlikleri (mm olarak inhibisyon zonu çapı)	29
Tablo 3. 5-amino-8-hidroksi-1,4-naftokinon metal-şelatların duyarlılık testi	32
Tablo 4. Gümüş nario işlem görmüş kumaşların antibakteriyel etkisi.....	46
Tablo 5. Kullanılan kimyasal maddeler	48
Tablo 6. Kumaşlara tutunan metal ve gümüş miktarının ICP-OES sonuçları.....	81
Tablo 7. Juglon ve metal komplekslerinin ($Mn_2L_2Cl_2$, CuL_2 ve ZnL_2) antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm).	81
Tablo 8. Ligand ve metal kompleksleri ile kaplanmış kumaşların antimikrobiyal etkinlik değerleri(mm).	82
Tablo 9. Nano gümüş ile kaplanmış kumaş numunelerinin antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm)	82
Tablo 10. Komplekslerin suşlara gösterdiği minimum inhibisyon konsantrasyonları (MIK)	83
Tablo 11. Sentezlenen bileşiklerin molekül yapısı ve kaynakçadaki yeri.....	86
Tablo 12. Sentezlenen bileşiklerin verimleri ve fiziksel özellikleri	86
Tablo 13. Sentezlenen bileşiklerin kapalı formülleri ve elementel analiz sonuçları. 87	

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1. Baktriostatik ve bakteriocidal antimikrobiyal etkinlik .	9
Şekil 2.2. Antimikrobiyal tekstil türleri	10
Şekil 2.3. Gümüşün bakteri hücresi üzerindeki etkisi.	18
Şekil 2.4. Gümüşün antimikrobiyal etkisinin gösterimi .	20
Şekil 2.5. Gümüş uygulanmış yara bandı .	21
Şekil 2.6. Son on yılda antimikrobiyal gümüş içeren patent kayıtlarının dilinin analizi.	22
Şekil 2.7. Son on yılda antimikrobiyal gümüş uygulamalarını içeren yıllık patent kayıtlarının trend analizi .	22
Şekil 2.8. Diğer tüm uygulamalara kıyasla tıp alanında kullanılan gümüş için dünya çapında kayıtlı toplam patent sayısı. .	23
Şekil 2.9. Juglon ve poli(ε-kaprolakton) kompozit filmlerinin ve kimyasal yapılarının görüntüleri.....	24
Şekil 2.10. Juglon (5-hidroksi-1,4-naftalendion).....	25
Şekil 2.11. Juglonun metal komplekslerinin hazırlanması	27
Şekil 2.12. Lawsone(I), 2,5-dihidroksi p-benzokinon(II), juglon(II) ve nafta zarın(IV).....	27
Şekil 2.13. (a) Jg, (b) Zn-Jg, (c) Cd-Jg, (d) Hg-Jg, (e) Sn-Jg and (f) Pb-Jg SEM görüntüleri	29
Şekil 2.14. Juglonun ve Er(III) juglonatlarının antibakteriyel aktivitelerinin karşılaştırılması	30
Şekil 2.15. Test edilen naftokinonların kimyasal yapıları .	31
Şekil 2.16. Sol-Jel işleminde yer alan adımlar.....	34
Şekil 2.17. Sol-Jel teknolojisi ile su basıncına dayanıklı perhidrofobik tekstillerin üretiminin gösterilmesi	35

Şekil 2.18. Tekstil kumaşlarında çeşitli sol-jel terbiye uygulamaları.....	38
Şekil 2.19. Nanogümüş kaplamanın şematik gösterimi.....	40
Şekil 2.20. A Pamuk iplik, B Keten iplik	41
Şekil 2.21. Su camından silika ağının reaksiyon süreci.....	42
Şekil 2.22. SiO ₂ işleminden önce (a) ve sonra (b) pamuk yüzeyinin SEM görüntüleri.....	42
Şekil 2.23. Ag ⁺ ve su camı konsantrasyonunun antimikrobiyal üzerindeki dayanıklılık etkisi.....	43
Şekil 2.24. Pamuklu kumaş kimyasal modifikasyon prosedürünün şematik sunum.....	44
Şekil 2.25. CO, CO-M, CO/Ag-S ve CO-M/Ag-S örneklerin SEM/CBS görüntüleri.....	44
Şekil 2.26. Ag partiküllerinden (a) elde edilen EDS spektrumu	45
Şekil 2.27. Dokusuz yüzey kumaş - % bakteri aktifliği sonuçları	47
Şekil 3. 1. Ekstraksiyon ve kolon çalışmalarında alınan ITK örnekleri	52
Şekil 3. 2. Ekstraksiyon çalışmalarından görüntüler	53
Şekil 3. 3. Juglon etken maddesi eldesindeki kolon koromatorafisi çalışmaları	53
Şekil 3. 4. Komplekslerin elde edilme aşamaları.....	54
Şekil 3. 5. Metal komplekslerinin reaksiyon şeması	54
Şekil 3. 6. CuL ₂ kompleksinin muhtemel yapısı.....	55
Şekil 3. 7. ZnL ₂ ·2H ₂ O kompleksinin muhtemel yapısı	56
Şekil 3. 8. Mn ₂ L ₂ Cl ₂ kompleksinin muhtemel yapısı	56
Şekil 3. 9. Juglon/juglon komplekslerini ve nanogümüşü kaplamak için özel strateji.....	57
Şekil 3.10. Pamuklu kumaşlar üzerine kaplanmış juglon/juglon komplekslerinin ve nanogümüşün sergilenmesi.	57
Şekil 3.11. Juglon (1), ZnL ₂ ·2H ₂ O kompleksi (2), Mn ₂ L ₂ Cl ₂ kompleksi (3), CuL ₂ kompleksi ile kaplama yapılmış kumaş örnekleri(4). Kaplama yapılmamış kumaş (5).	58
Şekil 3.12. Nanogümüşün elde edilme reaksiyonu	59
Şekil 3.13. Juglon (1), ZnL ₂ ·2H ₂ O kompleksi (2), Mn ₂ L ₂ Cl ₂ kompleksi (3), CuL ₂ kompleksi ile kaplama yapılmış kumaş örneklerinin nanogümüşle kaplanması.....	59

Şekil 4.1. $ZnL_2 \cdot 2H_2O$ kompleksinin UV-Vis Spekturumu	63
Şekil 4.2. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleksine ait FT-IR spektrumu	63
Şekil 4.3. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleksinin kütle spektrumu	63
Şekil 4.4. CuL_2 kompleksine ait FT-IR spektrumu	64
Şekil 4.5. CuL_2 kompleksinin UV-Vis Spekturumu	64
Şekil 4. 6. CuL_2 kompleksinin kütle spektrumu	65
Şekil 4. 7. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin UV-Vis spekturumu	65
Şekil 4. 8. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksine ait FT-IR spektrumu	66
Şekil 4. 9. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin kütle spektrumu	66
Şekil 4. 10. Kumaşlara uygulanan komplekslerin FT-IR spektrumu	67
Şekil 4. 11. Kumaşlara uygulanan kompleks/Sol-Jel nanogümüş FT-IR spektrumu	67
Şekil 4. 12. İşlem uygulanmamış kumaşın 1 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	68
Şekil 4. 13. İşlem uygulanmamış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	68
Şekil 4. 14. İşlem uygulanmamış kumaşın 10 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	69
Şekil 4. 15. İşlem uygulanmamış kumaşın 100 μm boyutundaki SEM görüntüsü....	69
Şekil 4. 16. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	70
Şekil 4. 17. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 10 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	70
Şekil 4. 18. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 20 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	71
Şekil 4. 19. Uygulanan juglon/nanogümüş 100 μm boyutundaki SEM görüntüsü	71
Şekil 4. 20. Kumaşa uygulanan $ZnL_2 \cdot 2H_2O$ kompleksinin 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	72
Şekil 4. 21. Kumaşa uygulanan $ZnL_2 \cdot 2H_2O$ kompleksinin 400 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	72
Şekil 4. 22. Kumaşa uygulanan $ZnL_2 \cdot 2H_2O$ kompleksinin EDX sonuçları.....	73
Şekil 4. 23. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin 1 μm SEM görüntüsü	73
Şekil 4. 24. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin 200 nm boyutundaki SEM görüntüsü.....	74
Şekil 4. 25. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin EDX sonuçları.....	74

Şekil 4. 26. Kumaşa uygulanan $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin 400 nm boyutundaki SEM görüntüsü.....	75
Şekil 4. 27. Kumaşa uygulanan $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin 4 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	75
Şekil 4. 28. Kumaşa uygulanan $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin EDX sonuçları	76
Şekil 4. 29. CuL_2 kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	76
Şekil 4. 30. CuL_2 kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın 400 nm boyutundaki SEM görüntüsü.....	77
Şekil 4. 31. CuL_2 kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın EDX sonuçları.....	77
Şekil 4. 32. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 200 nm boyutundaki SEM görüntüsü.....	78
Şekil 4. 33. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	78
Şekil 4. 34. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaş EDX sonuçları	79
Şekil 4. 35. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	79
Şekil 4. 36. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 20 μm boyutundaki SEM görüntüsü.....	80
Şekil 4. 37. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın EDX sonuçları	80
Şekil 5. 1. 1 işlem görmemiş kumaş, 2 CuL_2 kompleks işlem görmüş kumaş (CotCuJg), 3 CuL_2 kompleks ve nanogümüş işlem görmüş kumaş (CotCuJgNPsAg) SEM görüntüsü.	90
Şekil 5. 2. 1 işlem görmemiş kumaş 2 ZnL_2 kompleks işlem görmüş kumaş (CotZnJg) 3 ZnL_2 kompleks ve nano gümüş işlem görmüş kumaş (CotZnJgNPsAg) SEM görüntüsü.	91
Şekil 5. 3. 1 işlem görmemiş kumaş 2 $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks işlem görmüş kumaş (CotMnJg), 3 $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksi ve nano gümüş işlem görmüş kumaşın (CotMnJgNPsAg) SEM görüntüsü.	91
Şekil 5. 4. Juglon ve metal komplekslerinin ($Mn_2L_2Cl_2$, CuL_2 ve ZnL_2) antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm).	92

Şekil 5. 5. Ligand ve metal kompleksleri ile kaplanmış kumaşların antimikrobiyal etkinlik değerleri(mm).	93
Şekil 5. 6. Nano gümüş ile kaplanmış kumaş numunelerinin antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm)	94
Şekil 5. 7. CuL ₂ (CotCuJg) ve nano gümüş CuL ₂ (CotCuJgNPsAg) kumaş örnekleri inhibisyon bölgesidir.	95



SEMBOLLER LİSTESİ

g	Gram
mmol	Milimol
mg	Miligram
mL	Mililitre
δ	Kimyasal kayma
n	Bağ katılmayan molekül orbitali
$^{\circ}\text{C}$	Santigrad derece
π	Bağ molekül orbitali
π^*	Bağ karşı molekül orbitali
λ_{max}	Dalga boyu
nm	nanometre
ppm	Milyonda bir (NMR spektrumlarında ölçü birimi)
MPa	Mega Pascal
MHz	Mega Hertz
Hz	Hertz

KISALTMALAR LİSTESİ

EDX	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi
^{13}C NMR	Karbon-13 Nükleer Manyetik Rezonans
DMF	Dimetilformamit
MAO	Metilalüminaoksan
MW	Mikro Dalga
THF	Tetrahidrofuran
KI	Potasyum İyodür
TMS	Tetrametilsilan
MA	Molekül Ağırlığı
DMSO- d_6	Döterodimetilsülfoksit
d	Dublet
d_d	Dubletin dubleti
m	Multiplet
FT-IR	Fourier Dönüşümlü Infrared
^1H NMR	Proton Nükleer Manyetik Rezonans
İTK (TLC)	İnce Tabaka Kromatografisi
TiO_2	Titanyum (IV) oksit
NMR	Nükleer Manyetik Rezonans

s	Singlet
UV-Vis	Ultraviyole visible
<i>J</i>	Etkileşme sabiti
MnCl ₂	Mangan(II) klorür
CuCl ₂	Bakır(II) klorür
ZnCl ₂	Çinko(II) klorür
GC	Gaz Kromatografisi
AgNO ₃	Gümüş Nitrat
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
FDA	Gıda ve İlaç İdaresi
XPS	X-Ray fotoelektron Spektroskopisi

BÖLÜM I

GİRİŞ

Tekstil sektörü, ihracat bakımından ülkemizin en önemli döviz girişini oluşturmaktadır. Diğer bir ifadeyle lokomotif sektör konumundadır. Teknik tekstil, çağımızın tekstil endüstrisinin geldiği en ileri seviyedir (Altınok, 2008). Teknik tekstillerin önemli bir alanı olan antimikrobiyal tekstiller; çeşitli hastalıklara neden olan mikroorganizmalara karşı etkili olan ve tekstil ürünlerine ve insanlara tamamen zararlı (mikroorganizmaları yok ederek veya üremelerini azaltarak vb.) kimyasal maddeler ile tekstil ürünlerinin bir araya getirilmesiyle ortaya çıkan ürünlerdir. (Birimoğlu, 2003).

Bakteri, mantar, maya ve küf gibi mikroorganizmaları yok eden ya da çoğalmalarını engelleyen sentetik, doğal ve ya yarı sentetik maddelere antimikrobiyal madde denir. Mikroorganizmalar hayatımızın her alanında bulunmaktadır. Hastane, sağlık kuruluşları, kreş gibi yerlerde patojen mikroorganizmaların çoğalması oldukça tehlikelidir. Bunun gibi tekstil ürünlerinin kullanıldığı yerlerde doktorların ve hemşirelerin elbiseleri, hastanelerdeki havlular, perdeler, yatak örtüleri gibi tekstil ürünlerinin antimikrobiyal özelliğe sahip olması önem taşımaktadır (Seventekin vd., 2001).

İnsanlık tarihinde birçok amaç için en çok kullanılan elementlerden birisi gümüştür. Gümüşün tek kullanım amacı ziynet olarak güzel görünmek olmamıştır. İnsanoğlu geçmişten günümüze antimikrobiyal etkisini bilerek gümüşü kullanmıştır. Gümüşün tıbbi ve iyileştirici özellikleri yüzyıllardır bilinmektedir. Roma dönemine ait yazıtlarda gümüşün şifa amacıyla kullanıldığı belirtilmektedir. Gümüşün "mucizevi bir şifacı" olarak tanımlanması bu özelliğinden kaynaklanmaktadır. Ayrıca Roma medeniyeti zamanında sadece gümüş takımlarda su taşıyan askerlerin savaşmasına izin veriliyordu. Romalılar gümüşten yapılmış su kaplarının suyu temizlediğini

öğrenmişlerdi. Tıp bilimi en güçlü antimikrobiyal ajan olarak gümüşü kabul etmektedir (Bailar ve Trotman-Dickenson, 1973).

Çağımızın tıp otoritesi gümüş ve gümüş bileşiklerini en etkili antimikrobiyal madde olarak tanımlamaktadır. Bulunan ilk antibiyotik ajan olarak düşünülmektedir. Yine geçmiş medeniyetlerde gümüşten elde edilen metal yapraklar sargı bezi olarak kullanılmıştır. Gümüşünde gümüş, kontrolü oldukça zor olan enfeksiyonlarda, yanık tedavilerinde kullanılan kremlerde ve ilaçlarda oldukça geniş bir alanda antimikrobiyal etkisinden dolayı kullanılmaktadır. Yeni doğan çocuklara gözde oluşan enfeksiyonları önlemek amacıyla Amerika’da gümüşten elde edilen göz damlaları kullanılmaktadır (Youngs vd., 2005).

Sanayide gümüş içerikli teknoloji uygulamaları da karşımıza çıkmaktadır. Yüzme havuzlarında kullanılan filtre ekipmanlarında, içme suyunu temizleme sistemlerinde gümüş teknolojisi bulunmaktadır (Antelman, 1992).

Sol-Jel prosesine yumuşak kimya “chimie douce” olarak ifade edilmektedir. Bilinen hazırlama yöntemlerinden düşük sıcaklarda sol ya da jeli orta basamak olarak kullanarak çözeltiden katı bir malzemenin hazırlanması esasına dayanmaktadır (Kamal, 2015).

Sol-Jel teknolojisinin tekstil bitim işlemlerinde kullanılmasında birçok avantajlar bulunmaktadır. Bunlar; daha az kimyasal sarfiyatı, düşük çalışma sıcaklığı, düşük maliyet, yüksek verim ve dayanıklılık, çevre dostu uygulama noktaları, tekstil malzemelerinin birden fazla fonksiyonel özelliğe tek adımda kazandırılması, kolay uygulama ve tekstil işletmesi uygulamaları gibi avantajlara sahiptir ve özel ekipman gerektirmez (Kandemir, 2020).

Sentetik antimikrobiyal ajanlara karşı patojenik mikroorganizmaların dayanıklılık göstermesi bitkilerdeki organik antimikrobiyal etken maddelere ve binlerce yıldır kullanılan gümüşe karşı ilgiyi artırmıştır. Günümüzde faydalı bitkilerden elde edilen doğal maddeleri bir çok tekstil ürününe uygulamak amacıyla Sol-Jel teknolojisinden faydalanılmaktadır. Sol-Jel yöntemi inorganik ve organik-inorganik hibrit polimerler elde etmek için oldukça kullanışlı bir yöntemdir (Toygun vd., 2013).

Sol-Jel yöntemi ile nanogümüş hazırlanması amacıyla bir çok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemlere örnek olarak fotokatalitik indirgeme, radyasyonla

kimyasal indirgeme, tel patlaması, sonokimya, polioller, matris kimyası, fotoindirgeme ve hatta biyosentez yoluyla nanoparçacıkların üretimi verilebilir. (Dastjerdi ve Montazer, 2010). Antimikrobiyal, statik elektriği tutmayan, leke tutmayan, elektrik iletkenliğine sahip olan tekstil ürünleri gibi birçok işlevselliğe sahip ürünler piyasada daha fazla talep görmektedir.

Son yıllarda teknolojinin gelişmesiyle birlikte çevre kirliliği artarak insanoğlunun geleceğini tehdit etmektedir (Mirjalili ve Karimi, 2013). Günümüzde tekstil endüstrisinde uygulanmaya başlayan EKO-TEKS, çevreye duyarlı tekstil hammaddelerini, doğaya dönüşebilen maddelerin kullanımını, bitkisel boyar maddelerin kullanımını gündeme yeniden getirmiştir (Bebekli, 1998). Günümüzde ceviz yan ürünlerinin araştırılması ve işlenmesi ile ilgili ilgi giderek artmaktadır (Popovici, 2013). Ceviz yaprakları, yeşil kabukları ve zar septumu, sağlık bakımı bileşiklerinin kaynağı olarak kabul edilir ve geleneksel tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır. Birçok Avrupa ülkesinde, özellikle kırsal kesimlerde, ceviz yaprakları kurutulularak genellikle antioksidan ve antibakteriyel özellikleri için kullanılır (Popovici, 2013). Bu yüzden bitkilerden elde edilen ürünlerin kullanımı oldukça değer kazanmıştır. Ülkemizde büyük üretimi olan ceviz meyvesinin kabuğunda bol bulunan juglon etken maddesinin değerlendirilmesi önemlidir. Ceviz kabuğunda bulunan juglon (5-hidroksi-1,4-naftalendion) etken maddesi antimikrobiyal özellik göstermektedir. Juglon etken maddesi pamuk kumaşlar üzerine uygulanarak daha özellikli ürünlerin elde edilmesi mümkündür. Juglon, eski halk ilaçlarında kullanılan ve şu anda sitotoksik etkileriyle ilgilenilen biyolojik aktivitelere sahip bitkilerden (özellikle cevizden) elde edilebilen doğal bir üründür (Defant vd., 2013).

Ceviz yapraklarında ve özellikle ceviz kabuğunda juglon olarak bilinen biyomateryal bulunmaktadır (Defant vd., 2013).

Juglon ceviz kabuklarından ekstraksiyon yöntemiyle kolaylıkla ve yüksek verimle elde edilebilir. Juglon kadim tarihten beri birçok medeniyette saç boyası, tekstil ürünlerinin boyası ve zararlıların uzaklaşması için kullanılmıştır. Juglon (5-hidroksi-1,4-naftalendion), herbisit özellikleri ile gıda ve kozmetik endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bir boyadır (Mohammad ve Karimi, 2013). Gıda endüstrisinde,

juglon ayrıca C.I. Doğal Kahverengi 7 ve C.I. 75.500 olarak bilinmektedir (Mohammad ve Karimi, 2013).

Bivalent Pb(II), Cu(II), Co(II), Ni(II) ve Zn(II)'nin juglonla kompleks bileşikleri sentezlenerek, termal ve spektral çalışmaları yapılmıştır (Pawar vd., 2012). Mn (II) juglon kompleksi hazırlanarak *Bacillus* türlerine karşı ve *Staphylococcus aureus* türlerine karşı in vitro testleri yapılmıştır. Metal komplekslerinin liganddan daha fazla antimikrobiyal etkinliğe sahip olduğu bildirilmiştir (Pawar vd., 2012).

Bu çalışmada, ceviz kabuğundan juglon Soxhlet cihazıyla ekstraksiyon edilmiştir. Juglonun Cu(II), Mn(II), Zn(II) kompleksleri elde edilmiştir (Pawar vd., 2012). Elde edilen komplekslerin yapıları ¹³C-NMR, ¹H-NMR, kütle spektroskopisi, elementel analiz (C,H,N,S), FTIR, UV-Vis gibi yöntemlerle karakterize edilmiştir. Juglon ve Mn(II), Cu(II), Zn(II) kompleksleri %100 pamuk kumaş üzerine uygulanmıştır (Ziba ve Serin 2018). Juglon ve metal komplekslerle işlem yapılmış kumaşlar Sol-Jel yöntemiyle elde edilen nanogümüşle kaplanmıştır (Yan ve Cheng, 2005). Juglon ve metal kompleksleri, nanogümüşle kaplama yapılmış kumaşların SEM görüntüleri ile yüzey yapıları incelenmiştir. Juglon, juglon metal kompleksleri ve nanogümüş ile kaplanmış kumaşların antimikrobiyal etkinlik testleri gram pozitif; *Bacillus cereus* ATCC 7064, *Staphylococcus aureus*, *Rosenbach* ATCC-6538, gram negatif; *Escherichia coli* ATCC-8739, *Salmonella typhimurium* suşları ve *Candida albicans* ATCC-90028 mantar türüne karşı yapılmıştır.

BÖLÜM II

KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. GENEL BİLGİ

2.2. Antimikrobiyal Tekstil

Mikroorganizmalar çevremizde neredeyse her yerde bulunabilmektedir. Petrol sondajlarında 400 metre derinlikte bile mikroorganizmalara rastlanmıştır. Hem patojenik (hastalık yapabilen) hem de kokuya neden olan bakteriler, ilk önce liflere yapışarak, sonra büyüyerek liflerde hasar vermeye kadar gidebilen etkileşimlere girerler (Kandemir, 2020). Tekstil ürünleri vücudumuza direk olarak temas etmektedir. Bu durum bakterilerin çoğalmasına neden olan besin, nem ve sıcaklık için oldukça uygun şartları meydana getirmektedir. Tekstillerde çoğalan mikroorganizmalara karşı etkili koruma sağlamak amacıyla en eski uygulama kadim Mısır medeniyetindeki mumyalama tekniğidir. Mısırlılar mumyaları kapladıkları kumaşları korumak için baharatlar, inorganik tuzlar ve bitkileri kullanmışlardır (Bilgiç ve Uğur, 2015).

Tekstiller her yerde mevcuttur ve toplum hayatında önemli bir rol oynar. Bezler, son zamanlarda giyim mikrobiyolojisi ve bezlerin insan derisi mikroflorası ile etkisi ve etkileşimi olarak tartışılan belirli mikrop türlerini içerebilir (Sanders vd., 2021). Tekstil veya kumaşlar üzerindeki doğal antimikrobiyal ajanların kaplamaları çok eskilere dayanmaktadır (Gulati vd., 2021).

Mısırlıların mumya sargısını hazırlamak için bezler üzerinde baharatlar ve bitkisel kaplamalar kullandığı bilinmektedir. Geleneksel olarak Çinliler, konut yapısı için 'Bambu-kun' adı verilen antimikrobiyal bir bileşik içeren bambu lifleri kullanmışlardır (Gulati vd., 2021). Bambu lifleri, 2-6-dimetoksi-p-benzokinon ve dendrosin bileşiklerinden kaynaklanan doğal antibakteriyel ve antifungal özellikleri için de araştırılmıştır (Lipp-Symonowicz vd., 2011). İkinci Dünya Savaşı sırasında

geliştirilen antibiyotiklerin uygulanması; aynı zamanda, tekstillerin çürümesini önlemek için antimikrobiyal malzemelerin kullanımı da söz konusu olmuştur. Çünkü ağır savaş şartlarında çadırların, brandaların ve kamyon örtülerinin yoğun yağmur ve kar sırasında lifleri yok edecek ve enfeksiyon olasılığını artıracak mikrobiyal saldırılara karşı korunması gerekiyordu (Gulati vd., 2021). Kumaşı mikrobiyal kolonizasyondan korumak ve dayanıklılıklarını artırmak için, birkaç askeri kumaş, antimon tuzları, bakır ve klorlu mumların bir karışımı ile muamele edilmiştir, bu da kumaşları sadece sertleştirmekle kalmamış, aynı zamanda onlara farklı bir koku da vermiştir (Rajendran, 2010). Sentetik antimikrobiyal tekstillerin ilk örnekleri olan bu çalışmalarda bir problem ortaya çıkmış kimyasalların çevreye ve insan sağlığına verdiği olumsuz yan etkiler görülmüştür (Gulati vd., 2021).

Tekstil ürünlerinin kullanımı sırasında ortamda oluşan nem, ısı ve beşeri faktörler, mikroorganizmaların elde edildikleri tekstil liflerinin içerisinde gelişmelerine uygun ortam oluşturmaktadır. Bu mikroorganizmalar sağlık alanında olumsuz sonuçlar oluşturdıkları gibi tekstil ürünlerinde arzu edilmeyen kokuların oluşmasına, renk değişimine, leke oluşumuna ve kumaşların yapısında bozulmalara neden olmaktadır. Tekstil ve konfeksiyon sektöründeki ürün yelpazesi gün geçtikçe büyümektedir. Renk, model, tuşe, farklı malzeme kullanımı gibi parametrelerin getirdiği değişimin yanında fonksiyonel özellikleri olan yeni ürünlerde tüketicilere sunulmaktadır (Palamutçu vd., 2009). Sağlık, güvenlik, bilişim ve kozmetik gibi farklı sektörlerden farklı özellikler tekstil ürünlerine entegre edilerek birkaç fonksiyonlu tekstil ürünleri elde edilmektedir. Bu entegre edilme sırasında tekstil ürünleri herhangi bir deformasyona uğramamaktadır (Palamutçu vd., 2009).

Antimikrobiyal özelliklere sahip tekstil ürünleri, mikroorganizmaların neden olduğu olumsuz etkilerin azaltılmasına ve ortadan kaldırılmasına yardımcı olur. Antimikrobiyal tekstil ürünleri özellikle patojen mikroorganizmaların enfekte olmalarının engellenmesi, oluşmuş olan enfeksiyonların kontrol altında tutulması, özellikle bakterilerden ve küflenmenin neden olduğu koku, leke oluşumu ve renklerdeki değişiminin önlenmesi ve kalitedeki azalmanın önlenmesi amacıyla kullanılmaktadır. Fonksiyonel tekstil olarak adlandırılan teknik tekstilin önemli bir kısmını kapsayan antimikrobiyal tekstil ürünleri ulusal ve uluslararası alanda büyük bir pazara sahiptir (Palamutçu vd., 2009).

Antimikrobiyal tekstiller gelecek bir dönemde yara ve enfeksiyonların tedavi edilmesinde koruyucu malzeme olarak kullanılacaktır (Altınay, 2017). Tedavi edilmeyen yaralar için özellikle enfeksiyonlar önemli bir sorundur. Bakteri yapısının değişmesi vücutta oluşan yaraların tedavi edilmesi esnasında etkisinin güçlendirilmesi veya tekrarlanacak yara, iz oluşumunun önlenmesinde tedavi sonrası bakteri sayısını azaltmaktadır (Altınay, 2017).

2.2.1 Antimikrobiyal Tekstillerin Özellikleri

Gelişmiş toplumlarda insan sağlığını tehdit eden mikroorganizmaların yayılmasının önlenmesi, örneğin binaların ve ulaşım sistemlerinin güvenlik seviyesinin yükseltilmesi insanların temel ihtiyaçlarından biri haline gelmiştir (Palamutçu vd., 2009). Günümüzde yaşadığımız COVID-19 pandemi süreci bu anlayışın ne kadar doğru olduğunu göstermektedir. Gelişmiş ülkelerde, özellikle gelişmiş ülkelerde antimikrobiyal tekstil ürünleri, hastanelerde ve hijyen amaçlı olduğu kadar günlük hayatta da yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin; otellerde kullanılan tekstil ürünleri, bebek giyim ürünleri, döşeme gruplarında kullanılan kumaşlar, iç giyim ürünleri, diyabetik çoraplar, mutfak temizleme bezleri, peçeteler, havlular, sporcu kıyafetleri, avcılarının kullandığı giysiler ve çoraplar vs. Japonya, Norveç, İsveç ve Kuzey Amerika gibi gelişmiş ülkelerde bilinçli tüketicilerin hijyen bilincinin artması ve salgınlara karşı korunma çabaları antimikrobiyal tekstillerini aranan ürün grubu haline getirmiştir (Palamutçu vd., 2009).

Antimikrobiyal özellikli uygulamalar; gıda koruma maddelerinde, yara bantlarında dezenfektanlarda ve yüzme havuzu kimyasallarında kullanılmaktadır. Antimikrobiyal maddelerin uygulamalarında en az önleyici konsantrasyon değeri ürünlerin bakteriyel etkinliğini belirlemektedir. Yani sınır noktasını belirtmektedir. Fakat tekstil bitim işlemlerinde yıkama söz konusu olduğundan fonksiyonel özellik kademeli olarak azalmaktadır. Tekstil ürünlerinde antimikrobiyal uygulamalar sürekli yıkamalardan dolayı optimum kullanımı kısıtlamaktadır. Bu sebeple uygun antimikrobiyal korumayı sağlamak amacıyla büyük derişimlerde uygulama yapmak gerekmektedir (Altınay, 2017).

Antimikrobiyal etkili uygulamaların genel olarak şartları aşağıdaki gibidir;

- 1- Geniş ölçekte mikroorganizmaya karşı etki göstermesi

2- İnsanlara en az olacak şekilde toksik olmalı, alerjik etki göstermemeli ve tahriş yapmamalı

3- İnsanların doğal florasındaki patojenik olmayan (derinin pH dengesini sağlayan ve patojenik mikroorganizmaların gelişimini önleyici olan mikroorganizmalar) mikroorganizmalara karşı öldürücü olmamalı

4- Mevzuatlara uygun olmalı

5- Tekstil uygulamalarında antimikrobiyal ürünleri piyasaya arz etmeden önce test standartlarına uygun olmalı

6- Tekstil ürünleri yıkamalara, kuru temizlemelere ve ütüleme vb. bakım ürünlerine dayanıklı olmalı

7- Uygulanan tekstil ürünlerinin kalitesini (tuşe, dayanıklılık, vb.) değiştirmemeli

8- Uygun maliyetle olmalı ve çevreye zarar vermemeli (Altınay, 2017)

2.2.2 Mikroorganizmaların Etkileri

Tekstil ürünlerinde zarar verme noktasında etkili olan mikroorganizmalar özellikle bakteriler ve mantarlardır. Bakteriler spesifik olarak istenmeyen kokulara, mantarlar ise biyo parçalanmaya ve leke oluşumuna sebep olmaktadır. Mantarların çoğalmasını sağlayan en uygun veriler 28°C, pH 2.5-8, bakterilerin çoğalması için ise 37°C, pH 5-6 değerleri uygun olmaktadır. Vücut aktif halde olduğunda belirlenen bölgesel sıcaklık değişimleri bakteri türlerinin çoğalmalarını tetiklemektedir. Bakterilerin besin olarak kullandığı çeşitli gıda artıkları, şeker, protein, yağ ve deri kalıntılarının tekstil ürünlerinin üzerinde oluşması mikrobiyal çoğalmayı artıran bir başka etkeni ortaya çıkarmaktadır (Palamutçu vd., 2009).

Çeşitli tekstil ürünlerinde, ayakkabılarda ve giysilerde mikroorganizmalar aşağıda ifade edilen zararlara neden olabilmektedir;

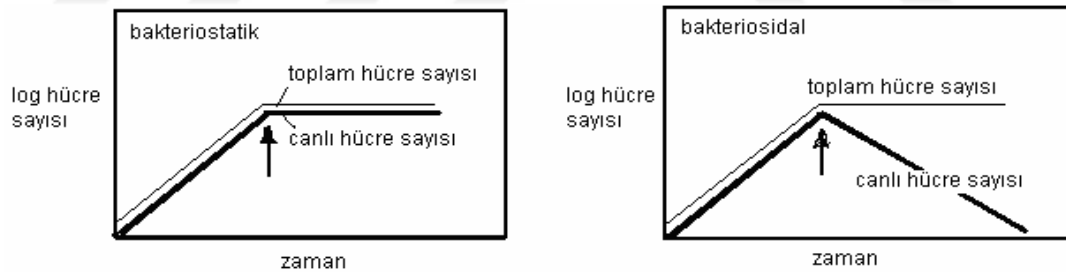
- Küflenme sonucu elyaf bozulması kumaşın zayıflaması; branda yapımında kullanılan bezler, çadır kumaşları, ağlar, ipler, sentetik kumaşlar vb.

- İç çamaşırlarda, çoraplarda ve duş perdelerinde istenmeyen koku oluşumu ve leke izlerinin görülmesi.

- Hastane tekstilleri üzerinde oluşan patojenik enfeksiyonların neden olduğu hijyenik problemler (Palamutçu vd., 2009)

Tekstil ürünleri mikroorganizmaların kumaş yüzeylerine tutunması sonucu (adhezyon) taşıyıcı olabilmektedir. Bu nedenle cerrahi önlükler, hastane önlükleri, hemşire önlükleri, yer döşemeleri ve çarşaf, havlu ve yatak örtüleri gibi tıbbi amaçlı kullanılan giysilerin antimikrobiyal olması oldukça faydalı ve önemlidir (Palamutçu vd., 2009).

Mikroorganizmaların genel yapısı, polisakkarid içeren dış duvar, onun altında bir zar ve en iç kısmında organeller, enzim ve nükleik asit bulunan hücresel yapıya sahip canlılardır. Bu yapıların birçok görevleri bulunmaktadır. Örneğin hücredeki enzimler hücrenin hayatta kalması için ihtiyacı olan kimyasal tepkimelerin meydana gelmesinden, genetik bilgilerin depolanmasından görevli yapılar ise nükleik asitlerdir. Hücrenin yaşamını sürdürebilmesinin ön koşulu, hücre bileşenlerinin birbiriyle uyum ve mükemmellik içinde çalışmasıdır. Mikroorganizmaların öldürülmesini sağlamak için “bakteriostatik” ajanlar ve “bakteriosidal” ajanlar ise çoğalmalarını önlemek amacıyla kullanılmaktadır (Palamutçu vd., 2009).



Şekil 2.1. Bakteriostatik ve bakteriosidal antimikrobiyal etkinlik (Palamutçu vd., 2009).

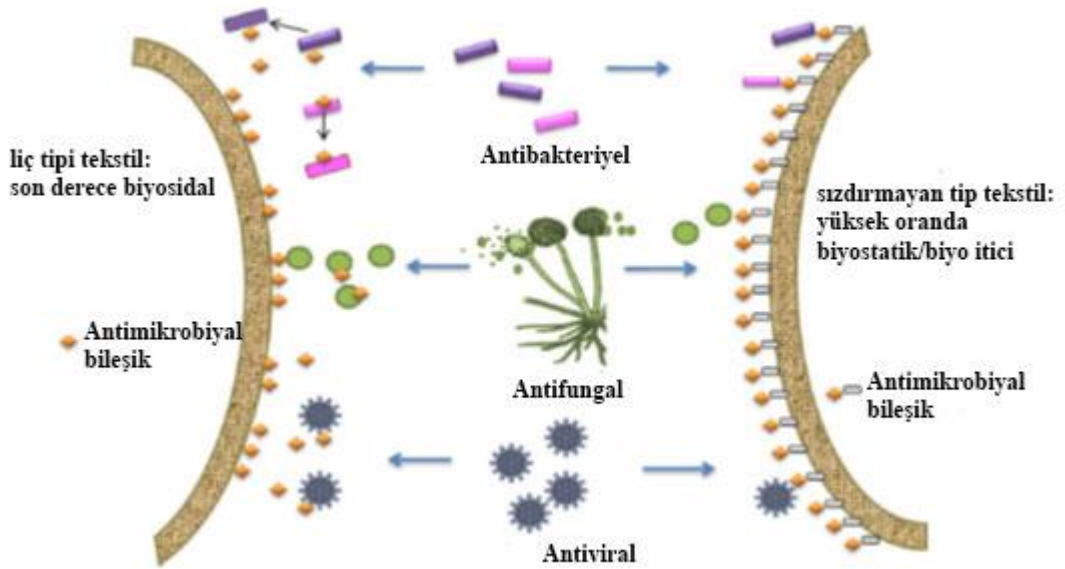
Mikroorganizmaların öldürülmesi ya da çoğalmalarının önlenmesinde kullanılan antimikrobiyal ajanların etki mekanizmaları farklılık göstermektedir. Bunlar şu şekilde ifade edilebilir;

- Protein ve nükleik asit sentezlerinin önlenmesi,
- Hücre duvarı sentezini önlemek,
- Enzim hareketlerinin engellenmesi,

- Mikroorganizmaların hücre duvarına zarar vermek,
- Hücre duvarının kalıcı olarak tahrip edilmesi yöntemleri ile çalışmaktadır (Palamutçu vd., 2009).

2.2.3 Antimikrobiyal Etken Maddeler ve Etki Mekanizmaları

Günümüzde pandemi süreci ile birlikte hijyen beklentisindeki artış tekstil sektöründe kullanılan antimikrobiyal malzeme gelişimini hızlandırmıştır. Bu alanda kullanılan malzemeler birçok farklılık göstermektedir. Bu farklılıklar kullanılan kimyasal maddelerin yapılarına, mikroorganizma üzerindeki çalışma mekanizmalarına, insan sağlığına ve çevreye etkilerine göre değişiklik göstermektedir. Antimikrobiyal etken maddelerin uygulandıkları ürüne tutunma özelliklerine, dış etkilere karşı dayanıklılıklarına, piyasa fiyatlarına ve mikroorganizmalarla etkileşimlerine göre değişiklikler göstermektedirler. Çevre ve insan sağlığı dikkate alındığında özellikle doğadan elde edilen etken maddelerin antimikrobiyal işlemlerde kullanılmasına olan ilgiyi büyük ölçüde artırmıştır (Bilgiç ve Uğur., 2015).



Şekil 2.2. Antimikrobiyal tekstil türleri (Gulati vd., 2021)

Antimikrobiyal tekstil türleri (**Şekil 2.2**): liç tipi, aktif maddeleri güçlü bir şekilde bağladığı için biyostatik veya biyolojik kovucu olabilen liç yapmayan tipe kıyasla aktif maddeleri serbest bırakarak daha biyosidal olabilir (Gulati vd., 2021).

Antimikrobiyal tekstil uygulama işlemleri için birçok bileşik kullanılmaktadır. Bunlar genel olarak;

- Biguanid, alkoller, fenoller ve aldehitler,
- Fotokataliz organo metalik bileşikler,
- Aminler,
- Mineral bileşikler; metal iyonları, metal oksitleri,
- Kuaterner amonyum bileşikleri,
- Doğal kökenli bileşikler olarak ifade edilebilir (Altınay, 2017).

Son yıllarda fonksiyonel uygulama işlemleri olarak uygulanan ve kalıcı özelliğe sahip antimikrobiyal tekstil ürünleri bulunmaktadır. Antimikrobiyal maddeler emdirme, dolgu, püskürtme, çektirme ve köpük işlemleri ile tekstil ürünlerine uygulanmaktadır. Antimikrobiyal özellikli işlemler kumaşın performans ve fiziksel özelliklerini etkilememektedir. Bu uygulama ile kumaşın yapısı, hava geçirgenliği, tuşesi ve mukavemeti değişmemektedir. Enfeksiyonları önlemek iki basamakta gerçekleşmektedir. İlk basamak mikroorganizmaları doğrudan yok etmek diğeri ise kullanıcıların temasını engellemektedir (Altınay, 2017).

2.2.4 Antimikrobiyal Tekstilin Önemi

Antimikrobiyal fonksiyonel maddelerin kovalent bağlarla tekstillere bağlanması uygun şartlarda, uygun reaktif fonksiyonel gruba sahip apre maddeleriyle lifler arasında olmaktadır. Böylece antimikrobiyal bitim işlemiyle tekstil liflerinin yüzeyinden mikroorganizmaların girmesi önlenmektedir. Kovalent bağlanan antimikrobiyal işlemler kaplama yöntemiyle uygulanan işlemlere göre yıkamaya karşı dayanıklılığı daha fazladır. Antimikrobiyal uygulamaların iki farklı faydası bulunmaktadır (Altınay, 2017);

- 1- Tekstilleri, mikroorganizmaların neden olduğu zarar verici etkilerden korumak,
- 2- Tekstili kullanan bireyi hastalığa neden olan etmenlerden korumak veya mikropların oluşturduğu kötü kokuyu ortadan kaldırmaktır (Altınay, 2017).

Hastanelerde hasta yataklarının çarşafı, yatak örtüleri, yastıkları, önlükleri gibi tekstil ürünlerine yerleşen mikroorganizmalar hem hastaya hem de ürünlere zarar verebilmektedir (Direkel vd. 2019).

Hastanelerde görülen enfeksiyonlar, hasta hastaneye geldiğinde hastalık belirtilerinin henüz daha ortaya çıkmadığı, hastanın normal hayatına başladığında ortaya çıkabilen enfeksiyonlardır (Cerkez, 2011). Hastane enfeksiyonları ABD’de en yaygın ölüm nedenlerinden birisidir. Tekstil ürünleri mikroorganizmaların çoğalmaları için oldukça uygun ortamlardır. Mikroorganizmalar uzun bir süre tekstil ürünlerinde hayatta kalabilirler. Bir klinik araştırmada, MRSA ile enfekte hastalara bakan hemşireler tarafından giyilen önlüklerin %65’inin MRSA patojenini içerdiğini bulunmuştur. Antimikrobiyal tekstil ürünleri bu sebeple oldukça önemlidir (Boryo, 2013). Tekstil ürünlerinin birçoğu sürekli olarak hastanelerde, halka açık yerlerde kreşlerde, otellerde, camilerde vb. yerlerde kullanılmaktadır. Bu tekstil ürünleri mikroorganizmaların neden olduğu hastalık ve enfeksiyonlara karşı taşıyıcı rol oynayabilmektedir. Bu sebeple, bulaşıcı etki gösteren maddeler insan sağlığı üzerinde ciddi bir sorun göstermektedir. Oldukça hızlı büyüyen ve gelişen mikroorganizmaların etkisi dikkate alındığında büyük bir tehlike kendini göstermektedir. Bu nedenle, tıp alanında kullanılan tekstil ürünlerinin (sağlık ile ilgili kuruluşlarda, araştırma merkezlerinde kullanılan giysiler, perdeler, önlükler vs.) yer kaplamalarında kullanılan polimerlerin ve yatak malzemelerinin, işçilerin kullandığı üniforma gibi ürünlerin antibakteriyel özellik taşımaları önem arz etmektedir. Bakteriler, hastalıklara yapan (patojenik) ve hastalık yapmayan (patojen olmayan) olmak üzere iki kısımda incelenmektedir. **Tablo 1**’de patojen ve patojen olmayan mikroorganizmaların bazıları gösterilmektedir (Seventekin vd., 2001).

Tablo 1. Patojenik ve patojen olmayan bazı mikroorganizmalar (Seventekin vd., 2001).

Mikroorganizma	Patojenlik	Etkileri
<i>Bacillus subtilis</i>	Genel olarak patojen değildir	Gıdaların bozulması, bazen konjonktivit
<i>Escheria coli</i>	Düşük patojen	Gıdaların bozulması, bazen idrar enfeksiyonu
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	Patojen	Zatürre, idrar torbası enfeksiyonu
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Düşük patojen	Çeşitli enfeksiyonlar
<i>Protus vulgaris</i>	Düşük patojen	İltihaplanmalar
<i>Staphylococcus epidermis</i>	Düşük patojen	Cerrahi yara enfeksiyonları
<i>Staphylococcus aureus</i>	Patojen	Toksit şok, cerrahat toplama, apse, fibrin pıhtılaşması, endocarditis

Fonksiyonel tekstil bir diğer ifade ile teknik tekstilin en önemli bölümü antimikrobiyal tekstildir. Antimikrobiyal tekstil, hastalığa neden olan mikroorganizmaları yok eden ya da çoğalmalarını önleyen maddelerin tekstil materyalleri ile birleştirilerek elde edilen ürünlerdir (Birimoğlu ve Şimşek, 2004). Tekstil ürünleri insan vücudu ile doğrudan temas ettiği için bakteri, mantar gibi mikroorganizmaların üremesine neden olan nem (ter), besin (deri parçaları) ve ısı için uygun ortam kendiliğinden oluşmaktadır (Bilgiç ve Uğur, 2015). II. Dünya Savaşı yıllarında kullanılan pamuktan elde edilen bezler, çadırlar ve askeri araçların kaplandığı örtülerde nem ve ısıya bağlı olarak mikroorganizmaların neden olduğu çürüme, bozulma ve kötü kokuların önlenmesi amacıyla antimikrobiyal etken maddelerin kullanımıyla bu yıllardan itibaren antimikrobiyal tekstil malzemeleri geliştirilmeye başlanmıştır (Palamutcu vd., 2008).

Pandemi süreciyle zirveye ulaşan tüketicilerin hijyen beklentileri tekstil sektöründe kullanılabilecek birçok antimikrobiyal ürün üretilmesini sağlamıştır. Bu ürünlerin birçok farklılıkları bulunmaktadır;

- Kullanılan etken maddelerin yapıları,
- Etki mekanizmaları, insanlara ve çevreye etkileri,
- Etken maddelerin malzemeye tutunma karakteristiklerine,
- Dayanıklılıklarına, piyasadaki fiyatlarına ve mikroorganizmalara karşı etkilerine göre değişebilmektedir.

Çevre bilincinin gelişmesiyle birlikte bitkisel ve hayvansal kökenli doğal etken maddelerin antimikrobiyal tekstil bitim işlemlerinde kullanılması son yıllarda artmaktadır.

Hastalık yapıcı mikroorganizmaların çoğalmalarını etkili oranda önlemek ve insan sağlığına, diğer canlılara, çevreye karşı emniyetli mikrobiyosidal bileşimleri geliştirmek oldukça zordur. Bu konuda diğer önemli bir zorluk birçok mikroorganizmanın geleneksel mikrobiyosidal ajanlara karşı dayanıklılık göstermesidir (Broughton vd., 2001).

Mikroorganizmalar tekstil yüzeylerinde çoğalabildikleri oldukça uygun ortam bulabilmektedir. Mikroorganizmaların insanlara ve tekstil yüzeylerine olumsuz etkilerini gidermek için geliştirilmiş antimikrobiyal tekstil ürünlerinin kullanım amaçları şu şekilde ifade edilmektedir;

- Mikroorganizmaların yayılmasının önlenmesi,
- Enfeksiyon bulaşmasının kontrol altında tutulması,
- Mikroorganizmaların meydana getirdiği kötü kokuların önlenmesi,
- Mikroorganizmaların meydana getirdiği tekstil yüzeylerinde oluşan renk farklılaşması, leke oluşumu ve kalitedeki bozulmanın önlenmesi (Palamutcu, 2008).

Tekstil ürünleri hastanelerde, okullarda, çocuk yuvalarında, otellerde vb. halka açık olan yerlerde kullanılmaktadır. Bu ürünler birçok mikroorganizmanın taşınmasında ve yayılmasında aktif rol oynayabilmektedir. Böylece hastalıkların ve enfeksiyonların kolayca yayılmasında aktif rol oynayabilmektedir. Bu sebeple, tekstil materyallerindeki bulaşıcı mikroorganizmalar insan sağlığı üzerinde ciddi bir tehlike göstermektedir. Ayrıca mikroorganizmaların zaman içerisinde bağışıklık

kazanmasıyla oluşacak etki çok daha önemli bir sorunu ortaya çıkarmaktadır. Böylece, tıbbi tekstil ürünlerinin antimikrobiyal özellik taşıması önem arz etmektedir. Bakteriler çoğalmaları için nem, sıcaklık ve beslenme kaynağına ihtiyaç duyarlar (Tarakçıoğlu vd., 2006). Bu ortam tekstil ürünlerinde oldukça fazla bulunabilmektedir. Tekstil sektörü bakteriler ve mantarlarla ilgilenmektedir. Bakteriler 30-37 °C arasında uygun gelişime sahip olurken, mantarlar için uygun sıcaklık 25-30 °C'dir (Tarakçıoğlu vd., 2006).

İnsan vücudunun yakından temas ettiği tekstil ürünleri iç çamaşırlar ve çoraplardır. Çorapların ve iç giyim ürünlerinin kötü koku oluşumu ve mantar oluşumunda oldukça etkili görevleri olabilmektedir. İnsan cildinde mantar, bakteri gibi mikroorganizmaların çoğalması, ter bezlerinin faaliyeti sonucu salgılanan sıvının yani terin miktarının ve kimyasal içeriğinin yanısıra vücut sıcaklığıyla da yakından ilgilidir. Vücuttan salgılanan ter, özellikle bakterilerin ve mantarların çoğalması için uygun şartları sağlamaktadır. Oluşan ter %99 sudan oluşmaktadır. Ayrıca ter, potasyum, sodyum klorür, protein ve üre gibi maddeleri ihtiva etmektedir (Tarakçıoğlu vd., 2006). Vücuttan atılan ter ilk önce kokusuzdur. Deri yüzeyinde bulunan floradaki bakteriler kötü koku olarak nitelendirilen ter kokusunu ortaya çıkarmaktadır. Oluşan kötü kokunun temel kaynağı bakterilerin yaşamsal faaliyeti sonucu oluşturulan, karboksilik asitler, aldehitler ve aminlerdir (Tarakçıoğlu vd., 2006).

İnsan vücudunda bakteri, mantar ve virüs çoğalmalarında, vücut sıcaklığındaki değişiminle birlikte salgılanan terin ihtiva ettiği su miktarı ve kimyasal içeriği de oldukça önemlidir. İnsan cildinde tüm yüzeye düzgün olarak dağılmış şekilde 2 ile 3 milyon aralığında ter bezleri bulunmaktadır (Tarakçıoğlu vd., 2006).

Koltuk altı, genital bölge ve yüz bölgesinde apokrin adı verilen ter bezleri bulunmaktadır. Ter bezlerinin dağılımları vücut bölgelerine göre değişim göstermektedir. Örnek vermek gerekirse koltuk altı bölgesindeki apokrin ter bezlerinin sayısı ekrin ter bezlerinin sayısından 10 kat fazladır. Apokrin ter bezleri bebeklikten beri bulunur ve ergenlik döneminde aktive olur (Tarakçıoğlu vd., 2006).

Ev tekstil ürünleri mikroorganizmalar için oldukça elverişli ürünlerdir. Halılar bu duruma en iyi örnektir. İnsanların ve evde yaşayan evcil hayvanların günlük

yaşamsal faaliyetleriyle, yiyecek ve içeceklerin halı üzerine dökülmesi gibi nedenlerle bakteriler ve mantarlar halı üzerinde çoğalabilirler. Isıtma ve soğutma sistemlerinin etkisiyle dışarıda bulunan birçok mikroorganizma da ev ortamına katılabilmektedir. Halı üretiminde kullanılan bazı organik kökenli maddelerde mikroorganizmaların besin kaynağı olabilir. Bu maddelere örnek olarak karboksi metil selüloz (CMC), nişasta, doğal lateks vb. verilebilir. Halılarda çoğalan mikroorganizmalar halının çürümesine, renginin solmasına, kötü kokuların oluşmasına neden olabilirler (Blakely, 1991).

Hastaneler, poliklinikler, sağlık ocakları ve diğer sağlık kuruluşlarında özellikle patojen mikroorganizmalar bulunmaktadır. Bunların hem sağlık personeline hem de hastalara bulaşma riski oldukça fazladır. Ölümcül etkisi bulunan HIV virüsü, birçok hepatit türü hastalıklara sebep olan virüsler ve farklı salgın hastalıkların kaynağı olan mikroorganizmalar bunlara örnek verilebilir (Blakely, 1991).

Sağlık kuruluşlarında kullanılan tekstil ürünlerinin patojenik mikroorganizmaların temasından sonra bu mikroorganizmaların çoğalmalarını azaltmak ya da tamamen yok olması arzu edilmektedir. Bu amaçla antimikrobiyal kaplamaların yapılması istenmektedir (Sun, 1999).

Hastanelerde görülen enfeksiyonlarla ilgili tecrübelerimiz olmasına karşın önemli bir antibiyotik olan metisiline dayanıklı *Staphylococcus aureus* türlerinin oluşturduğu enfeksiyonlar tedavi edilmesi bakımından günümüzde ciddi bir sorundur (Takai vd., 2002).

Çevremizde bakteri, algler, mantar, virüsler başta olmak üzere birçok mikroorganizma her zaman bulunmaktadır. Aynı zamanda bu mikroorganizmalar ekosistemin önemli bir parçasıdır. Mikroorganizmalar azot çağında, endüstriyel süreçlerde, sağlıklı insan ve hayvan vücudunun işleyişinde (sindirim, K vitamini sentezi) görülebilmektedir. Mikroorganizmalar ise son derece istenmeyen hastalıklara, kokulara ve malzemelerin yaygın bir şekilde tahrip olmasına (pamuk, bamboo, yün vb. tekstillerin solmasına) neden olmaktadır. Mikroorganizmalar üremek için neme, besinlere ve ısıya ihtiyaç duyarlar. Bu üç fenomen, günlük hayatımızda kullandığımız tekstil ürünlerinde bol miktarda bulunmaktadır. İnsanların ve hayvanların özellikle ev içinde günlük hareketlerinden, halının üzerine dökülen

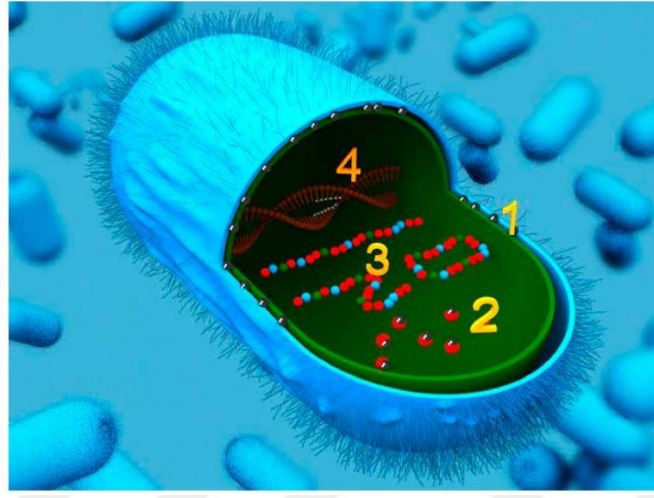
yiyecek ve içeceklerden ve küçük çocukların bıraktığı atıklardan dolayı halı üzerinde bakteri ve mantarlar çoğalmaktadır. Ayrıca ısıtma ve soğutma sistemleri vasıtasıyla havadaki mikroorganizmalar dışarıdan içeriye taşınmakta ve mikroplar halı üzerinde toplanmaktadır. Bu mikroorganizmaların bazı türleri özellikle mantarlar, uygun ortam oluşana kadar uzun süre halı üzerinde sporlar oluşturarak hayatta kalabilirler (Birimoglu, 2010).

Escherichia coli özellikle sığır eti gibi gıdalarda çoğalarak zehirlenmelere neden olmaktadır. Diğer bir bakteri türü olan *Salmonella* ise çiğ ve iyice yıkanmamış kümes hayvanlarının etlerinde hastalıklara neden olmaktadır. *Klebsiella pneumonia*, *Staphylococcus aureus*, maya (yeast) ve diğer birçok mikroorganizma hastalıklara ve deri enfeksiyonlarına sebep olmaktadır (Blakely vd., 1991).

2.3. Gümüşün Antimikrobiyal Özellikleri

Tedavi amacıyla gümüşün ilaç gibi kullanımı binlerce yıldır bilinmektedir. Roma medeniyetinden elde edilen bazı kalıntılarda gümüşün tedavi edici özelliğinden ve kullanımından bahsedilmektedir. Yine bu kalıntılarda gümüş “büyülü iyileştirici” olarak adlandırılmıştır. Roma İmparatorluğunda gümüş su kabı olan askerlerin sefere çıkmasına izin verilirdi. Romalılar gümüş su kaplarının suyu mikroplardan arındırdığını biliyorlardı. Gümüş günümüzde NASA’nın uzay araştırmalarında uzay mekiklerinde aynı amaçla kullanılmaktadır. 19. yüzyıldan daha önce çeşitli tedavi edici uygulamalarda gümüş nitrat kullanılmıştır. Gonoreal oftalmi olarak bilinen ve bebeklerin korneasında oluşan ciddi bir enfeksiyona neden olan rahatsızlığı gidermek için doğumdan sonra bebeklerde hala %1 gümüş nitrat çözeltisi kullanılmaktadır (Birimoglu, 2010). 1800’lü yılların sonlarından itibaren gümüşün çeşitli bileşikleri enfeksiyonlara neden olan bakterilerin çoğalmalarını önlemek ve oluşan rahatsızlıkları iyileştirmek amacıyla kullanılmıştır (Youngs vd., 2005). Gümüş periyodik tabloda 47. elementtir. $^{47}\text{Ag}=1s^22s^22p^63s^23p^63d^{10}4s^24p^64d^{10}5s^1$ elektron yapısına sahiptir, 5s küresindeki tek elektrona sahip olmasından dolayı kimyasal yapısının rubidyuma benzediği düşünülmektedir (Sienko ve Plane, 1983). Tarih boyunca gümüş, günlük yaşamda kullanılan eşyalara dahil edilerek insan hastalıklarının yayılmasını kısıtlamak için sürekli olarak kullanılmıştır. Terapötik amaçlar için kaydedilen en erken gümüş kullanımı, Çin'deki Han Hanedanlığı'na (MÖ 1500) kadar uzanmaktadır (Talapko vd., 2020). Gümüş kaplar ve levhalar

Fenike, Makedon ve Pers imparatorluklarında sıklıkla kullanılmıştır (Alexander, 2009). Orta çağda yüksek sosyoekonomik sınıfların aileleri gümüş kullanımına o kadar aşinaydılar ki, argyria olarak bilinen mavimsi cilt renk değişimleri geliştirmişlerdir (Sim vd., 2018). Aristokrasinin üyelerini tanımlamak için 'mavi kan' terimine yol açmıştır (Davies, 2013). Modern tıp, gümüş nitrat, gümüş sülfadiazin ve koloidal gümüş gibi tıbbi dereceli gümüş formlarını kullanmaktadır (Hill ve Pillsbury, 1939).



Şekil 2. 3. Gümüşün bakteri hücresi üzerindeki etkisi (Sim vd., 2018).

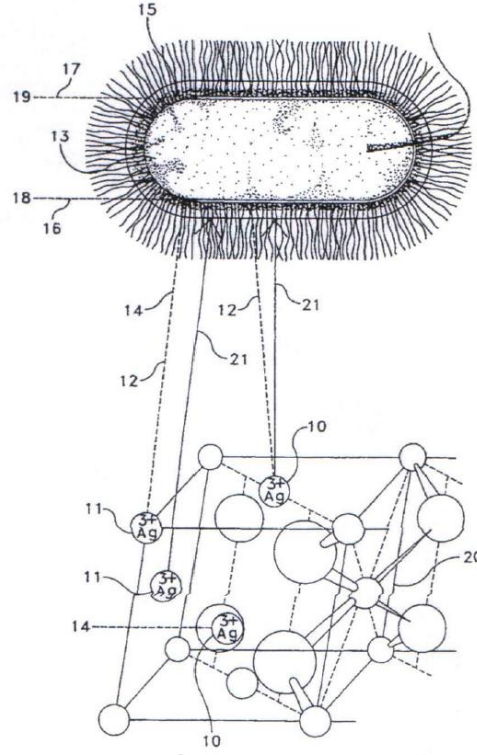
2.3.1. Gümüşün Mikropları Yok Etme Mekanizması

Gümüş, tüm metaller arasında en yüksek yansıtıcılığa sahip olduğu bilinen yumuşak ve parlak bir geçiş metalidir (Sim vd., 2018). Gümüşün bakteri hücresi üzerindeki etkisi Şekil 2.3'te gösterilmiştir. Buna göre;

1. Gümüş, peptidoglikan hücre duvarını delebilir.
2. Gümüş, hücre solunum döngüsünü engeller.
3. Gümüş ile temas halinde metabolik yollar da engellenir.
4. Hücrenin replikasyon döngüsü, DNA ile etkileşim yoluyla gümüş parçacıkları tarafından bozulur (Sim vd., 2018).

Birçok yararlı özelliği arasında, gümüşün antimikrobiyal etkinliğe sahip olduğu kabul edilmektedir (National Institute of Standards and Technology). Gümüşün yüzyıllardır antimikrobiyal bir ajan olduğu bildirilmiştir (Murphy vd., 2015). Şu

anda, cerrahi aletleri ve kateterleri bakterilerden korumak için gümüş kaplamalar kullanılmaktadır (Schierholz vd., 1998). Son zamanlarda, tasarlanmış gümüş nanopartiküllerin (Ag-NPs), sitotoksiste göstermeden bakterileri etkili bir şekilde inaktive ettiği bildirilmektedir (Ayala-Núñez vd., 2009; Makvandi vd., 2020; Astaneh vd., 2022). Gümüşün, monoatomik iyonik durumuna (Ag^+) dağıldığında, yani sulu ortamlarda çözünür olduğunda biyolojik olarak aktif olduğu bilinmektedir (Hoffman vd., 1953). Bu, yaraları tedavi etmek için sıklıkla kullanılan gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin gibi iyonik gümüş bileşiklerinde görülenle aynı formdur (Fong and Wood 2006). Gümüşün başka bir formu, doğal nanokristal formudur (Ag^0). Metalik (Ag^0) ve iyonik formlar ayrıca oksijen veya metaller gibi diğer elementlerle gevşek bir şekilde ilişkili görünmekte ve kovalent bağlar veya koordinasyon bileşikleri oluşturabilmektedir (Fong and Wood 2006). Bugüne kadar, gümüşün mikroplar üzerinde etkili olduğu bilinen üç mekanizma vardır. İlk olarak, gümüş katyonlar peptidoglikan bileşeni ile tepkimeye girerek gözenekler oluşturabilir ve bakteri hücre duvarını delebilir (Jung vd., 2008). İkincisi, gümüş iyonları bakteri hücrelerine girerek hem hücresel solunumu inhibe etmekte hem de metabolik yolları bozarak reaktif oksijen türlerinin oluşmasına neden olmaktadır (Morones-Ramirez vd., 2013). Son olarak, bir kez hücreye giren gümüş (**Şekil 1**), DNA'yı ve onun replikasyon döngüsünü de bozabilmektedir (Yakabe Vd., 1980). Yakın zamanda yayınlanan bir derleme, gümüş nanoparçacık hazırlama yöntemleri ile birlikte gümüşün bakterisidal mekanizmaları hakkında daha fazla ayrıntı içermektedir (Möhler vd., 2018 ; Sim vd., 2018).



Şekil 2. 4. Gümüşün antimikrobiyal etkisinin gösterimi (Antelman, 1992).

Gümüş bileşikleri, yeni doğan bebeklerde göz kapağı iltihabını önlemek için seyreltik solüsyonda göz damlası olarak kullanılabilen, hem gümüş nitrat hem de gümüş proteinat dahil olmak üzere antiseptik olarak harici preparatlarda kullanılmıştır (Seku vd., 2018). Gümüş nitrat bazen dermatolojide nasır ve siğiller gibi belirli cilt rahatsızlıklarını tedavi etmek için kostik "ay kostiği" olarak katı çubuk formunda da kullanılmaktadır. Ek olarak, gümüş nitrat, belirli laboratuvar ortamlarında hücreleri boyamak için kullanılır (Lansdown, 2006; Kokura vd., 2010).

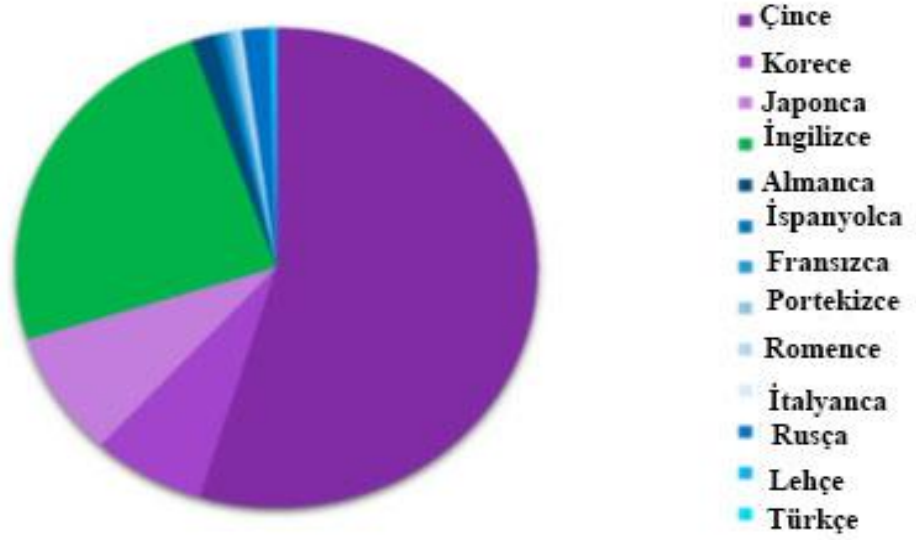
Tekstil malzemelerinin gümüş içeren kaplamalarla işlenmesi, özellikle yüksek fiyatlı ürünlere yol açan medikal sektöründeki olası uygulamalar nedeniyle ekonomik olarak büyük ilgi çekmektedir (Mahltig vd., 2011). Gümüş modifiye edilmiş tekstiller, örneğin atopik dermatitin (Juenger vd., 2006) tedavisinde kullanılmakta veya antimikrobiyal yara bandaj malzemeleri için oldukça ilgi çekicidir. Gümüş ayrıca, antimikrobiyal etkileri ve bileşenlerin korunmasını artırmak amacıyla kozmetikte de kullanılmıştır (Seku vd., 2018).

Gümüş nanoparçacıklar yaklaşık 20 ila 15.000 gümüş atomundan oluşur ve çapları genellikle 100 nm'den küçüktür. Büyük bir yüzey-hacim oranı sayesinde, düşük konsantrasyonda bile önemli antimikrobiyal etkinliği temsil etmektedir. Daha doğrusu gümüş iyonları, elektrostatik çekim ve kükürt proteinlerine afinitesi sayesinde hücre duvarına ve stoplazmik membrana yapışabilir (Hamidian vd., 2021). Hücre duvarına yapışan iyonlar stoplazmik zarın geçirgenliğini arttırabilir ve bakteri zarının bozulmasına neden olabilir (Yin vd., 2020). Ek olarak, gümüş nanopartiküller uygun maliyetlidir ve düşük sitotoksikite ve immünolojik tepki göstermiştir. Bu nedenle, ilaç dağıtımı, tıbbi görüntüleme ve moleküler teşhis gibi birçok potansiyel biyomedikal uygulamada kullanılmıştır (Hamidian vd., 2021).

2.3.2. Antimikrobiyal Ürünlerde Gümüşün Kullanımı

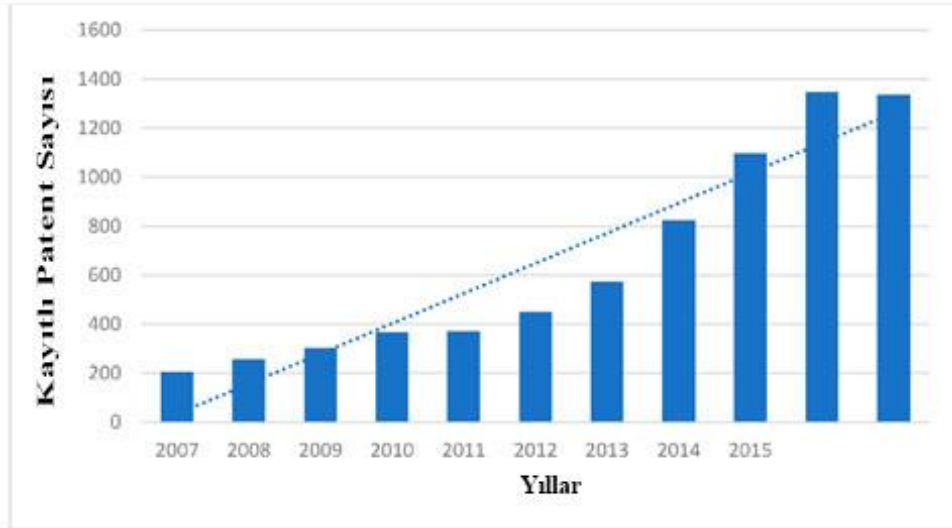


Şekil 2. 5. Gümüş uygulanmış yara bandı (Sim vd., 2018).



Şekil 2. 6. Son on yılda antimikrobiyal gümüş içeren patent kayıtlarının dilinin analizi (Sim vd., 2018).

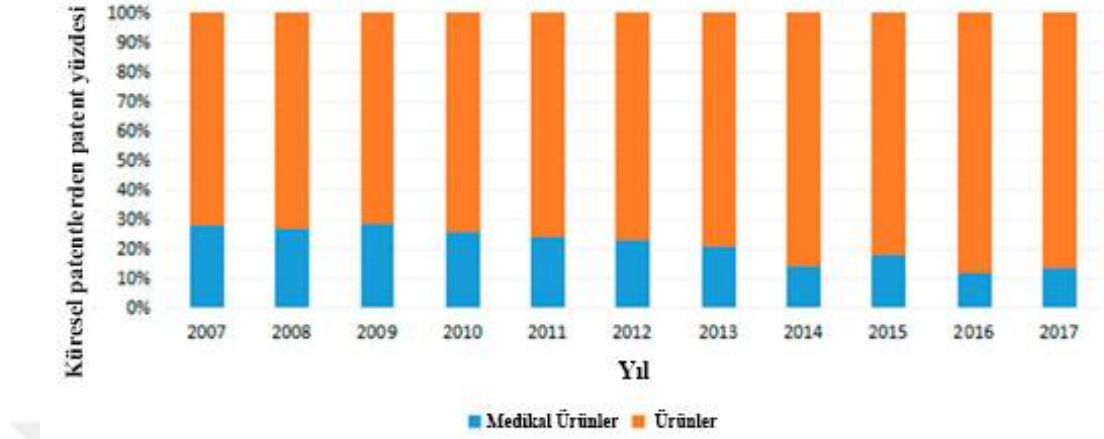
Şekil 2.6'dan elde edilen veriler, Şekil 2.7'de gösterildiği gibi, her dil altında tescilli patentleri ortaya çıkarmak için daha ayrıntılı olarak incelenebilir. Bu analiz, antimikrobiyal gümüş ürünleri talep eden patentlerin ağırlıklı olarak Asya ülkeleri tarafından sağlandığını ve Çin (%55), Kore (%7) ve Japonya'nın (%8) tablonun %70'ini oluşturduğunu göstermektedir. İngilizce olarak tescil edilen patentler %25'i oluştururken, diğer %5'i çeşitli Avrupa dillerinde patent tescilleridir (Sim vd., 2018).



Şekil 2.7. Son on yılda antimikrobiyal gümüş uygulamalarını içeren yıllık patent kayıtlarının trend analizi (Sim vd., 2018).

Gümüşün uygulamasını kullanım alanına göre değerlendirildiğinde Şekil 2.8'deki analize göre, her yıl patentlerin sadece yaklaşık %20'si gümüşün tıbbi kullanımlarını

talep etmektedir. Bu, patentli gümüş başvurularının yaklaşık %80'inin evsel, tarımsal ve endüstriyel kullanımlar için olduğu anlamına gelmektedir (Sim vd., 2018).



Şekil 2. 8. Diğer tüm uygulamalara kıyasla tıp alanında kullanılan gümüş için dünya çapında kayıtlı toplam patent sayısı (Sim vd., 2018).

2.4. Juglon

Son yıllarda teknolojinin gelişmesiyle birlikte çevre kirliliği artarak insanoğlunun geleceğini tehdit etmektedir. Günümüzde tekstil endüstrisinde uygulanmaya başlayan çevresel yaklaşımlar doğal ürünlerin kullanımını değerli kılmaktadır (Bebekli,1998). Günümüzde ceviz yan ürünlerinin araştırılması ve işlenmesi ile ilgili birçok çalışma bulunmaktadır (Popovici, 2013). Ceviz yaprakları, yeşil kabukları ve zar septumu, sağlık bakımı bileşiklerinin kaynağı olarak kabul edilir ve geleneksel tıpta yaygın olarak kullanılmaktadır (Popovici, 2013). Bu yüzden bitkilerden elde edilen ürünlerin kullanımı oldukça değer kazanmıştır. Ülkemizde büyük üretimi olan ceviz meyvesinin kabuğunda bol bulunan juglon etken maddesinin değerlendirilmesi önemlidir. Naftokinonlar büyük ölçüde bitkilerde, mikroorganizmalarda ve bazı hayvanlarda bulunur. Bu bileşikler, kozmetikler, kumaşlar, gıdalar için renklendiriciler gibi çeşitli kültürlerde ve antitümör, anti-inflamatuar ve antimikrobiyal ajanlar dahil tıbbi amaçlar için yaygın olarak kullanılmaktadır (Thomson, 1971; Masuda vd., 1987; Papageorgiou vd., 1999; Brandelli 2004).



Şekil 2. 9. Juglon ve poli(ε-kaprolakton) kompozit filmlerinin ve kimyasal yapılarının görüntüleri (Hoş vd.,2021)

Kinonlar, halkalı konjüge endionlardır. Aromatik bileşik olmamalarına rağmen aromatik bileşiklerle yakın ilişkileri vardır. Metabolizmada önemli rolü olan iki doğal kinon plastokinon ve koenzim Q'dur (Tüzün, 1996). Naftokinonlar, antibiyotik, antiviral, antifungal, antiparazital, anti-inflamatuar, antiproliferatif ve sitotoksik etkiler dahil olmak üzere çok çeşitli biyolojik etkilere sahip ilginç bileşiklerdir (Oramas-Royo vd., 2013; Bustamante vd., 2014; Tabrizi vd., 2016a). Biyolojik etkinlikleri ve manyetik özellikleri bakımından komplekslerine olan ilgi her geçen gün artmaktadır (Gokhale vd., 2003, 2006; Neves vd., 2009; Tabrizi vd., 2016a). Naftokinonların bazı örnekleri, plumbagin, juglone (Jug), lapachol ve rhinacanthone antitümör özellik göstermektedir (Thirumurugan vd., 2000; Tiwari vd., 2002; Polonik vd., 2003; Ravelo vd., 2004; Tabrizi vd., 2016a). Naftokinon yapısına sahip doğal boyarmaddelerden bazıları, kınada bulunan lavson ve cevizin yeşil kabuklarında bulunan juglondur (**Şekil 2.12**). Lavson, 2-hidroksi-1,4-naftokinondur. Genellikle Arap yarımadasında yetişen bir bitkinin yapraklarından elde edilen kınada (*Lawsonia inermis*) bulunur. Juglon, kırsal kesimde yünü kahverengiye boyamak için kullanılır (Tüzün, 1996).

Tekstil işleme endüstrisi en büyük çevre kirleticilerinden birisidir. Bir ton tekstili işlemek için 230 ila 270 ton su kullanmak gerekebilir. Üretilen atık su, tekstil işleme sırasında kullanılan ağır kimyasalları içerebileceğinden çevreyi kirletir (Mirjalili vd., 2011). Son yıllarda, birçok çalışma jüt, keten, yün, ipek ve pamuk gibi doğal liflerden oluşan ürünlerin bitkilerden elde edilen boyalarla boyandığını bildirmiştir (Ali vd., 2009; Perumal vd., 2009; Samanta vd. 2009). Bitkilerden elde edilen

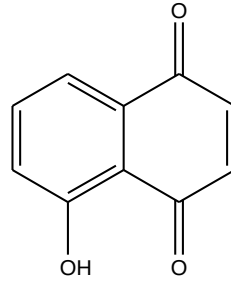
boyalar, sentetik boyalarla karşılaştırıldıklarında çoğunlukla çevre dostu, biyolojik olarak daha fazla parçalanabilir, daha az toksik ve daha az alerjiktir (Sarkar vd., 2003; Doğru vd., 2006; Kumbasar vd. 2009). Doğal boyaların çoğu güvenlidir ve hatta bazılarının iyileştirici etkileri vardır, örneğin ceviz antibakteriyel özelliklere sahiptir (Oliveira vd., 2008; Singh 2005).

Cevizin yeşil dış kabuğunun yapısında bulunan juglon (5-hidroksi-1,4-naftalendion) (**Şekil 2.10**) etken maddesi antimikrobiyal özellik göstermektedir (Strugstad ve Despotovski, 2012). Juglon etken maddesi pamuk kumaşlar üzerine uygulanarak daha özellikli ürünlerin elde edilmesi mümkündür. Juglon, eski halk ilaçlarında kullanılan ve şu anda sitotoksik etkileriyle ilgilenilen biyolojik etkinliklere sahip ceviz gibi bitkilerden elde edilebilen doğal bir etken maddedir (Defant vd., 2013).

Juglon çoğunlukla ceviz meyvesinin kabuğunda ve yapraklarında bulunmaktadır (Mohammad ve Karimi, 2013).

Juglon ceviz kabuklarından ekstraksiyon yöntemiyle kolaylıkla ve yüksek verimle elde edilebilir. Juglon kadim tarihten beri birçok medeniyette saç boyası, tekstil ürünlerinin boyası ve zararlıların uzaklaşması için kullanılmıştır. Juglon (5-hidroksi-1,4-naftokinon) herbisit özellikleri ile gıda ve kozmetik endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bir boyadır (Mohammad ve Karimi, 2013).

Gıda endüstrisinde, juglon ayrıca C.I. Doğal Kahverengi 7 ve C.I. 75.500 olarak bilinmektedir.



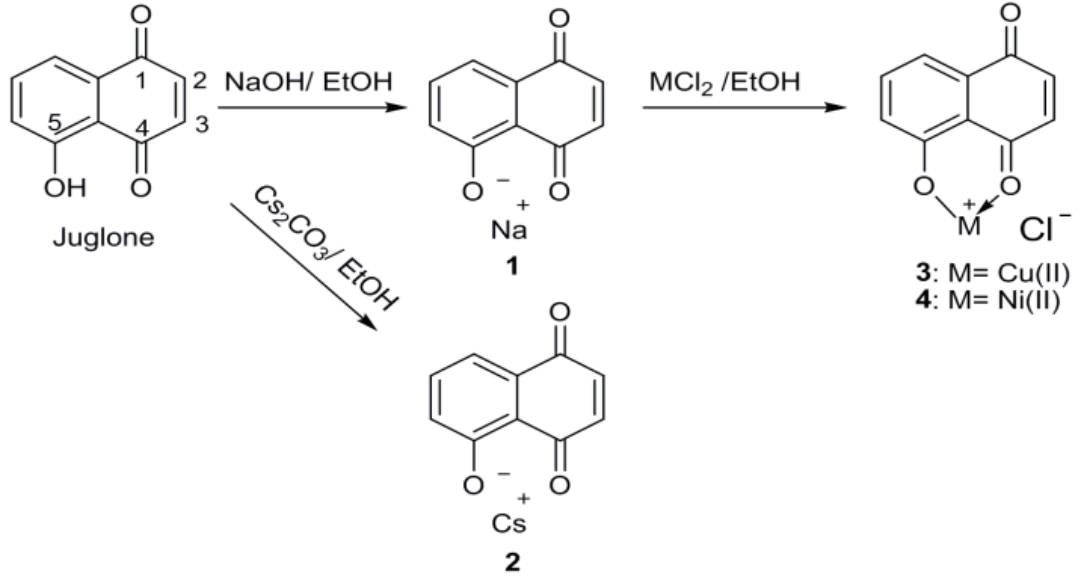
Şekil 2. 10. Juglon (5-hidroksi-1,4-naftalendion)

Bitkilerden elde edilen boyarmaddeler, doğada bulunan ya da yetiştirilen bitkilerin tohum, kök, meyve, yaprak, çekirdek ve kabuk gibi bölümlerinden çeşitli yöntemlerle elde edilen doğal boyarmaddelerdir. Bu boyarmaddelerin genel olarak kimyasal yapıları naftalin türevlerinden meydana gelmektedir. Asit tepkimesi gösteren bu sınıfa giren tüm boyarmaddelerin yapılarında fenol grubu bulunmaktadır.

Yünden elde edilen ipliklerin boyanmasında kullanılmaktadır (Taşcılar vd., 1986; Doğru vd., 2006). Ceviz (*Juglans regia*) bu sınıfa ait olan bitkilerdendir. Ceviz bitkisinin kök, ağacın meyve kabukları ve öz kısımları halı, kilim boyamacılığında doğrudan kullanılır. Ceviz bitkisi yapısında boyama işlemini gören kimyasal boyarmadde, juglon adı verilen 5-hidroksi-1,4-naftalendiondur. Juglon $C_{10}H_6O_3$ 150-155 °C de eriyen sarı-kırmızı-siyah veya kahverengi iğneler halindedir. Juglon etken maddesi, ceviz meyvesinin yeşil kabuklarında, yapraklarında ve meyvelerinde bulunan hidrojuglonun oksidasyonundan oluşmaktadır. Dış kabuk ve meyve doğrudan juglonu içermektedir (Bebekli,1998).

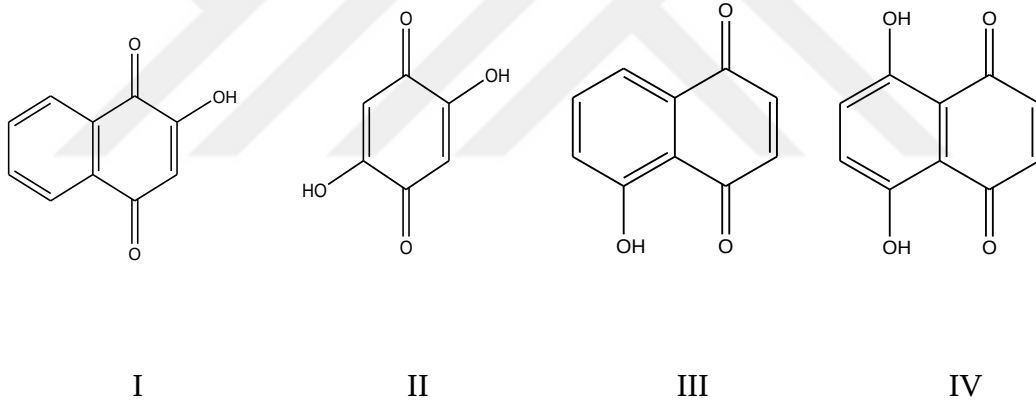
2.4.1 Juglonun Metal Kompleksleri

Araştırmacılar, çeşitli insan hastalıklarını tedavi etmek için ilaç olarak metal komplekslerinin kullanımına büyük ilgi göstermiştir (Seku vd., 2018). Metal ve metal-ilâç komplekslerinin tıbbi kullanımları ve uygulamaları ticari önemi nedeniyle klinik olarak artmaktadır. İlaç olarak metal komplekslerinin karakterizasyonu ve biyolojik etkinliğinin değerlendirilmesi (Sadeek vd., 2011; Power ve Phillips 1993) önem kazanmıştır. β -diketon yapısına sahip juglon gibi bileşiklerin, donör atomlarıyla metal iyonlarının iyi koordine oldukları bilinmektedir (Sarioğlu vd., 2016; Sarioğlu vd., 2019; Sarioğlu vd., 2022; Tabrizi vd., 2016b). İki değerlikli Ni(II), Pb(II), Zn(II), Co(II) ve Cu(II)'nin juglonla kompleks eldesi yapılarak termal ve spektral çalışmaları yapılmıştır (**Şekil 2.11**) (Pawar vd., 2012; Pawar vd., 2015; Defant vd., 2013). Mn (II) juglon kompleksi hazırlanarak *Bacillus* ve *Staphylococcus aureus* türlerine karşı in vitro testleri yapılmıştır. Metal komplekslerinin ligandan daha fazla antimikrobiyal etkinliğe sahip olduğu bildirilmiştir (Pawar vd., 2012).



Şekil 2. 11. Juglonun metal komplekslerinin hazırlanması (Defant vd., 2013)

Yapılan bir çalışmada iki değerlikli bakır, çinko, bakır, nikel ve kurşun ile lavson ve juglonun şelatlarının termal ve spektral özellikleri araştırılmıştır.



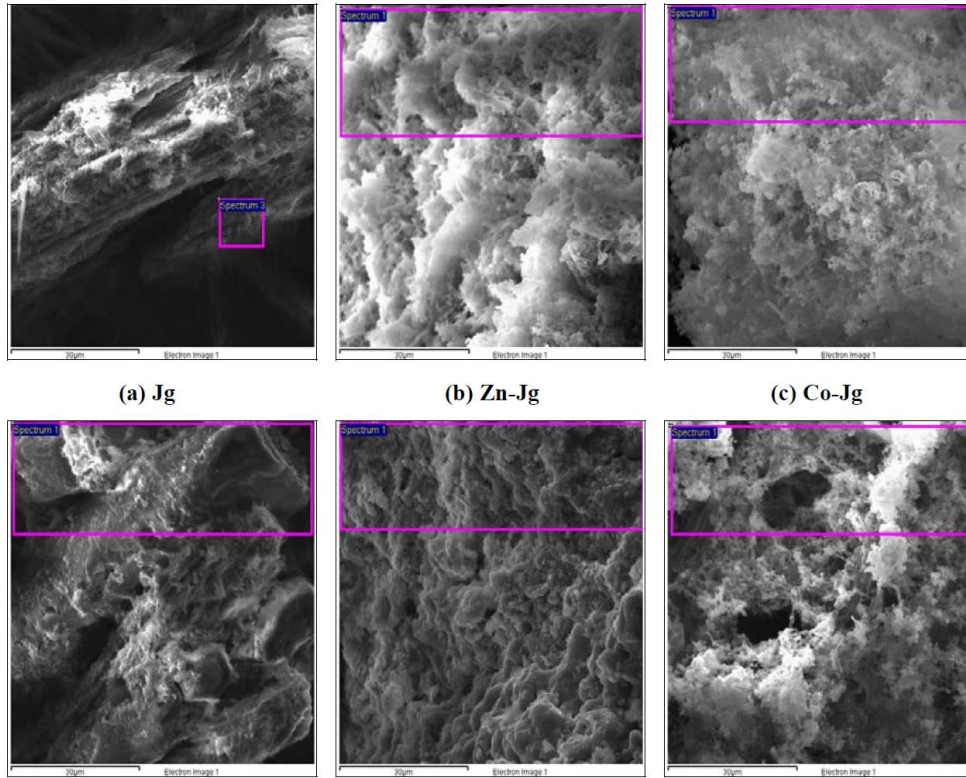
Şekil 2. 12. Lavson (I), 2,5-dihidroksi p-benzokinin (II), juglon (III) ve naftazarin (IV) (Bottei, 1970).

Bu şelatların özellikleri, daha önce çalışılan 2,5-dihidroksi-p-benzokinin ve naftazarin polimerik şelatları ile karşılaştırılmıştır (Bottei, 1970). Bu ligandların berilyum şelatlarını hazırlamak için birkaç başarısız girişimde bulunulmuştur. Çalışmada lavson ve juglone şelatlarının tümü, suda ve etanolde az çözünür olan kompleksleridir. Kurşun-lavson şelat hariç tüm şelatlar (1:2) metal-ligand stokiyometrik oranda bileşimlere sahiptir (Bottei, 1970). Kurşun şelat, kurşun lavson oranı (1:1) olan bir asetat çift tuzudur. IR sonuçlarına bakıldığında bakır, kobalt, nikel ve çinko şelatlarının tümü, O-H gerilme pikinin göstergesi olan 3400 cm⁻¹ geniş absorpsiyon göstermektedir. Bunun nedeni, kobalt, nikel ve çinko şelatları için

koordineli su veya bakır şelatlar için merkez atoma bağlı su moleküllerinden kaynaklanmaktadır. Kurşun-lawsone asetatın spektrumu, bu bölgede hiçbir pik görünmediği için şelatın susuz olduğunu göstermektedir. Serbest karbonil ve hidrojen bağlı karbonil, sırasıyla 1670 ve 1632 cm^{-1} görülmektedir (Bottei, 1970).

Pawar ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada, $\text{M}[\text{Jg}]_2$ tipinde, $\text{M} = \text{Hg}, \text{Zn}, \text{Pb}, \text{Cd}, \text{Sn}$ ve 5-hidroksi-1, 4-naftokinon (Jg, Juglone) olan beş metal şelat sentezlenmiştir. Tüm şelatlar, element analizi, FTIR, X-ışını kırınımı, elektronik spektrum, termogravimetri, diferansiyel termal analiz ve EDX analizi ve elektron mikroskobu gibi modern yöntemlerle karakterize edilmiştir. Tüm şelatların renkli olduğu bulunmuştur. Bu şelatlar 500 $^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar termal olarak kararlı ve tamamı kristal yapıdadır ve bu kristallerin triklinik kristal yapısına sahip olduğunu gösteren kristalografik parametreler hesaplanmıştır. Jg, Zn-Jg ve Pb-Jg'nin parçacık boyutu sırasıyla 104, 52 ve 39 nm'dir. Ligand ve metal şelatlar, gram pozitif, gram negatif ve antifungal aktivite üzerinde antimikrobiyal aktivite için taranmış ve sonuçlar standart *cis*-Pt bileşiği ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlar cesaret verici olarak bildirilmiştir (Pawar vd., 2012).

Çinko, kadmiyum, civa, kalay ve kurşun şelatlar, C-H gerilme bandının göstergesi olan 3073-313 cm^{-1} aralığında absorpsiyon göstermiştir. OH gerilme bandı için yalnızca Cd-Jg 3525 cm^{-1} de absorpsiyon göstermektedir. Serbest karbonil ve hidrojen bağlı karbonil, sırasıyla 1665 ve 1643 cm^{-1} 'de görülmektedir. Metal şelatlar, spektrumları Jg'nin (Juglon) kendisine benzer olan 1700 ila 1000 cm^{-1} 'de birçok güçlü bant göstermiştir. Bunlar şelatlı karbonil gerilme bandından kaynaklanmaktadır ve şelatlar için şelatlamadan kaynaklanan nispi kaymalar belirlenmiştir (Pawar vd., 2012).



Şekil 2. 13. (a) Jg, (b) Zn-Jg, (c) Cd-Jg, (d) Hg-Jg, (e) Sn-Jg and (f) Pb-Jg SEM görüntüleri (Pawar vd., 2012)

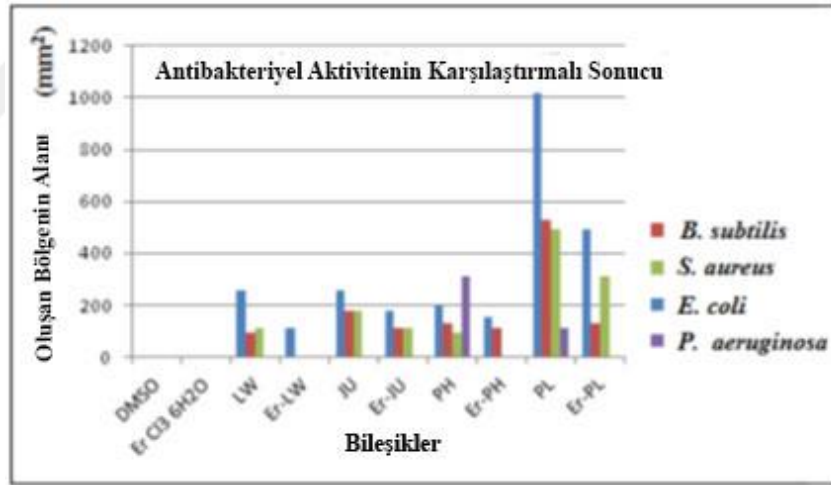
Tablo 2. 5-hidroksi-1, 4-naftokinon (Jg) ve metal şelatlarının antimikrobiyal etkinlikleri (mm olarak inhibisyon zonu çapı) (Pawar vd., 2012)

S. No.	Bileşik	<i>Escherichia coli</i>	<i>Bacillus subtilis</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>	<i>Klebsiella pneumoniae</i>	<i>Candida albicans</i>
1	DMSO					
2	Jg	17	28	Nil	Nil	Nil
3	Zn-Jg	Nil	19	13	17	Nil
4	Cd-Jg	17	14	14	Nil	13
5	Hg-Jg	20	32	Nil	14	35
6	Sn-Jg	Nil	13	13	14	14.5
7	Pb-Jg	16	19	Nil	16	12
8	Cisplatin	18	13	20	No test	Nil

Metal şelatlar, mikroorganizmaların çoğuna karşı iyi etkinlik göstermiştir. Çalışmalar, metal şelatların metal içermeyen liganda göre antimikrobiyal etkinliği arttırabildiğini göstermektedir. Metal şelatların, esas olarak kısmi paylaşım nedeniyle metal iyonunun polaritesini azalttığına cevap vermektedir. Donör grupla olan pozitif değişimi ve muhtemelen koordinasyon sırasında oluşan tüm şelat halka sistemi içinde meydana gelen δ elektron delokalizasyonu ve merkezi metal atomunun lipofilik yapısının artmasıyla sonuçlanmaktadır. Membranın lipoid tabakasından

nüfuz etmesini desteklemektedir. Geçiş metali şelatları, metal iyonu etrafındaki elektrostatik alanı artıran daha fazla sayıda δ elektronundan kaynaklanabilen yüksek derecede inhibisyona sahiptir. Sonuçlar standart cisplatin bileşiğinden daha iyidir (Pawar vd., 2012).

Yapılan diğer bir çalışmada, Lawsone, Juglone, Phthiocol, Plumbagin ve bunların Er(III) metal şelatları hazırlanmıştır (Shinde ve Wadekar, 2017). Ligand ve şelatların kimyasal bileşimi, mikroanaliz ve termogravimetrik analiz ile elde edilerek spektroskopik incelemeler, IR spektroskopisi ve UV-görünür spektroskopisi yardımı ile yapılmıştır. Şelatların morfolojik değişiklikleri SEM görüntülerinden incelenmiştir. Ligandların ve metal şelatlarının antibakteriyel etkinliği, dört bakteri suşuna karşı incelenmektedir; *Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*. Spektral, termal ve antibakteriyel özellikler, izomerik şelat çiftleri içindeki halka izomerizmine özel referansla incelenmiştir (Shinde ve Wadekar, 2017).

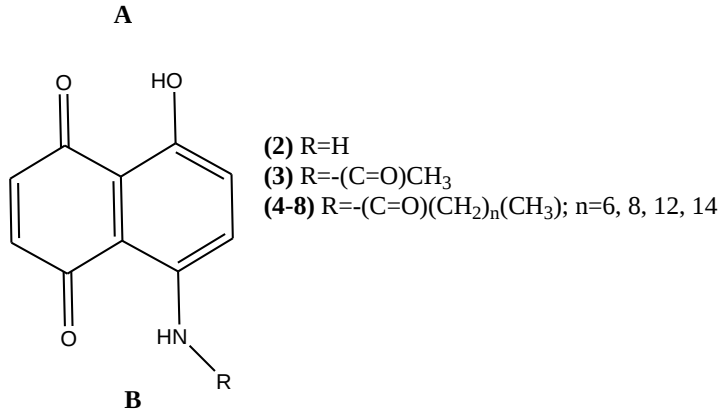


Şekil 2. 14. Juglonun ve Er(III) Juglonatlarının Antibakteriyel Etkinliklerinin Karşılaştırılması (Shinde ve Wadekar, 2017).

Çalışmada, Lawsone, Juglone, Phthiocol ve Plumbagin ligandları *E.Coli*, *B.Subtilis* ve *S.aureus*'a karşı önemli etkinlik sergilemiştir. Dört ligand arasında phthiocol ve plumbagin, *P. aeruginosa*'ya karşı orta derecede etkinlik sergilerken, Lawson ve Juglon aynı mikroorganizma için hiçbir etkinlik göstermemiştir. Ligand Plumbagin, *P. aeruginosa* hariç, seçilen üç bakteriye karşı en yüksek antimikrobiyal etkinliği göstermiştir. Birçok ilaca dirençli bir suş olan *P. aeruginosa*'ya karşı Phthiocol'ün 1.5 mg/ml konsantrasyonda (314 mm²) etkinliğinin, Plumbagin'den (113 mm²) daha

yüksek olduğu dikkat çekmektedir (Shinde ve Wadekar, 2017). Erbiyum kompleksi, dört mikroorganizmaya karşı sıfır etkinlik göstermiştir. Genel olarak, ligandın antibakteriyel etkinliği, ilgili şelatlarından daha fazladır. Gram negatif bakterilere (*E.Coli*) karşı inhibisyon zonu, gram pozitif bakterilere (*B.Subtilis*, *S.aureus*) göre daha büyüktür. **Şekil 2. 14** 'te gösterildiği gibi. Tüm Er(III) Juglonatlar, *E-Coli*'ye karşı kayda değer etkinlik göstermektedir. Er(III) Lawsonate dışında *B.Subtilis*'e karşı orta düzeyde etkinlik göstermiştir. *S.aureus*'a karşı sadece Er(III) Juglonat ve Er(III) Plumbaginat etkinlik gösterirken, *P. aeruginosa*'ya karşı dört şelatın etkinliği azalmıştır. Şelatların halka boyutunun etkinlik üzerindeki etkisi açıkça görülmektedir. Altı membranlı halka şelatları Er-Juglon ve Er-Plumbagin, **Şekil 2. 14**'te gösterilen üç mikroorganizmaya karşı sırasıyla beş üyeli halka şelatlarından Er-Lawsone ve Er-Phthiocolden daha fazla etkinlik göstermesi dikkat çekmektedir (Shinde ve Wadekar, 2017).

Brandelli ve arkadaşları (2004) tarafından yapılan diğer bir çalışmada, 1,4-naftokinonların antimikrobiyal etkinliği üzerine metal kompleksleşmesinin etkisi araştırılmıştır. 5-amino-8-hidroksi-1,4-naftokinon (2) ve acil türevlerinin (3-8) nikel-, krom-, demir-, bakır- ve kobalt içeren metal şelatları sentezlenmiş, karakterize edilmiş, ve antimikrobiyal etkinlikleri değerlendirilmiştir.



Şekil 2. 15. Test edilen naftokinonların kimyasal yapıları (Brandelli, 2004).

Metal iyonu, ligand (2) için B bölgesi ve asil türevleri (3 ila 8) için A bölgesi aracılığıyla koordine olur (Brandelli, 2004).

Çalışmada kızılötesi spektroskopisinden elde edilen veriler, naftokinonların (2) için oksijen ve nitrojen atomları aracılığıyla ve ligandlar açıl türevleri (3-8) olduğunda oksijen atomları aracılığıyla koordine olduğunu göstermektedir. Antimikrobiyal aktiviteye yönelik duyarlılık testleri, (2) ve asil türevlerinin *Staphylococcus aureus*, *Streptococcusuberis* ve *Bacillus cereus* gibi patojenik bakterilerin büyümesini inhibe etmede etkili olduğunu, ancak gram negatif bakterilerin olmadığını göstermiştir. Metal kompleksleşmesi genellikle biyolojik aktivitenin azalmasına neden olmuştur. 2'lik nikel kompleksi, 375 ila 1400 mg/ml arasında değişen MİK (Minimum İnhibisyon Konsantrasyonu) değerleri göstererek gram pozitif bakterilere karşı etkili olduğu görülmüştür. Metal şelatlar, 1,4-naftokinonların bu bakteriler üzerindeki antimikrobiyal mekanizmasının anlaşılması için faydalı olabileceği düşünülmektedir. Çalışmada Cr(III) hariç tüm şelatlar iki değerlikli metallere elde edilmiştir. Nötr kompleks bileşikler oluşmakta ve ince tozlar olarak izole edilmektedir (Brandelli vd., 2004).

Tablo 3. 5-amino-8-hidroksi-1,4-naftokinon metal-şelatların duyarlılık testi (Brandelli vd., 2004).

Mikroorganizma (Numune Sayısı)	Bileşik					
	2	Ni(2)	Co(2)	Fe(2)	Cu(2)	Cr(2)
<i>S.aureus</i> ATCC25923	23	18	14	14	-	-
<i>S.aureus</i> (10)	21	16	14	12	-	-
<i>S.intermedius</i> (5)	26	18	14	15	-	-
<i>S.epidermidis</i> (10)	21	16	15	-	-	-
<i>B.cereus</i> (4)	18	11	-	-	-	-
<i>S.uberis</i> (3)	19	17	14	-	-	-
<i>E.faecalis</i> (5)	20	15	12	-	-	-
<i>E.coli</i> ATCC 25922	-	-	-	-	-	-
<i>E.coli</i> (10)	-	-	-	-	-	-
<i>P.fluorescens</i> (5)	-	-	-	-	-	-
<i>S. Typhimurium</i> (7)	-	-	-	-	-	-

Bileşiklerin hiçbirisi *Salmonella Typhimurium* gram negatif bakterisinin büyümesini engelleyememiştir. Naftokinonların metal komplekslerinin antimikrobiyal etkinliği gözlenmiş olup, juglonun bazı metal şelatlarında genellikle antibakteriyel etkilerini koruduğu görülmüştür (Joshi, 1986). 5-hidroksi-1,4-naftokinonun (2) ve Ni (II) kompleksleri *Bacillus spp* ve *S. aureus* bakterilerine karşı daha yüksek antibakteriyel etkinlik göstermektedir (Christianopoulou vd., 1986). Ek olarak, K3 vitamini-tiyosemikarbazolün Ni(II) kompleksinin yakın zamanda gram-pozitiflere karşı etkinliği arttırdığı bildirilmiştir (Li vd., 2000). Bu nedenle, (2) kompleksinin şelasyonu B bölgesinde meydana geldiğinden ve naftazarin bölgesi A'yı serbest

bıraktığından (Şekil 2.15), metal kompleksleşmesinin antimikrobiyal etkinlik üzerindeki etkisi çalışmalarımızın amacına uygun bir konu olmuştur.

2.5. Sol-Jel Teknolojisi

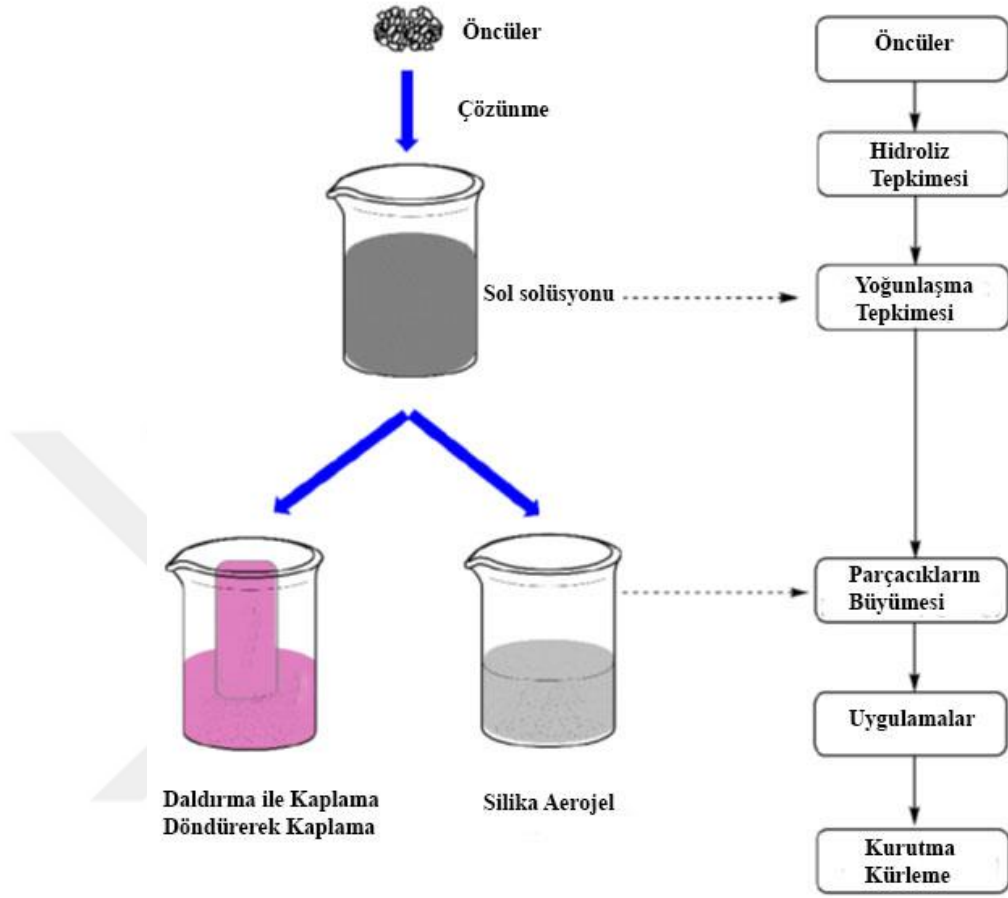
Silikanın ilk Sol-Jel sentezi yaklaşık 150 yıl önce J.J Ebelmen tarafından tanımlanmıştır. Silisik esterlerin (veya alkoksitlerin) hidratlanmış silika vermek için nem varlığında yavaşça hidrolize olduğunu fark etmişlerdir (Aegerter ve Mennig, 2004). Oksit malzemelerin Sol-Jel sentezi, normal katı hal tepkimelerinden çok daha düşük sıcaklıklarda meydana gelmektedir (Bradley vd. 1978 ; Aegerter ve Mennig, 2004). Cam ve seramiklerin tozsuz işlenmesine imkân verdiğinden dolayı, ince filmler veya lifler, daldırmalı kaplama veya döndürerek çekme gibi tekniklerle doğrudan çözeltiden üretilebilmektedir (Brinker ve George, 1990; Aegerter ve Mennig, 2004). Daha yakın zamanlarda, hibrit organik-inorganik malzemeler Sol-Jel yoluyla yapılmıştır. Polimerler ve camlar arasındaki boşluğu doldururlar ve malzeme biliminde "Sol-Jel optik" veya "moleküler kompozitler" gibi yeni alanlar açmaktadırlar (Klein, 1993; Aegerter ve Mennig, 2004).

Kolloid dağılmış evresi 1-1000 nm küçüklüğünde olan bir süspansiyondur. Böylece yer çekim gücünün ihmal edilebildiği sadece yüzey yükleri ve van der waals etkileşimleri hakim olmaktadır. Sol, sıvı ortamda katı parçacıkların koloidal süspansiyonudur. Tüm kolloid tipleri veya seramik malzemelerin yapılabileceği parçacıklar, polimer üretmek için kullanılabilir (Chen vd. 1986; Aegerter ve Mennig, 2004).

Sol-Jel teknolojisi 100 yıllık bir geçmişe sahiptir. Hazırlama yöntemlerinin pratikliği ve oldukça fazla modifikasyon çeşitliliği sayesinde çok hızlı bir şekilde gelişmiştir. Sonuç olarak görülen yüksek kimyasal homojenlik, saflık, düşük işlem sıcaklığı, kolay şekillendirme ve modifikasyon özelliğinden dolayı tercih edilmektedir (Zarzycki, 1997; Kale vd., 2016). Sol-jel işlemi seramik sektöründe yaygın olarak uygulanmaktadır, eczane, ortopedi ve son on yılda tekstillerin fonksiyonel terbiyesinde uygulanmıştır (Kale vd., 2016).

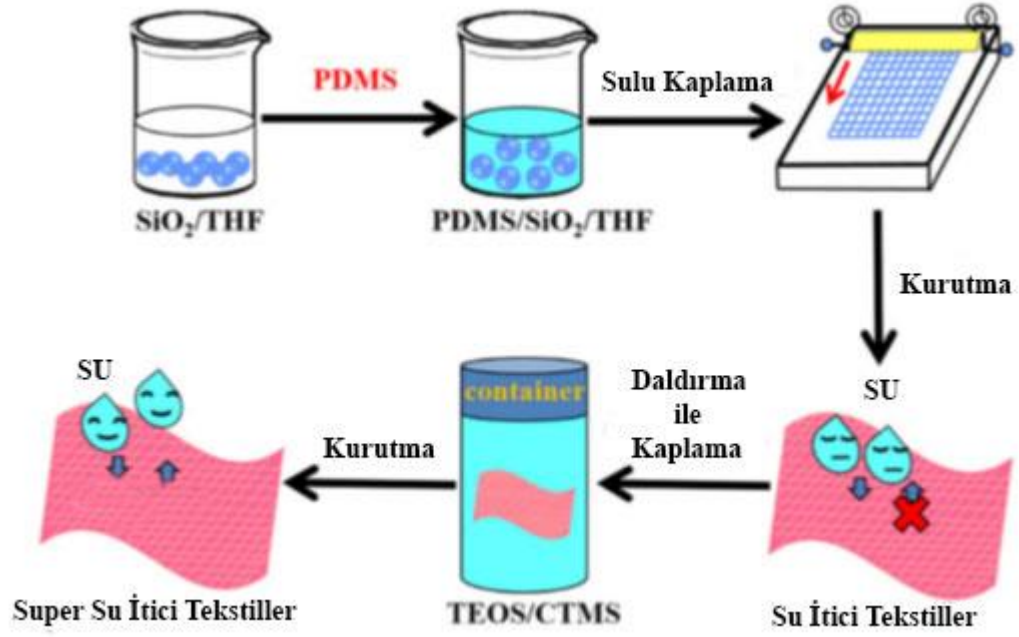
Sol-Jel işlemleri, düşük sıcaklıklarda bir çözelti içerisinde bir kimyasal tepkime yoluyla inorganik bir ağırlık sentezi için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu tepkimenin en belirgin özelliği bir sıvıdan katıya (iki veya çok fazlı jel) geçiş olduğu için, "Sol-

Jel işlemi" ifadesinin kullanımına neden olmuştur. Sol-Jel kimyası, malzemeleri ve bileşenleri imal etmek için oldukça çok yönlü bir yaklaşımdır (Aparicio vd. 2012).



Şekil 2. 16. Sol-jel işleminde yer alan adımlar (Periyasamy vd., 2020).

Sol-Jel yöntemi, kimyasal tepkimelere dayalı seramik ve cam malzemelerin üretimi için oldukça elverişli bir metottur. Sol-Jel yönteminde genel olarak sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) sistemin geçişi olur. Kullanılan ana malzeme birçok hidroliz ve polimerizasyon tepkimeleri ile sol formuna dönüşür. Sürecin sonucunda da jel meydana gelmektedir (Toygün vd., 2013).



Şekil 2. 17. Sol jel teknolojisi ile su basıncına dayanıklı süperhidrofobik tekstillerin üretiminin gösterilmesi (Periyasamy vd., 2020)

Tekstil terbiye metotlarında Sol-Jel teknolojisinin kullanılmasının çeşitli avantajı bulunmaktadır (Ismail, 2016). Doğal liflerin sahip olduğu yapı ve kimyasal bileşimi ile ilgili bilgi birikimi, doğal liflerin kimyasal ve fiziksel özelliklerini iyileştirme yöntemlerini bulmak için araştırma ve geliştirmeyi teşvik etmiştir. Sol-Jel yöntemi son on yıldır daha düşük sıcaklıklarda seramik öncüleri ve inorganik camları hazırlamak için çalışılmaktadır (Brinker ve George, 1990). Yapılan deneylerde, tekstillerle ilgili olarak sol-jel teknolojisi uygulamalarının temel sınırlaması, çoğu tekstil malzemesinin genellikle 200 °C'nin altında olması ve birçok malzeme için önemli ölçüde daha düşük olan termal kararlılığı ile belirlendiğini göstermektedir. Bu nedenle Sol-Jel prosesi, kaplanan tekstil türüne ve uygulanan solüsyona göre değişebilmektedir. Bu amaçla daha uygun sonuçlar almak amacıyla SiO₂, TiO₂, ZnO ve CaCO₃ gibi malzemeler selülozik substratların yüzeyine uygulanmaktadır (Brinker ve George, 1990).

2.5.1. Sol-Jel yönteminin Uygulanması

Yumuşak kimya olarak bilinen Sol-Jel yöntemi bir sol ve ya jeli kullanarak daha önce kullanılan uygulama yöntemlerinden daha düşük sıcaklıklarda çözelti ortamındaki bir katı yapının hazırlanmasına daymaktadır (Farouk 2013; Toygun vd., 2013; Alebeid, 2015).

Sol-Jel yöntemi ile sertlik, kimyasal dayanıklılık, optik geçirgenlik, gözeneklilik gibi istenilen özelliklere sahip homojen inorganik oksit malzemeler yüksek erime sıcaklığına ihtiyaç olmadan oda sıcaklığında inorganik camlara dönüşebilmektedir. Sol-Jel yöntemi mümkün olan en ideal ılımlı şartlarda meydana gelmesi ve birçok boyut, şekil ve yapılarda ürünlerin oluşturulmasında, bu metodun çeşitli mühendislik ve bilimsel alanların uygulamalarında yer almasını sağlamıştır (Toygun vd., 2013).

2.5.2. Sol-Jel Yönteminin Temel Basamakları

Bilimsel çalışmalarda aynı şartlarda deneysel ortamlar sağlanmasına rağmen değişik ürünlerin eldesi görülmektedir. Sol-Jel proseslerindeki her bir basamak son ürün üzerinde çok etkilidir. Böylece Sol-Jel proseslerinde her bir basamak üzerinde iyice düşünülüp ona göre bir sistem kurmayı gerekli kılmaktadır (Toygun vd., 2013).

Sol-Jel yöntemi genel olarak şu adımları izler;

- 1- Ön başlatıcıların hidrolizi
- 2- Sol-Jel aktif bileşenlerin alkol ya da su kondenzasyonu
- 3- Jel oluşması
- 4- Yaşlanma işlemi
- 5- Kurutma işlemi
- 6- Yüksek sıcaklık (Toygun vd., 2013).

2.5.3. Sol-Jel Yönteminin Avantajları

Sol-Jel nanokaplama endüstrisinin 2012'de 2 milyar dolar olacağı ve 2024'te 9,7 milyar doların üzerine çıkacağı tahmin ediliyor. Kaplama sektöründe yüksek şeffaflık, yeni işlevsellikler ve yüksek kaliteli performans giderek daha önemli hale gelmektedir. Ancak Sol-Jel nanoyapılı kaplamaların sağladığı kilit unsur, buzdan, kirleticilerden, UV'den, yangından, ısıdan, bakterilerden, deniz yaşamından, dokunmadan ve korozyondan korumaya dayanmaktadır.

Sol-Jel nano kaplamaların avantajları şu şekilde ifade edilebilir

- 1- Daha iyi yüzey görünümü

- 2- İyi kimyasal direnç
- 3- Korozyon ortam geçirgenliğinde azalma ve dolayısıyla daha iyi korozyon özellikleri
- 4- Optik netlik
- 5- Modül ve termal kararlılıkta artış
- 6- Kolay temizlenebilir yüzey
- 7- Kayma önleyici, buğu önleyici, kirlenme önleyici ve grafiti önleyici özellikler
- 8- Daha iyi termal ve elektrik iletkenliği
- 9- Parlaklığın ve diğer mekanik özelliklerin daha iyi korunması çizilme direnci gibi.
- 10- Doğada yansıma önleyici
- 11- Kromat ve kurşunsuz
- 12- Farklı malzeme türlerine iyi yapışma.

Sol-Jel yönteminde organik-inorganik hibrit malzemeler, mükemmel mekanik, termal, elektriksel ve optik özelliklerinden dolayı katalizör, adsorbanlar, koruyucu kaplamalar, yüksek kırılma indeksli filmler ve kontakt lensler olarak uygulamalar bulunmaktadır (Coradin vd., 2004).

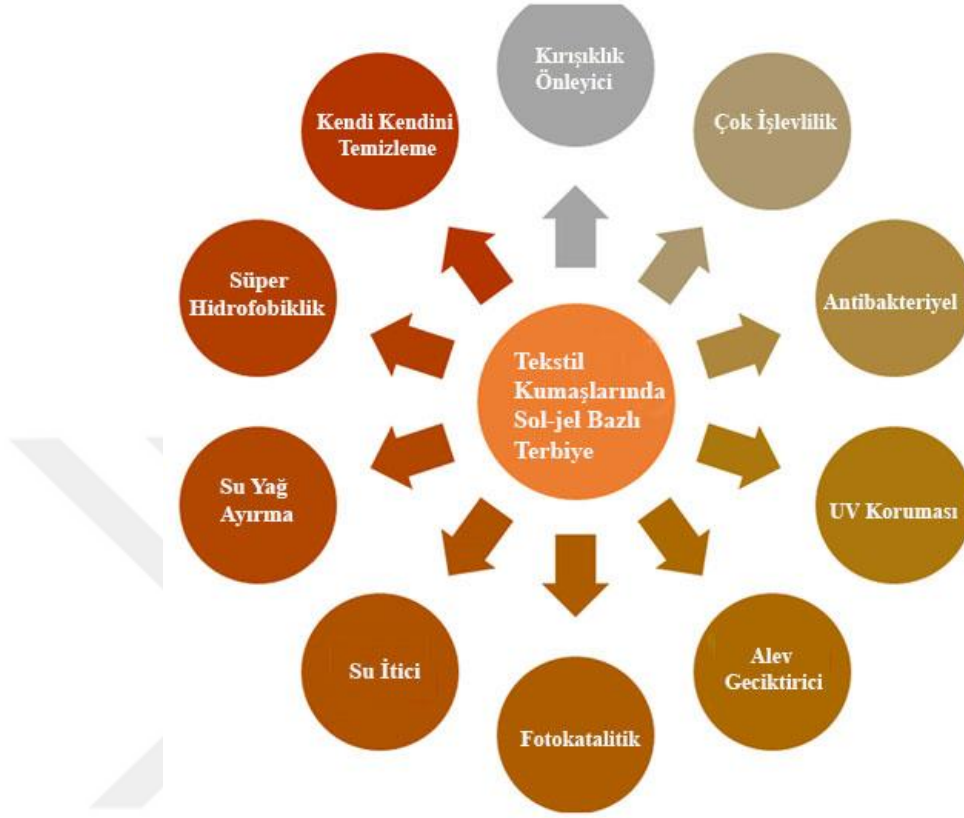
2.5.4. Sol-Jel Teknolojisinin Tekstil Ürünlerinde Uygulanması

Sol-Jel formülasyonları için inorganik/organik öncülerin ticari bulunabilirliği çok yüksektir ve her geçen gün artmaktadır. Tekstil uygulamalarında, öncü sentezlenmiş sol-jeller ve fonksiyonel kimyasallar, tek adımda haddeme, dolgu, daldırma kaplama, püskürtme veya döndürmeli kaplama ile tekstil kumaşlarına uygulanabilir. Bu teknolojiyi kullanarak, alev geciktirici, sıvrisinek önleyici, su itici, yağ itici, antibakteriyel, buruşmaz, ultraviyole (UV) koruma ve kendi kendini temizleme özelliği gibi fonksiyonel/çok fonksiyonlu özelliklere sahip kumaşlar sağlamak mümkündür (Periyasamy vd., 2020)

Son günlerde poliamid, polyester, pamuk, aramid, poliakrilonitril, viskoz vb gibi malzemelerden üretilen kumaşlarda Sol-Jel teknolojisi kullanılmaktadır (Xing vd., 2007).

Tekstil ürünlerinin biyolojik işlevselliğine sahip inorganik kaplamaları uygulamanın uygun bir yöntemi Sol-Jel tekniğidir. Örneğin, gümüş içeren bir kaplamanın,

hâlihazırda dokunmuş bir tekstile basit bir daldırma işlemiyle kolayca uygulanabilmesi avantajına sahiptir (Mahltig vd., 2011).



Şekil 2. 18. Tekstil kumaşlarında çeşitli Sol-Jel terbiye uygulamaları (Mahltig vd., 2011).

Ayrıca kumaşlar üzerindeki Sol-Jel kaplamalar bu kumaşlarda hidrofobik, oleofobik veya yapışma önleyici özelliklere sahip olması için kullanılabilir. Yaralara zarar vermeden kolayca çıkarılabilen, yaraya az yapışarak zarar vermeyen yara bandajlarının üretimi mümkündür (Mahltig vd., 2011).

2.5.5. Tekstil Ürünlerinde Sol-Jel Yöntemiyle Nanogümüş Uygulamaları

Gümüş içeren inorganik kaplamaların antimikrobiyal özellikleri, yüksek bilimsel önemi ve ekonomik potansiyeli sebebiyle oldukça fazla tercih edilmektedir (Periyasamy vd., 2020). Gümüşün tekstile ve ayrıca piyasada halihazırda mevcut olan bu tür tekstil ürünlerinin çoğuna en etkili şekilde nasıl uygulanabileceği konusunda çok sayıda araştırma yapılmıştır. Bununla birlikte, antimikrobiyal gümüş içeren tekstillerin yeni hazırlama teknikleri için günümüzde güçlü bir talep oluşmaktadır (Mahltig vd., 2011).

Gelecekte, kumaşlar üzerindeki böyle bir Sol-Jel kaplamaya gümüşün eklenmesi, antimikrobiyal ve yapışma önleyici özellikleri birleştiren yararlı bir yara bandajına yol açabilir. Bununla birlikte, Sol-Jel kaplama uygulaması tekstil ürünlerinin sertliğini büyük ölçüde artırabilir. Gümüş kümelerin Sol-Jel kaplamalara gömülmesi, cam veya polikarbonat gibi çeşitli malzeme türleri üzerinde açıklanmıştır (Mahltig vd., 2011). Tekstil üzerindeki gümüş içeren Sol-Jel çalışmaları daha az olurken olası uygulamaları oldukça ilgi çekicidir. Örneğin, silika Sol-Jel kaplamalarda gümüş partiküllerinin oluşumu, gümüş bileşiklerinin termal ayrışması gibi farklı yöntemlerle gerçekleştirilebilir. Diğer bir yöntem ise AgCl'in ışığa maruz kalarak indirgenmesidir (Mahltig vd., 2011).

İnorganik nano parçacıkların ve bunların nanokompozitlerinin uygulanması iyi bir alternatif olabilir. Sonuç olarak, tekstillerin antimikrobiyal ve çok işlevli modifikasyonu için yeni bir fırsat yaratabilirler (Dastjerdi ve Montazer, 2010).

Nano yapıdaki maddeler olağanüstü özelliklere sahiptirler, tekstil elyafına girdiklerinde kendine has özellikler üretebilmekte veya mevcut özelliklerin geliştirilmesine neden olmaktadır. Nano boyutlu Pd, Pt, Ag ve Fe parçacıkları, antibakteriyel, iletken manyetik özellikler ve uzaktan ısıtma özellikleri kazandırmak için tekstil ürünlerine uygulanabilmektedir (Chattopadhyay ve Patel, 2014).

Gümüş, doğal antibakteriyel ve antifungal özelliklerinden dolayı 100 yılı aşkın süredir tıbbi rahatsızlıkların tedavisinde kullanılmaktadır. Nanogümüş partiküller, bakteri üremesini engellemek için çoraplarda yaygın olarak uygulanır. Ayrıca, nanogümüş, yanıklar ve deri nakli için alınıp verilerek hassaslaşan bölgelerin tedavisinde kullanılan sargılarda kullanılabilir (Chattopadhyay ve Patel, 2014).

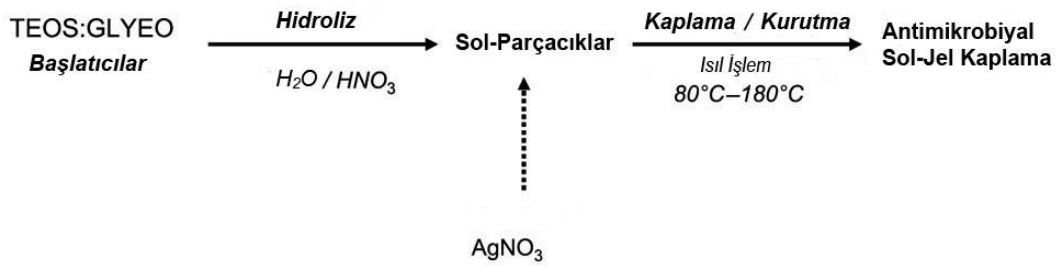
Nanomalzemeler arasında Ag nanoparçacıklar uzun zamandır bilinmektedir. Çeşitli gram-negatif ve gram-pozitif bakterilere, virüslere, mantarlara, küflere, mayalara ve algelere karşı üstün antimikrobiyal etkinlikleri nedeniyle tekstil ürünlerinin yüzeyinin kimyasal modifikasyonu için üstün çok işlevli bir malzeme olarak yıllardır kullanılmaktadır. Ayrıca tekstil ürünlerinde ultraviyole (UV) ve radyasyon koruyucu olarak kullanılmaktadır (Stular vd., 2021).

Süspansiyonlar, nanopartiküller, proteinler, tuzlar ve bileşiklerin tümü gümüşü uygulamak için kullanılmaktadır. Gümüş içeren antimikrobiyal bileşikler arasında

nanogümüş, oldukça iyi bir inhibitör ve önemli bakterisidal etkinlik göstermektedir (Waqas vd., 2022).

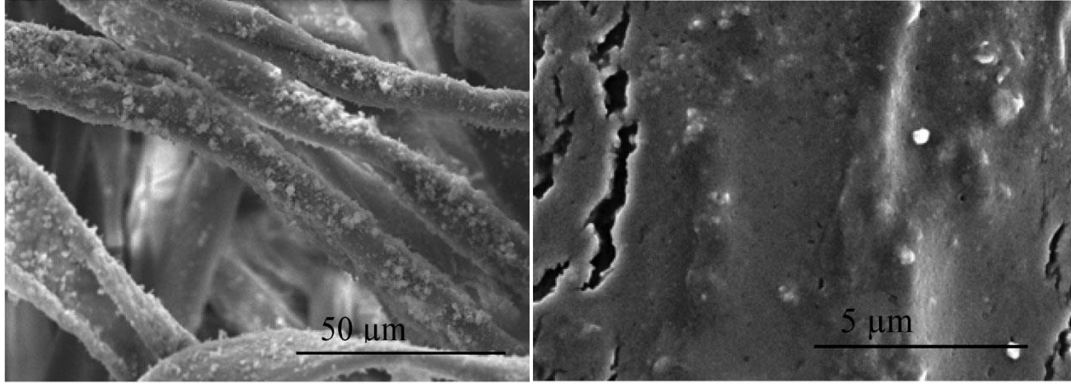
Nanoteknoloji, bakteri ve kirlenmeyi engelleyerek kültürel mirası korumak amacıyla yenilikçi ve çevresel olarak sürdürülebilir yöntemler sunmaktadır (Ielo, 2022).

Nano boyutlu gümüş kolloidler ve işlem görmüş nanogümüş polyester dokusuz kumaşlar iyi bakterisidal özellik göstermektedir (Lee ve Jeong 2004).



Şekil 2. 19. Nanogümüş kaplamanın şematik gösterimi

Yapılan bir çalışmada daldırma için fiber işleme prosesi seçilmiştir. Çünkü toplam daldırma, neredeyse tüm durumlarda, tüm yüzeyi kaplayan kaplama malzemelerinin homojen dağılımına yol açan ve aynı anda fiberlerin eksik kaplaması, fiberlerin dayanıklılığını azaltabileceğinden, ürünün tamamen ıslanmasını garanti etmektedir (Zelca vd.,2017). Kaplama ve tekstil taşıyıcının kombinasyonu, son ürünün yırtılma direncinden, yapışma gücünden, yanma davranışından ve uzun vadeli dayanıklılığından sorumludur. Şemsiye, barınak, kamp gibi günlük yaşam uygulamaları, giysiler ve reklam malzemeleri Sol-Jel uygulamalarla kaplanmış liflerden yapılmaktadır. Araştırmada kullanılan sol-bileşimi, kalitatif, eşit dağılmış kaplama elde edilmesi koşuluyla, tekstil ürünlerine hidrofilik özelliği kazandırmasına izin verdiği bilinmektedir. Bu çalışmada ek olarak antimikrobiyal özellik vermek amacıyla çinko asetat dihidrat kullanılmıştır (Zelca vd.,2017).



A

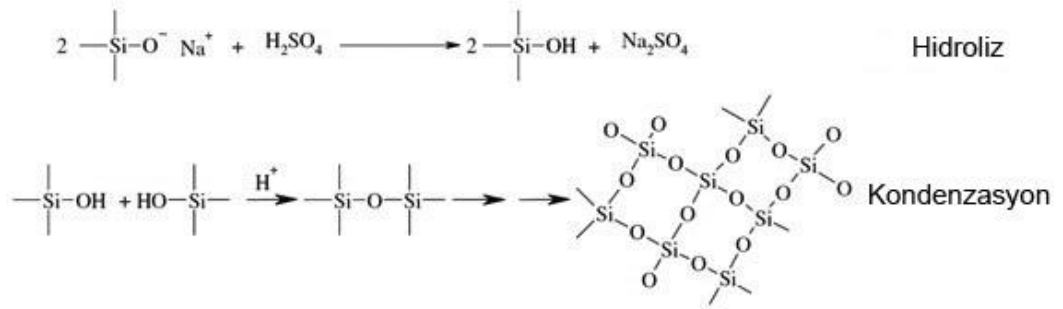
B

Şekil 2. 20. A Pamuk iplik, B Keten iplik (Zelca vd., 2017).

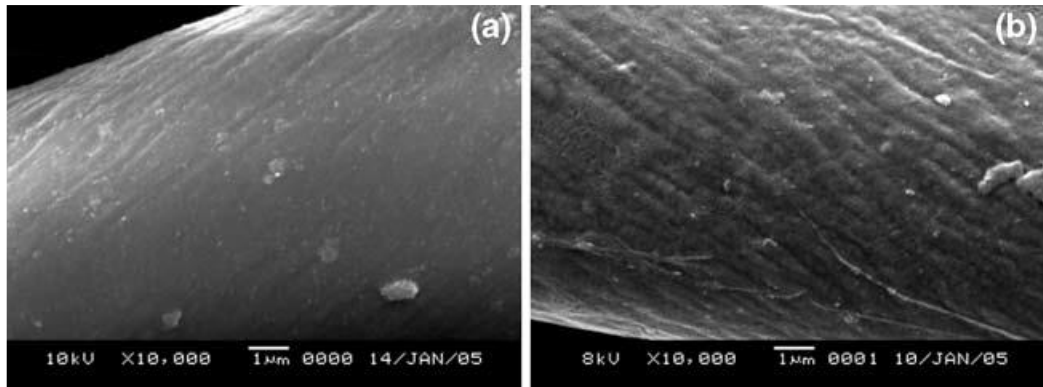
Sol-Jel prosesiyle tekstil yüzeyinde biriken kaplamanın yapısı ve morfolojisini değerlendirmek amacıyla SEM görüntüleri alınmıştır. **Şekil 2.20**'de kaplama yapılmamış kontrol örneklerinin görüntüleri bulunmaktadır. SEM'in sonucu, kontrol pamuk liflerinin selülöz liflerinin sarmalının neden olduğu bükülmüş bir şerit benzeri yapı ile yassı olduğunu göstermiştir (Zelca vd.,2017). Açıkça tanımlanmış pamuk numunesinin normal spiral yapı özelliği gözlemlenmiştir. Pamuk elyaf eksenine boyunca paralel uzanan doğal kıvrımların varlığı gözlemlenmiştir. İşlem görmemiş pamuk lifi yüzeyi, pürüzsüz bir lif yüzeyi olarak tanımlanmış ve esas olarak selülozdan oluştuğu görülmüştür. Kenevir lifinin karmaşık yüzeyinde **Şekil 2.20 A**'da büyüme yönlerinin ve hücrelerin şeklinin pamuk kadar pürüzsüz olmadığını göstermektedir (Zelca vd.,2017).

Diğer bir çalışmada Sol-Jel metoduyla düşük sıcaklıklarda ve uygun maliyetle pamuk tekstil ürünlerinin antimikrobiyal terbiye prosesleri geliştirilmiştir (Xing vd., 2007). Su camından (endüstriyel bir ürün, SiO_2 'nin Na_2O 'ya molar oranı 1.8 veya 2.3'tür) elde edilen silika sollarıyla ve gümüş nitrat çözeltisiyle muamele edilen pamuk tekstil ürünlerinden antimikrobiyal işlem elde edilmiştir. Silika sol ile muamele edildikten sonra, FDA onaylı antimikrobiyal etkili ajan, gümüş nitrat solüsyonuna batırılmıştır. İlave edilen gümüş iyonları, batırılma esnasında fiziksel absorpsiyonla SiO_2 -fiber matriksine sabitlenir yani fikslenir. **Şekil 2.21**'de kumaş üzerindeki Ag^+ miktarının batırma zamanı ile etkileşimi gösterilmektedir. Sonuç göstermektedir ki batırılma zamanı ile kumaş üzerinde adsorbe edilen gümüş iyon miktarı artmakta olup 40 dakika sonra dengeye gelmektedir. % 5 su camı miktarına

sahip olan kumaşın % 2'ye göre daha fazla gümüş iyonunu adsorbe ettiği gözlemlenmiştir. Antimikrobiyal aktivite gram negatif bakteri türü olan *E.coli* kullanılarak belirlenmiştir. Sonuçlar (Şekil 2.23) şunu göstermiştir ki işlem görmüş tekstil ürünleri mükemmel antimikrobiyal etki ve yıkama dayanıklılığı göstermektedir (Xing vd., 2007). SEM analizi, su camı ile muamele edilmiş pamuklu tekstil üzerinde kaba yüzey morfolojik değişikliği göstermiştir (Şekil 2.22). Kumaşlar üzerindeki gümüş iyonun kalıntı derişimi ICP-MS analiziyle belirlenmiştir. XPS sonuçları, antimikrobiyal tekstil yüzeyinde iki farklı gümüş halinin mevcut olduğunu göstermiştir (Xing vd., 2007). Pamuklu kumaş su camı çözeltisi ile emdirildiğinde öncü moleküller liflere girmiş ve daha sonra silisik asit oluşturmak için asit varlığında pamuklu kumaşlar içinde hidrolize edilmiştir. Kurutma sırasında, silisik asit molekülleri bir kserojel oluşturmak için yoğunlaşır, ardından çözücü içermeyen ve gözenekli bir oksit yapısından oluşan liflerin etrafında ağ oluşturmak için tavllanır. Silisilik asit yoluyla silika ağı oluşturmak amacıyla su camının prosedürü Şekil 2.21'de gösterilmektedir.



Şekil 2. 21. Su camından silika ağıının reaksiyon süreci (Xing vd., 2007).



Şekil 2. 22. SiO₂ işleminden önce (a) ve sonra (b) pamuk yüzeyinin SEM görüntüleri (Xing vd., 2007).

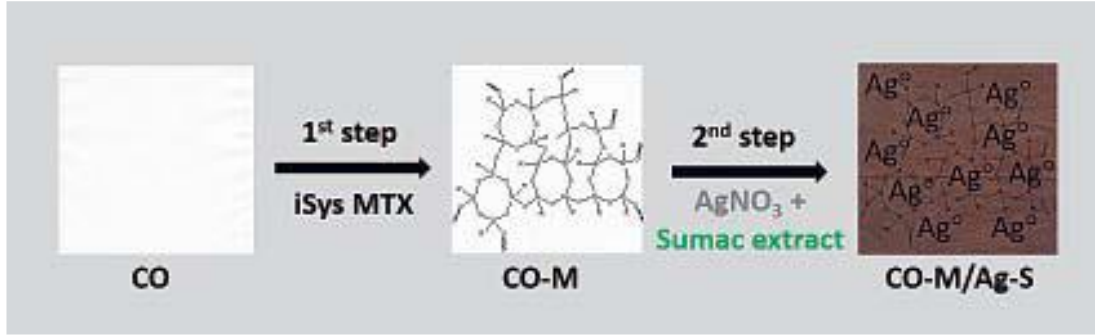
[Ag ⁺] çözeltisinin Derişimi(mol/L)	Su Camının Çözeltisi (%)	Bakteri Azalması (%)			
		0 devir	10 devir	20 devir	50 devir
0.15× 10 ⁻³	2.0	>99.99	99.86	0	0
0.30× 10 ⁻³	0	>99.99	0	0	0
	2.0	>99.99	>99.99	>99.0	98.13
	5.0	>99.99	>99.99	>99.99	>99.0
0.45 × 10 ⁻³	2.0	>99.99	>99.99	>99.99	>99.97

Şekil 2. 23. Ag⁺ ve su camı konsantrasyonunun antimikrobiyal üzerindeki dayanıklılık etkisi (Xing vd., 2007).

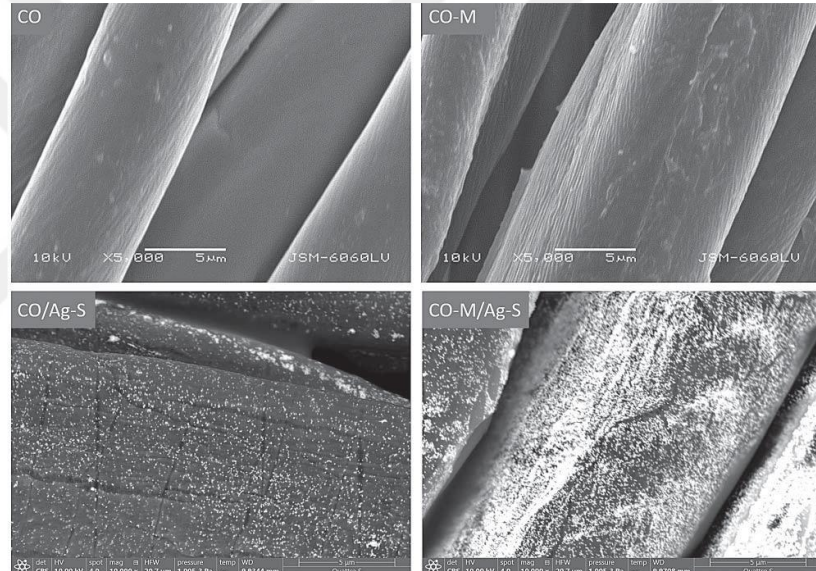
Kaplama yapılmış maddeler üç dakikada 120 °C’de tavlannmıştır (sertleşmiştir). Hem işlenmemiş **Şekil 2.22 (a)** hem de SiO₂ ile işlenmiş pamuklu **Şekil 2.22 (b)** tekstilin yüzey morfolojisini değerlendirmek için SEM tekniğı kullanılmıştır. İşlem görmüş tekstil yüzeyinin işlem görmemiş tekstile göre daha kaba olduğu gösterilmiş ve bu da SiO₂ matrisinin varlığını göstermektedir (Xing vd., 2007). Farklı konsantrasyonlarda gümüş solüsyonu ve su camı ile muamele edilen bitmiş tekstillerin antimikrobiyal etkinlikleri belirlenmiştir (**Şekil 2.23**). Gümüşle muamele edilmiş tüm tekstillerin, gümüş iyonunun yüksek antimikrobiyal etkinliğine bağı olan, su camı muamelesi olmadan bile tüm tariflerde %99.99'dan fazla etkili antimikrobiyal etkinliklere sahip olduğu gösterilmiştir (Xing vd., 2007).

Diğer bir araştırma, indirgeyici ajan olarak sumak yapraklarının bir ekstraktını kullanan gümüş partiküllerinin "yeşil" tepkime içi (in-situ) sentezini içeren, pamuklu kumaşın kimyasal modifikasyonu için yeni bir prosedür sunmaktadır (Filipic vd., 2019). Gümüş katyonların adsorpsiyon kabiliyetini artırmak için, daha önce organik-inorganik bir öncü Sol-Jel kullanılarak pamuklu kumaş üzerinde bir Sol-Jel matrisi oluşturulmuştur (**Şekil 2.24**). Pamuklu kumaş üzerinde gümüş parçacıklarının varlığı geçirimli elektron mikroskobu (TEM) (**Şekil 2.25**) ve enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) ile teyit edilmiştir. Sonuçlar, pamuklu kumaş üzerinde, lifleri kahverengiye boyayan sumak yaprağı ekstraktının varlığında gümüş partiküllerinin oluştuğunu göstermektedir. Sol-Jel matrisinin varlığı, gümüş katyonlarının adsorpsiyonunu ve dolayısıyla şerit partiküllerinin derişimini arttırmıştır. Böylece daha derin bir renk verimi ile sonuçlanmıştır. Gümüş partiküller, *S. aureus* bakterilerinde %99–100 oranında *E.coli* azalması ile antibakteriyel koruma sağlarken, sumak yaprağı ekstresi ultraviyole radyasyona karşı mükemmel koruma

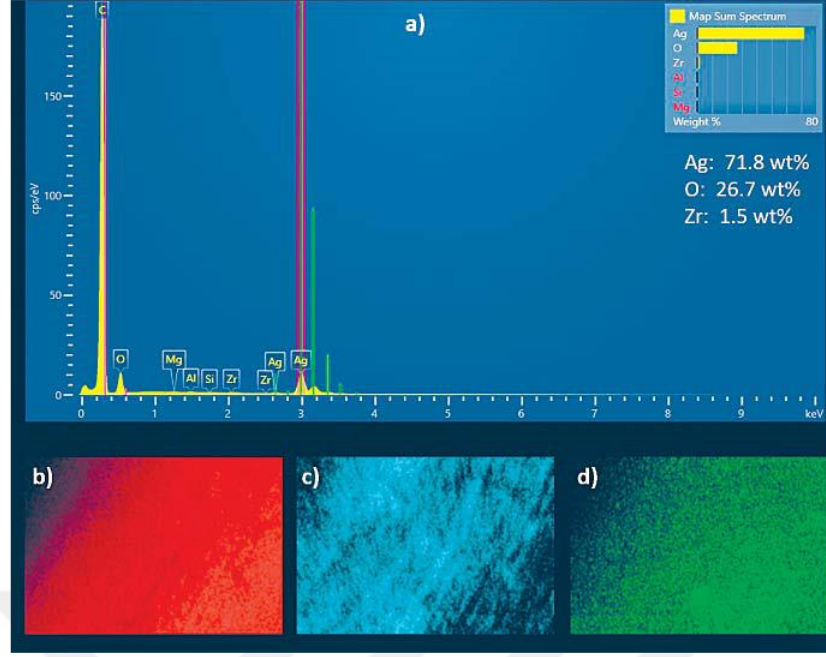
sağlamış ve ultraviyole koruyucu faktör 66.54 olarak bulunmuştur. Kaplama, yıkama haslığı açısından da oldukça dayanıklıdır (Filipic vd., 2019).



Şekil 2. 24. Pamuklu kumaş kimyasal modifikasyon prosedürünün şematik sunumu (Filipic vd., 2019).



Şekil 2. 25. CO, CO-M, CO/Ag-S ve CO-M/Ag-S örneklerin SEM/CBS görüntüleri (Filipic vd., 2019).



Şekil 2. 26. Ag partiküllerinden (a) elde edilen EDS spektrumu (Filipic vd., 2019).

Tekstil ürünlerinde, gümüş partiküller bakteri, mantar ve virüslere karşı geniş spektrumlu etkinliğe sahip etkili antimikrobiyal ajanlar olarak kabul edilmiştir. ZnO ve TiO₂'in yanı sıra Ag partiküller çoğunlukla tıbbi ve hijyen tekstillerinin imalatında kullanılmaktadır (Filipic vd., 2019).

Yapılan diğer bir çalışmada sentezlenmiş koloidal nano gümüş yün ve ipek kumaşlara pad dry cure (bazik boyar madde çözeltisiyle emdirme, kurutma ve diğer işlemler) tekniği ile uygulanmıştır (Chattopadhyay ve Patel, 2014). Gümüş nanoparçacıklarla işlem den geçirilen kumaş numuneleri, işlem görmemiş yün ve ipek kumaş numunesine kıyasla emicilik, hava geçirgenliği, su geçirgenliği, UV geçirgenlik yüzdesi, elektrik direnci, antibakteriyel ve boyanabilirlikteki değişiklikler açısından test edilmiştir. Gümüş nanopartiküller ile muamele edilen numunelerin UV geçirgenlik yüzdesini, elektrik direncini, asit boya ile boyanabilirliğini ve antibakteriyel aktivitesini arttırdığı tespit edilmiştir (Chattopadhyay ve Patel, 2014). Nano yapıllı bileşikler olağanüstü özelliklere sahiptir, tekstil elyafına dâhil edildiklerinde kendine has özellikler oluşturmakta veya mevcut özelliklerin artmasına neden olmaktadır (Chattopadhyay ve Patel, 2014). Nano boyutlu Pd/Pt, Ag ve Fe partikülleri, antibakteriyel, iletken manyetik özellikler ve uzaktan ısıtma özellikleri kazandırmak için tekstillere uygulanabilmektedir (Chattopadhyay ve Patel, 2014). Çalışmada pamuk, yün, ipek ve jile kumaş örneklerini 10 dk.

dispersiyona daldırılarak nanosilver koloidal solüsyon uygulanmış ve dolgulu yüzeyler havayla kurutularak önceden ısıtılmış bir kürleme fırınında 120 °C'de 20 dakika kürlenmiştir.

Tablo 4. Gümüş nano işlem görmüş kumaşların antibakteriyel etkisi

Kumaş Örneği	Bakteriyel büyümenin azaltılması (%)
Yün (Kontrol)	Nil
Nanogümüş	83.54
İpek (Kontrol)	Nil
Nanogümüş ile işlem görmüş ipek	81.45

Gümüş nanonun mikroplara karşı direnç üzerindeki etkisi, nanogümüş işlem görmüş ve işlem görmemiş kumaşların antibakteriyel özelliği de *S. aureus* bakterilerine karşı test edilmiştir ve bakteri üremesindeki % azalma açısından sonuçlar **Tablo 4**'te verilmiştir. Sonuçlardan, antibakteriyel özellikte maksimum gelişmenin yünlü kumaş durumunda gözlemlendiği de görülebilir. Bakteriyel saldırıya karşı dirençteki artış, metal atomlarının belirli derecede sterilize edici etkisine bağlanabilir. Ag nano parçacıklarının hücre içindeki mikropların hücre zarlarının yüzeyine tutunması ve metabolik fonksiyonlarını bozması ile mümkün olmaktadır. Ayrıca, etkileşim için daha geniş yüzey alanına sahip olan nano boyuttaki Ag partikülleri, yığından daha yüksek bakteri öldürücü etki sağlamaktadır (Chattopadhyay ve Patel 2014).

Yapılan diğer bir çalışmada Sol-Jel teknolojisi kullanılarak antimikrobiyal tekstil ürünlerinin elde edilmesi amaçlanmıştır (Şahin, 2011). Sol-Jel çözeltilerinde antimikrobiyal özelliği sağlayacak madde olarak titanyum isopropoksit ve gümüş nitrat kullanılmıştır. Aynı zamanda inorganik yapıdaki antimikrobiyal maddeler arasında gümüşün antik çağlardan beri bu amaçla kullanıldığından ayrı bir yeri bulunmaktadır. Gümüş iyonlarının farklı özelliklerde yüzey aktif maddeler kullanılarak TiO₂ üzerine adsorbe olması sağlanmıştır. Hidrazin gümüş iyonlarını indirgemek amacıyla kullanılmıştır (Şahin, 2011). Sol-Jel çözeltilerinin hazırlanmasında çözücü olarak isopropanol (IPA) ve distile su gibi kimyasal maddeler kullanılmıştır. Asidik hidroliz amacıyla 0,01 N HCl çözeltisi pH ayarlayıcısı olarak, bazik hidroliz için ise NaOH çözeltisi kullanılmıştır (Şahin, 2011).

% Bakteri Aktifliđi			
Kumař	Çözelti	<i>E.coli</i>	<i>S.aureus</i>
SMS Dokusuz Yüzey Kumař	1.Çöz.(Asidik)	100	95
	2.Çöz.(Bazik)	50,87	0
	3.Çöz.(SDS)	100	72,15
	4.Çöz.(HDTA)	99,99	99,99
	5.Çöz.(TritonX-100)	97,16	95,94

Şekil 2. 27. Dokusuz yüzey kumař - % bakteri aktifliđi sonuçları (Şahin, 2011).

Hazırlanan çözeltiler dokumalı ve dokumasız kumař türlerine uygulanmıřtır. Sonuç olarak, çözeltilerde kullanılan yüzey aktif maddeler gümüşün antimikrobiyal etkisini daha da artırmaktadır (Şekil 2.27). Yapılan bu çalışmada sađlık alanında kullanılan tek kullanımlık dokumasız ve pamuklu dokuma kumařlar kullanılmıřtır. Hastane şartlarında, operasyonlarda cerrahların ve diđer sađlık personellerinin güvenliđi için antimikrobiyal tekstil ürünlerinin kullanılması hayati önem taşımaktadır. Çünkü medikal giysiler, steril ve steril olmayan bölgelerde sađlıklı bir hijyen tampon alanı oluşturabilmektedirler. Bu giysiler kan yoluyla geçebilecek patojen hastalıkların önlenmesi amacıyla kullanılması için tasarlanmıřtır (Şahin, 2011).

BÖLÜM III

MATERYAL VE METOT

3.1 MATERYAL

3.1.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Tez çalışmasında kullanılan kimyasal maddeler Acros, Honeywell, Merck, Carlo Erba, Organics ve Sigma-Aldrich firmalarından temin edilmiştir. Bu maddeler Tablo 5'te katalog numaraları ile birlikte bildirilmiştir.

Tablo 5. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Kimyasal Adı	Firma Adı	Katalog No
CuCl ₂	Sigma-Aldrich	222011
MnCl ₂ .4H ₂ O	Acros Organics	205891000
ZnCl ₂	Merck	1088160250
AgNO ₃	Carlo Erba	423952
Metanol	ISOLAB Chemicals	67-56-1
Etanol	Sigma-Aldrich	64-17-5
Kloroform	Honeywell	32211
1,4-Dioksan	Merck	1031151000

3.1.2. Kromatografik Analizler

Sentez çalışmalarda, tepkimenin ilerleyişini izlemek ve tepkime sırasında oluşan ürünlerin saflığını ölçmek için ince tabaka kromatografisi (İTK) kullanılmıştır. İTK kromatografisinde, 0-25 mm kalınlıkta silika jel 60 F₂₅₄ (Merck) ile kaplanmış, adsorpsiyon özellikli 20×20 cm kromatografi plakaları kullanılmıştır.

Çözücü karışımı olarak;

ÇS-1: Kloroform

ÇS-2: Kloroform-Metanol (10:1) kullanılmıştır.

İTK kromatografisi uygulanırken, kromatografi kabına uygun bir çözücü ilave edilmiştir ve ortam, çözücü buharı ile doyurulmuştur. Plakalar numune sayısına göre kesilmiş ve altta 1 cm, üstte 0,5 cm boşluk bırakılarak düzgün bir şekilde yatay bir çizgi çizilmiştir. Numuneler uygun çözücülerde çözülmüş ve belirlenen alanlarda İTK plakasına yerleştirilmesi sağlanmıştır. Plaka üzerinde çözücü kuruduktan sonra plaka tank içerisine yerleştirildi. Kaptaki çözücü disk boyunca hareket ettikçe numuneleri de ileriye doğru sürüklemiştir. Çözücü sistemi üst çizgiye geldiğinde İTK kartı tank içerisinden çıkarılarak kurumaya bırakılmış, daha sonra 254 nm dalga boyunda olan UV ışığı altında incelenerek alt çizgiden olan mesafe diğer numunelerin başlangıç çizgisinden olan uzaklığı ile karşılaştırılmıştır. Polarlık, apolarlık vb. farklılıklara göre numuneler kart üzerinde sürüklenmiş ve farklı olan bu sürüklenmeler dikkate alınarak tepkimenin son bulup bulmadığının veya numune örneklerinin saflıkları incelenmiştir.

3.1.3 Kolon Kromatografisi

Adsorbsiyon sistemine bağlı olarak çalışan katı-sıvı kromatografi yöntemi olan bu teknik, ekstreten saf madde izolasyonu için farklı aşamalarda kullanılmıştır.

3.1.4 Erime Noktası Tayinleri

Sentezlenerek elde edilen kimyasal maddelerin erime noktalarının tayini, EZ-Melt Automated Melting Point Apparatus marka (SRS) cihaz ile ISOLAB marka kapiler mikrotüpler kullanılarak yapılmıştır ve elde edilen sonuçlar sunulmuştur.

3.1.5 Elementel Analizler (C, H, O tayini)

Sentezlenerek elde edilen bileşiklerin elementel analiz çalışmaları (C, H, O) Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarlarında bulunan Thermo Scientific Flash 2000 model cihazla sağlanmıştır.

3.1.6 Spektral Analizler

UV Spektrumları

Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarlarında bulunan PG Instruments T80+UV/Vis. spectrometer model spektrometresi ile UV spektrumları 190-1100 nm aralığında alınmıştır.

FTIR Spektrumları

FTIR spektrumları, Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarında yapılmıştır. Burada kullanılan Perkin Elmer Spectrum 100 FT-IR Spectrometer Universal ATR Sampling Accessory Spektrometresi ile 30-4000 cm^{-1} dalga sayısına karşılık spektrumlar alınarak fonksiyonel grupların tespit edilmesi sağlanmıştır.

^1H -NMR Spektrumları

Sentezlenen bileşiklerin ^1H -NMR spektrumları, Giresun Üniversitesinde Bruker Avance 400 MHz NMR spektroskopisinde yaklaşık olarak 10 mg maddenin $\text{DMSO-}d_6$ içinde çözülerek elde edilen çözeltisinde TMS'e karşı alınması sağlanmıştır. Pik verilerinin kimyasal kayma değerleri ppm cinsinden değerlendirilip ve etkileşme sabitleri Hz olarak verilmesi sağlanmıştır.

^{13}C -NMR Spektrumları

Sentezlenen bileşiklerin ^{13}C -NMR spektrumları, Giresun Üniversitesinde'nde bulunan Bruker AVANCE III 400 MHz NMR spektrometresinde 20 mg maddenin $\text{DMSO-}d_6$ çözeltisi içinde TMS'ye karşı alınmıştır. Piklerde görülen kimyasal kayma değerleri ppm cinsinden değerlendirilerek etkileşme sabitleri Hz olarak verilmiştir.

Elektrolitik İletkenlik Ölçümleri

Sentezlenen bileşiklerin elektrolitik iletkenlik ölçümleri Gaziantep Üniversitesi Kimya Araştırma Laboratuvarları'nda Thermo Scientific electron corporation model multiparametre cihazıyla yapılması sağlanmıştır.

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX

Elektrospun kumaşların yüzey morfolojisini kontrol etmek için taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Kumaşların içindeki metal komplekslerinde nanogümüş ve metallerin varlığını doğrulamak için EDX analizi Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi Bilim Uygulama ve Araştırma Merkezi'nde yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskobu (SEM), numunenin yüzeyini odaklanmış bir elektron demeti ile tarayarak bir numunenin görüntülerini üretebilen bir çeşit elektron mikroskobudur. Sigma 300, SE'den yüzey bilgisi görüntüsü alırken aynı zamanda HDBSD ile yüksek vakum modunda bileşimsel bilgi sunmak amacıyla ultra yüksek çözünürlüklü veriler sağlamaktadır.

3.1.7. Endüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES)

Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Üskim Araştırma ve Uygulama Laboratuvarlarında yapılmıştır. Örneklerden elde edilen serumlardan ayrılan kısım farklı bir tüpe alınmıştır. Yaprak şeklindeki kısımlarından aşağı yukarı 1 g numune alınarak mikrodalga içerisinde yakılarak ICP-OES (Optima 2100 DV: PerkinElmer Inc.) cihazında ölçümleri yapılmıştır. Örneklerin sıvı faza alınması amacıyla HNO₃/HCl çözeltisi mikrodalga cihazında kullanılmıştır. Mikrodalga sistemi içerisine aşağıdaki parçalanma işleminin uygulanması amacıyla numunelerden 1 g tartılıp alınarak üzerlerine 1 mL % 30'luk HCl ve 3 mL %65'lik HNO₃ eklenmiştir. Sonuç olarak çözeltiler ultra saf su ile 50 mL'lik hacime tamamlanarak ICP-OES cihazına yerleştirilmiştir.

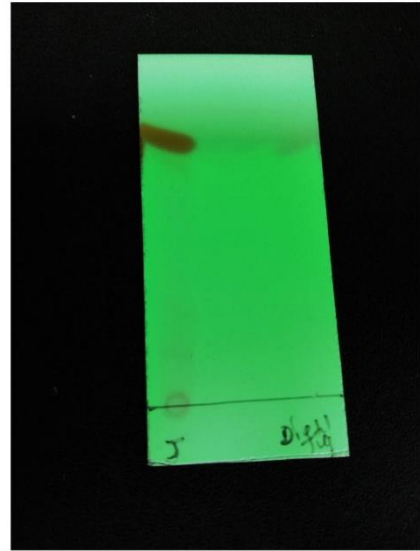
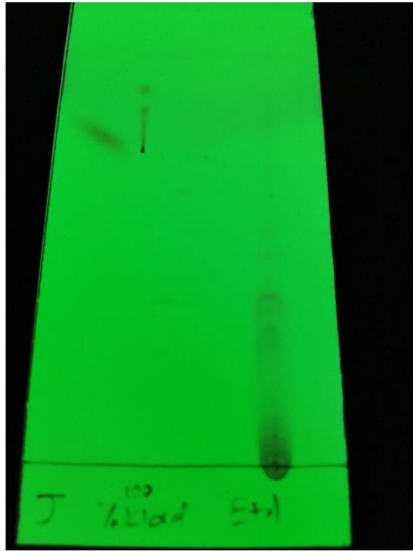
ICP-OES cihazından alınan veriler kullanılarak, aşağıdaki formülasyon ile numunelerdeki % metal oranlarının hesaplamaları yapılmıştır.

$$\%metal = [(Ölçülen\ deęer(ppm) \times \text{Çevirme Faktörü})] / \text{Tartılan Miktar (g)}$$

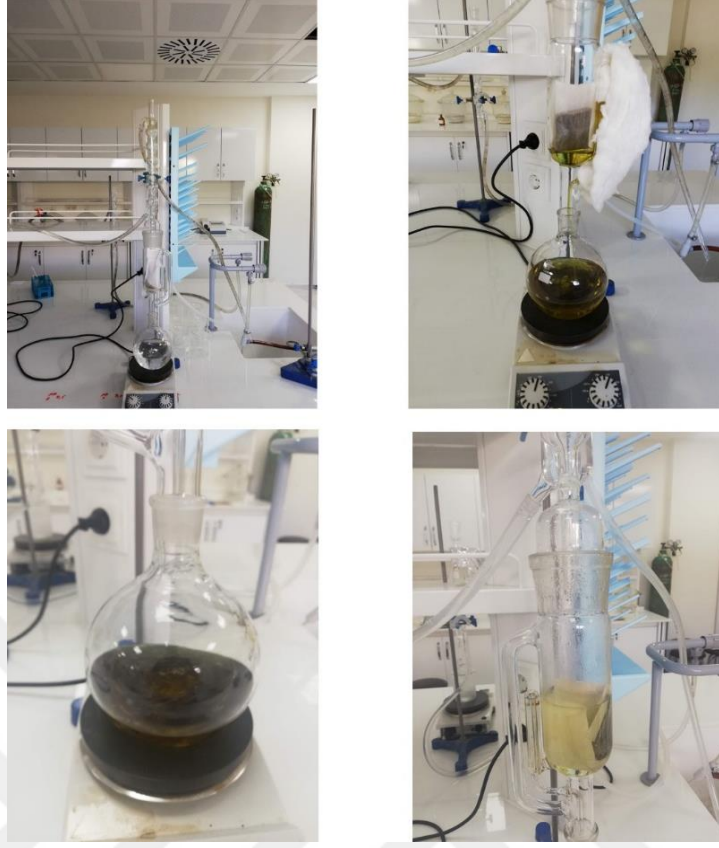
3.2. METOT

3.2.1. Ceviz Kabuklarından Juglon Elde Edilmesi

Çalışmamızda ceviz kabuğundan juglon etken maddesi elde etmek için soxhlet cihazı ile ekstraksiyon yöntemi uygulanmıştır. Ceviz bitkisinin kurutulmuş dış meyve kabukları juglon elde etmek için kullanılmıştır. Ceviz meyveleri Gaziantep yöresinden elde edilmiştir. Kabuklar, yüksek verimli bir ürün elde etmek için öğütücüde toz haline getirilmiş ve 30 gram toz ceviz kabuğu alınarak soxhlet cihazına yerleştirilmiştir. Ceviz kabuklarından juglon elde etmek için 500 mL'lik soxhlet ekstraksiyon cihazına 500 mL kloroform konularak ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmiştir (Popovici, 2013). Elde edilen juglon boyarmaddesinde bulunan solvent (ekstre) soğumaya bırakılmış ve 2 gece dinlendirilmiştir. Ekstrakt çözeltisindeki fazla çözeltiyi uzaklaştırmak için döner evaporatör kullanılmıştır. Böylece elde edilen ekstrakt çözeltisi kolon kromatografi yöntemi için hazırlanmıştır. Juglonun etken maddesi ceviz kabuğundan elde edilen ekstrakt çözeltisinden kolon kromatografi yöntemi ile elde edilmiştir. Elde edilen ürün FTIR, UV, element analizi ve diğer analiz yöntemleri ile aydınlatılmıştır.



Şekil 3. 1. Ekstraksiyon ve kolon çalışmalarında alınan ITK örnekleri



Şekil 3. 2. Ekstraksiyon çalışmalarından görüntüler

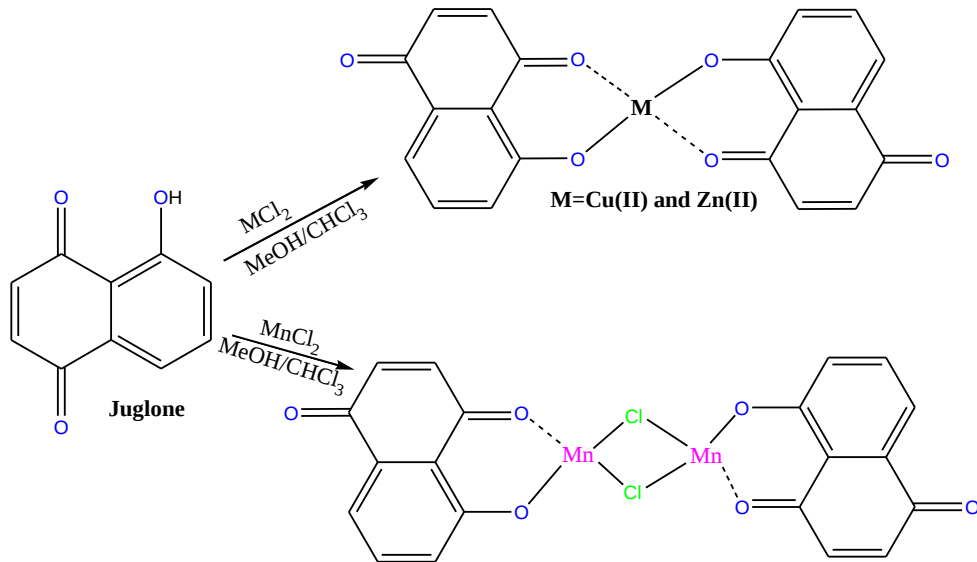


Şekil 3. 3. Juglon etken maddesi eldesindeki kolon kromatografisi çalışmaları



Şekil 3. 4. Komplekslerin elde edilme aşamaları

3.2.2. Metal Komplekslerinin Sentezi



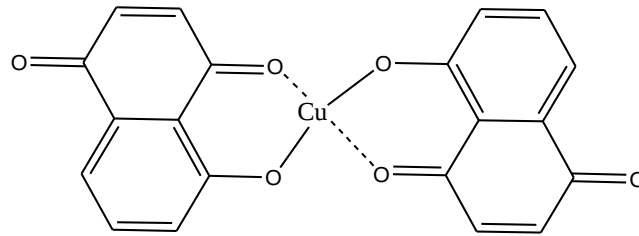
Şekil 3. 5. Metal komplekslerinin sentez şeması

Şekil 3.5'te metal komplekslerinin hazırlanması için genel prosedür verilmiştir. Literatürde verilen bilgiler kısmen değiştirilerek metal kompleksleri elde edilmiştir.

İlk olarak 0,3483 g (2 mmol) Juglon (L) , 50 mL MeOH içinde çözüldü ve 50 mL metanol içerisinde her birinden 1 mmol metal tuzu alınmıştır. CuL₂ kompleks için CuCl₂ tuzu, Mn₂L₂Cl₂ kompleksi için MnCl₂·4H₂O tuzu, ZnL₂·2H₂O kompleksi için ise ZnCl₂ tuzundan oluşan bir çözelti, sürekli karıştırarak damla damla ilave edilmiştir. Karışım, 25 °C'de 3 saat daha karıştırılmış, katı olarak ayrılan ürün süzölmüş, soğuk metanol ile yıkanmış ve kurutulmuştur (Pawar vd., 2012).

3.2.3. CuL₂ Kompleksinin Sentezi

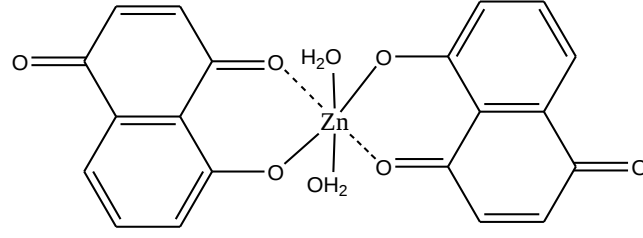
Juglon 0,3483 g (2 mmol) ligandı 50 mL MeOH içerisinde çözümlüp üzerine yine 50 mL MeOH içerisinde çözülmüş 0,1345 g (1 mmol) CuCl₂ metal tuzu sürekli karıştırılarak damla damla ilave edilmiştir. Tepkime ortamı aniden koyu kahverengine dönüşmüş, tepkime 25°C'de 3 saat içerisinde tamamlanmıştır. Elde edilen karışım 1 gece bekletilmiş, oluşan ürün filtre edilerek, soğuk metanol ile yıkanmış ve desikatörde oda sıcaklığında kurutulmuştur. Sentezlenen kompleks bileşik katı siyah renktedir. Kapalı Formöl: C₂₀H₁₀CuO₆, M_A: 409,84 g/mol, Verim: 0.388 g (%94.6).



Şekil 3. 6. CuL₂ kompleksinin muhtemel yapısı

3.2.4. ZnL₂·2H₂O Kompleksinin Sentezi

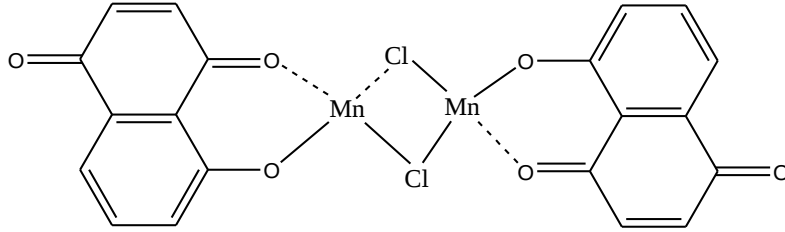
Juglon 0,3483 g (2 mmol) ligandı 50 mL MeOH içerisinde çözümlüp üzerine yine 50 mL MeOH içerisinde çözülmüş 0,1363 g (1 mmol) ZnCl₂ tuzu sürekli karıştırılarak damla damla ilave edilmiştir. Tepkime ortamı aniden koyu kırmızıya dönüşmüş, ve 25°C'de 3 saat içerisinde tamamlanmıştır. Elde edilen karışım 1 gece dinlendirilmiş, oluşan ürün filtre edilip, soğuk MeOH ile yıkanmış ve kurutulmuştur. Sentezlenerek elde edilen kompleks katı ve siyah renktedir. Kapalı Formöl: C₂₀H₁₀ZnO₆, M_A: 448.00 g/mol, Verim: 0.350 g (%84.90).



Şekil 3. 7. $\text{ZnL}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin muhtemel yapısı

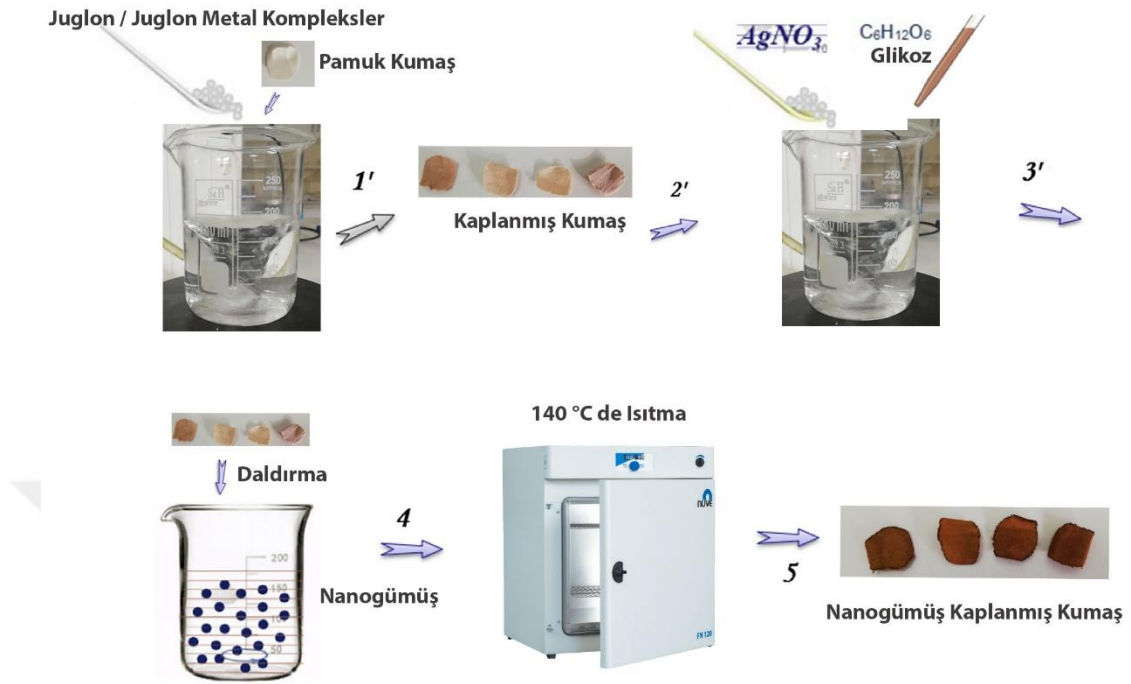
3.2.5. $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ Kompleksinin Sentezi

Juglon 0,3483 g (2 mmol) ligandı 50 mL MeOH içerisinde çözülüp üzerine yine 50 mL MeOH içerisinde çözülmüş 0,1979 g (1 mmol) $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ tuzu sürekli karıştırılarak damla damla ilave edilmiştir. Tepkime ortamı aniden koyu kahverengiye dönüşmüş ve 25°C 'de 3 saat içerisinde tamamlanmıştır. Elde edilen sentez 1 gece dinlendirilmesi için bekletilmiş, oluşan ürün filtre edilerek, soğuk MeOH ile yıkanarak kurutulmuştur. Sonuç olarak elde edilen kompleks katı ve siyah renktedir. Kapalı Formül: $\text{C}_{20}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{Mn}_2\text{O}_6$, M_A : 527.00 g/mol, Verim: 0.331 g (%62.80)

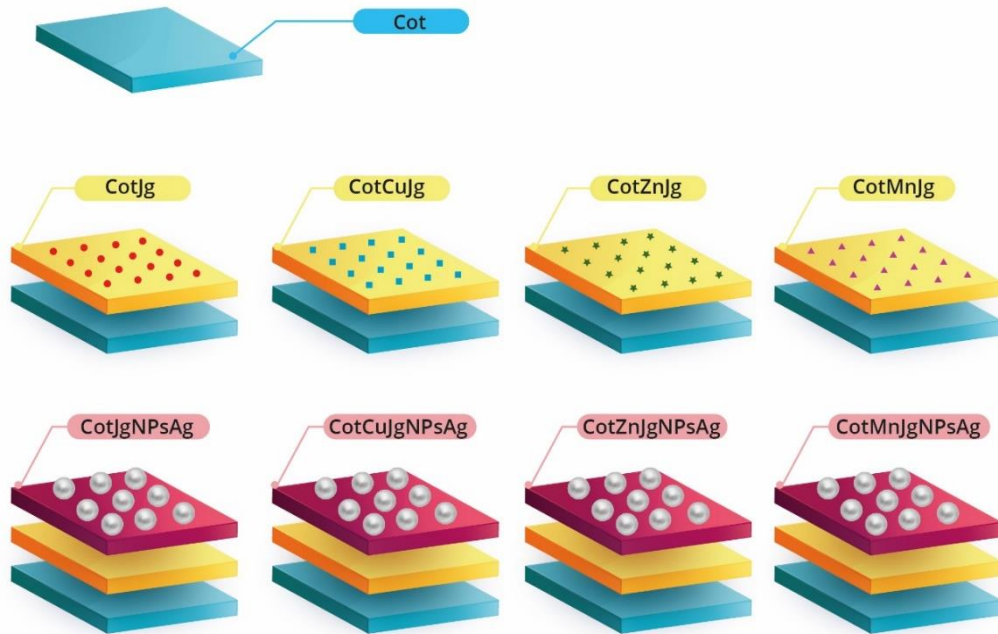


Şekil 3. 8. $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ kompleksinin muhtemel yapısı

3.2.6. Kumaşlara Juglon, Juglon Komplekslerinin ve Nanagümüşün Uygulanması



Şekil 3. 9. Juglon/juglon komplekslerini ve nanogümüşü kaplamak için özel strateji.



Şekil 3. 10. Pamuklu kumaşlar üzerine kaplanmış juglon/juglon komplekslerinin ve nanogümüşün sergilenmesi.

Şekil 3.10'da kumaşlara verilen kodların anlamları şu şekildedir: Cot; İşlem görmemiş %100 pamuk kumaştır. CotJg; Juglonla, CotCuJg; CuL₂ kompleksi ile, CotZnJg; ZnL₂·2H₂O kompleksi ile, CotMnJg; Mn₂L₂Cl₂ kompleksi ile, CotJgNPsAg; Juglon ve nano gümüş ile, CotCuJgNPsAg; CuL₂ kompleksi ve nano gümüş ile, CotZnJgNPsAg; ZnL₂·2H₂O ve nano gümüş ile; CotMnJgNPsAg Mn₂L₂Cl₂ ve nano gümüş ile işlem görmüş kumaşları ifade etmektedir.

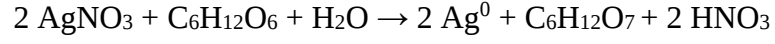
Araştırmada, **Şekil 3.10**'da görüldüğü gibi, yatak örtüsü olarak kullanılan ticari düz dokuma %100 pamuklu kumaşlar kullanılmıştır. Elde edilen juglon ve sentezlenen (CuL₂, ZnL₂·2H₂O, Mn₂L₂Cl₂) juglon kompleksleri (0.1 M) alınarak yaklaşık 2.5 g'lık kumaşlara 100 mL'lik cam beherlerde uygulanmış, juglon ve komplekslerin 5 mL dioksan içerisinde çözülmesi sağlanmıştır. Kumaşlar ilave edilmeden önce 20 mL su eklenerek uygulama solüsyonu hazırlanmış, kumaşlara tutunmayı sağlamak amacıyla 100 °C'de 60 dakika uygulama yapılmıştır. Daha sonra kaplama yapılmış kumaşlar soğuk su ile durulanmış ve 50 °C'de kurutulmuştur (Ziba ve Serin, 2018).



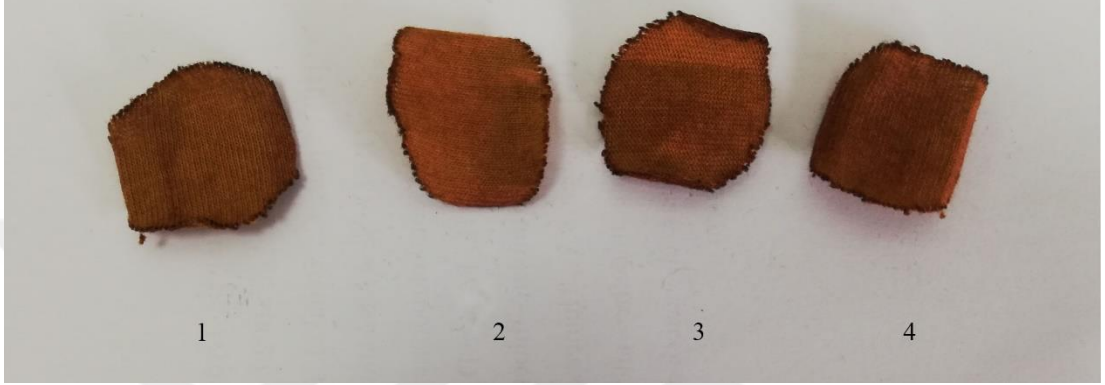
Şekil 3. 11. Juglon (1), ZnL₂·2H₂O kompleksi (2), Mn₂L₂Cl₂ kompleksi (3), CuL₂ kompleksi ile kaplama yapılmış kumaş örnekleri (4). Kaplama yapılmamış kumaş (5).

Elde edilen kumaş numuneleri üzerine 3,9 g gümüş kaynağı olarak AgNO₃ kullanılan 150 mL distile suda, 2.1 g glikoz ise 100 mL distile suda çözülerek Sol-Jel yöntemi ile gümüş kolloidler kumaşlara kaplanacak şekilde hazırlanmıştır. Su ve glikoz indirgeyici ajan olarak kullanılmıştır. İndirgeyici ajan ve AgNO₃, aynı koşullar altında farklı kaplarda damıtılmış suda çözünmesi sağlanmıştır. Daha sonra, iki çözelti 25°C'de karıştırılarak nanogümüş (Ag) partikülleri içeren renksiz veya şeffaf

bir sulu çözelti elde edilmiştir. Nano boyutlu gümüş koloidal çözeltiler aşağıdaki tepkimeye göre hazırlanmıştır (Lkhagvajav ve Yaşa, 2011).



Şekil 3. 12. Nanogümüşün elde edilme tepkimesi (Lkhagvajav ve Yaşa, 2011).



Şekil 3. 13. Juglon (1), ZnL₂·2H₂O kompleksi (2), Mn₂L₂Cl₂ kompleksi (3), CuL₂ kompleksi ile kaplama yapılmış kumaş örneklerinin nanogümüşle kaplanması (Yan, 2005).

Daha önce juglon ve metal kompleksleri ile boyanmış kumaşlar, tamamen ıslanana kadar elde edilen renksiz şeffaf nanogümüş solüsyonunda tutulmuştur. Kumaş numuneleri iyice kurutulmuş, kurutulan numuneler 140 °C'de 30 dakika ısıtılmıştır (Yan, 2005). **Şekil 3.13**'te juglon/juglon komplekslerinin ve pamuklu kumaşlar üzerine kaplanmış nanogümüşün temsilini göstermektedir.

3.2.7. Suşların Hazırlanması ve Ekimi

Bu çalışmada Gram pozitif; *Bacillus cereus* ATCC-7064, *Staphylococcus aureus* Rosenbach ATCC-6538, Gram negatif; *Salmonella typhimurium*, *Escherichia coli* ATCC-8739 suşları, Muller Hilton Broth (MHB)'a ve *Candida albicans* ATCC-90028 maya suşu Malt Ekstrakt Broth (MEB) aşılansarak 37±1 °C'de 18 saat inkübe edilmesi sağlanılarak aktivasyonu sağlanmıştır. Müller Hilton Agar (MHA) antimikrobiyal etkinlik için besiyeri olarak bakteriler için kullanılırken, Malt Ekstrakt Ağar (MEA) ise maya suşu için kullanılmıştır. Sterilize edilerek hazırlanan petri kaplarına suşlar, 0.5 McFarland standardı ile standardize edilerek aşılansmıştır ve suşlar 37±1 °C 1 saat inkübe edildi (CLSI, 2012; Balouiri ve vd., 2016). Kontrol

amacıyla DMSO içeren disk ve Amikasin (AK: 30 µg) ve Gentamisin (CN: 10 µg) örnekleri kullanıldı.

3.2.8. Komplekslerden Disklerin Hazırlanması ve Uygulanması

Çalışmada Kirby-Bauer disk difüzyon yöntemi kullanılarak sentezlenen komplekslerin ve kumaş numunelerinin antimikrobiyal etkinliği tespit edilmiştir (Bauer-Kirby, 1966; Murray ve vd., 1999). Sentezlenen kompleks bileşikleri %10'luk DMSO ile çözülerek 6 mm çapındaki boş steril Whatman kağıtlarından (Schleicher & Schül No: 2668, Germany) yapılmış disklerle 25 µL derişiminde emdirilmiştir. Kumaş numuneleri 1×1 cm olacak şekilde hazırlanmıştır. MHA'ya bakteri ve MEA'a maya suşlarının ekimi yapılmış kültürleri üzerine hazırlanan disk ve kumaş numuneleri yerleştirilmiştir. İnhibisyon zonlarının belirlenmesi amacıyla 18-24±2 saat süre ile 37±1 °C'de inkübe edilmiştir (David ve McCuen, 1988; Bradshaw, 1992; CLSI, 2012; Balouiri ve vd., 2016). Ortalama değerlerin alınması için çalışma üç tekrarlı olarak yapılmıştır.

3.2.9. Minimum İnhibisyon Konsantrasyonu (MIK)

Sentezlenen komplekslerin MIK değerlerinin belirlenmesi amacıyla 12.5 mg/mL, 1.25 mg/mL ve 0.125 mg/mL derişimlerde olacak şekilde % 10 DMSO ile çözülmesi sağlanılarak gram-pozitif, gram-negatif bakteri suşlarına karşı göstermiş olduğu minimum etki değerleri belirlenmiştir.

BÖLÜM IV BULGULAR

4.1 BULGULAR

Ceviz kabuğundan elde edilen juglon etken maddesi gibi doğal ürünlerin kullanımı çevre kirliliğinin önlenmesi bakımından oldukça önemlidir. Ayrıca juglon etken maddesinin antimikrobiyal özelliği ve antikanser etkisinden dolayı günümüzde çalışmalar yapılmaktadır. Antimikrobiyal tekstil ürünlerinin özellikle sağlık alanında kullanımı oldukça önemlidir. Covid-19 pandemisi ile birlikte daha güçlü antimikrobiyal tekstil ürünlerinin elde edilmesi ve kullanılması zaruret haline gelmiştir. Bu amaçla çalışmamızda antimikrobiyal tekstil ürünler elde etmek amacıyla juglon etken maddesini ve juglon komplekslerinin pamuk kumaş üzerine uygulanması sağlanmıştır. Ayrıca elde edilen antimikrobiyal kumaşların etkinliğini artırmak amacıyla Sol-Jel yöntemiyle elde edilmiş nanogümüş ile kaplanmıştır. Bu amaçla çalışmamızda juglon komplekslerinin sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır. Bu çalışma kapsamında sentezlenen maddeler ve spektroskopik sonuçlar aşağıda açıklanmıştır. Kaplanmış kumaşların yüzey yapıları ve biyolojik etkinlik sonuçları aşağıda verilmiştir.

Juglon, ceviz kabuklarından ekstraksiyon yöntemiyle doğal bir bileşik olarak kolayca ve yüksek verimle elde edilebilir. Bu nedenle juglon etken maddesini pamuklu kumaşlara uygulayarak daha spesifik ürünler elde etmek giderek yaygınlaşmaktadır (Defant vd., 2013). Juglon / Juglon Cu(II), Zn(II), Mn(II) metal kompleksleri/ AgNPs kaplamalarının oluşumunu araştırmak için model substrat olarak pamuklu kumaş kullanılmıştır. Pamuklu kumaş üzerindeki kaplamaların yüzey morfolojisi ve kimyasal bileşiminin karakterizasyonu SEM, SEM-EDX ve ICP-OES ile analiz sonuçlarıyla değerlendirilmiştir. Öte yandan Zn (II), Cu (II), Ni (II), Cd (II), Co (II),

Pd (II), Pt (II), Fe (II) vb. biyolojik uygulamaları için sentezlenmiştir. Pamuklu kumaş üzerinde farklı malzemelerle kaplama yüzeyinin etkin bir şekilde yeniden şekillendirilebildiği gözlemlenebilir (Salunke-Gawali vd., 2017; Tabrizi vd., 2016b; Pawar vd., 2012).

Juglon (5-hidroksi-1,4-naftaledion) (L)'nin kimyasal yapısı ve metal komplekslerinin tahmini yapıları **Şekil 3.5**'te verilmiştir. Ligandın, Cu ve Zn kompleksleri daha önce literatürde benzer şekilde bahsedilmişken, ligandın binükleer Mn kompleksi ilk kez bu çalışmada sentezlenmiştir. Literatürde belirtildiği gibi metal kompleksleri genel formülünün Cu ve Zn için $[ML_2]$, Mn için kompleksin $[M_2L_2Cl_2]$, burada L'nin juglon olduğu element analizi ve spektral veri sonuçlarından tahmini yapı **Şekil 3.5**'te verilmiştir. Tüm metal kompleksleri, katı halde oda sıcaklığında kararlıdır. Kompleksler metanol ve etanol gibi çözücülerde çözünmezken, dioksan ve DMF'de kısmi olarak çözünürler. Çözünme çok zayıf olduğu için Zn(II) kompleksinin NMR spektrumu alınamamıştır. Bileşiklerin renkleri, erime noktaları, verimleri, IR ve manyetik duyarlılık verileri deneysel bölümde sunulmuştur.

4.1.1. Sentezlenen Maddelerin Spektral ve Diğer Analiz Verileri

4.1.1.1. $ZnL_2 \cdot 2H_2O$ Kompleksinin Analiz Verileri

FT-IR, (ATR) $\nu(cm^{-1})$:

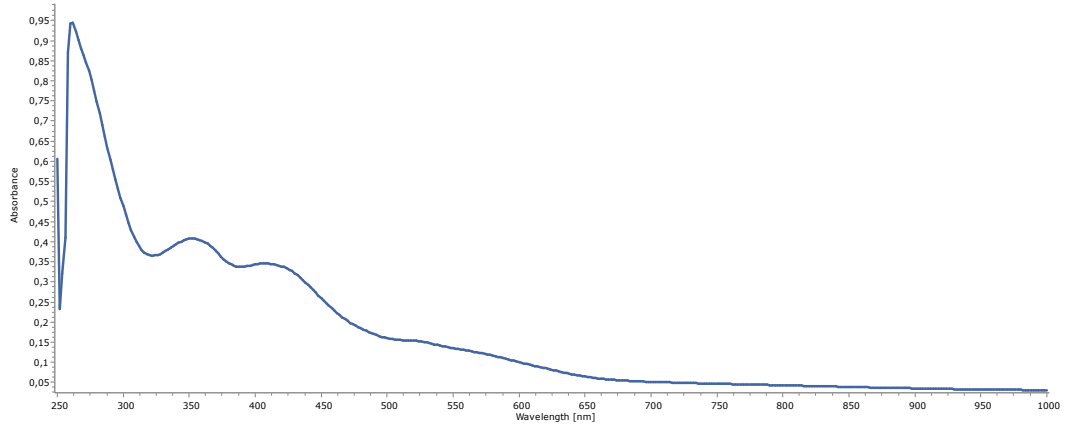
$ZnL_2 \cdot 2H_2O$ kompleksine ait spektrum incelendiğinde su molekülüne ait OH gerilme bandı 3470 cm^{-1} 'de geniş bant olarak görülmektedir.

$2987, 2972, 2923\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenen pikler aromatik halkalara ait (C-H), 1634 cm^{-1} 'de karbonil (C=O), 1574 cm^{-1} 'de (C=C) ve 448 cm^{-1} 'de Zn-O gerilme titreşimleri gözlenmiştir.

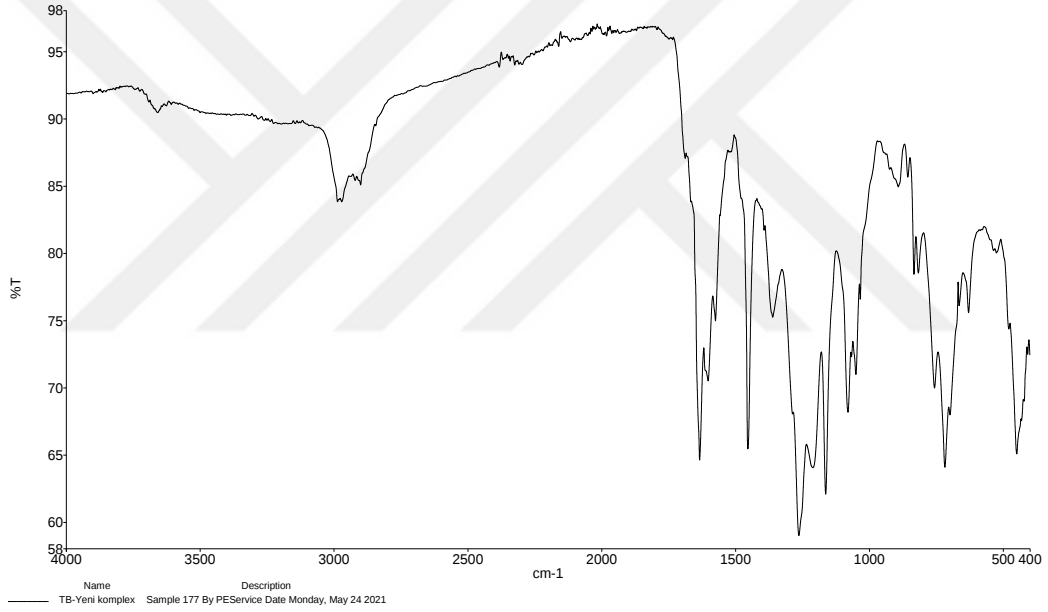
UV-Vis (DMF) $\lambda_{max}nm$ ($\log \epsilon$): 528 (0,037) 417(0.185) 354 (0.280) 261 (0.588).

API-ES m/z : 381.30 $[Zn+2L-2OH]^{+}$

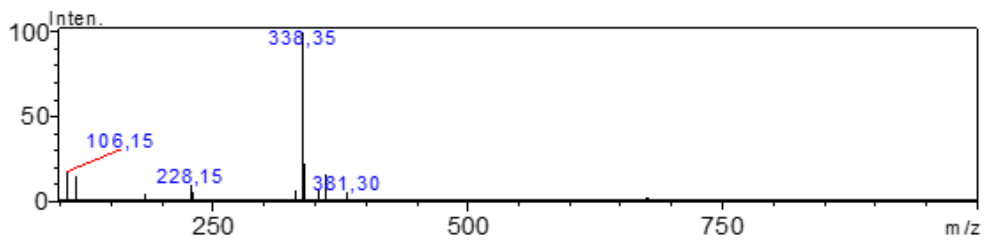
Elementel Analiz (C, H): Hesaplanan $C_{20}H_{14}O_8Zn$ (M_A : 448.00 g/mol) : C, 53.65; H, 3.15 ; *Bulunan* C, 53.47; H, 2.91 %,



Şekil 4.1. $\text{ZnL}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Kompleksine ait UV-Vis spekturumu



Şekil 4. 2. $[\text{ZnL}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksine ait FT-IR spekturumu



Şekil 4. 3. $[\text{ZnL}_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin kütle spekturumu

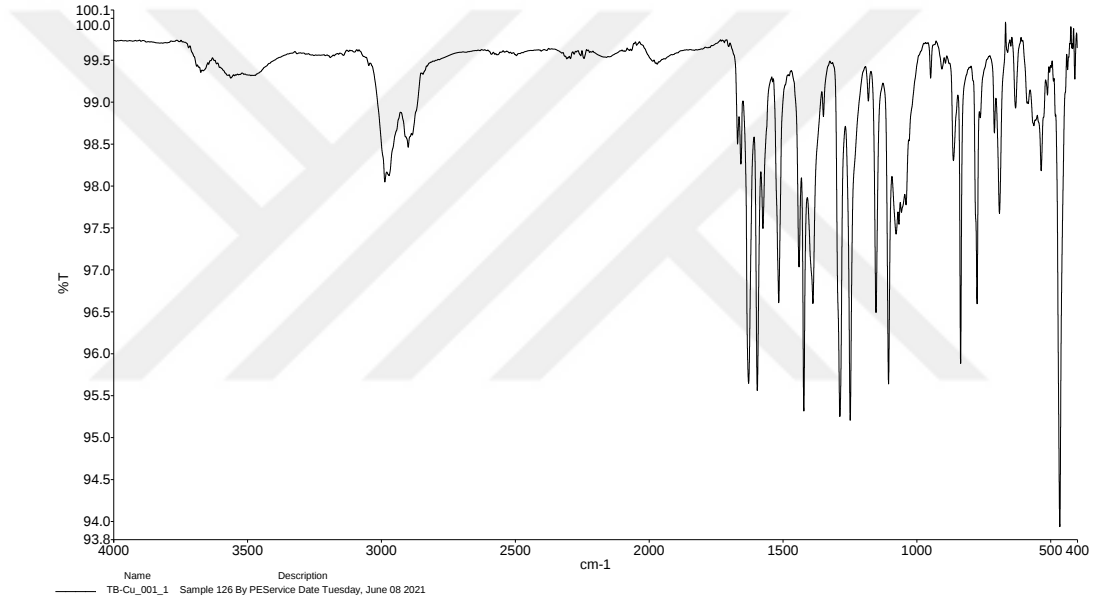
4.1.1.2. CuL₂ Kompleksine Ait Analiz Verileri

FT-IR, (ATR) $\nu(\text{cm}^{-1})$:

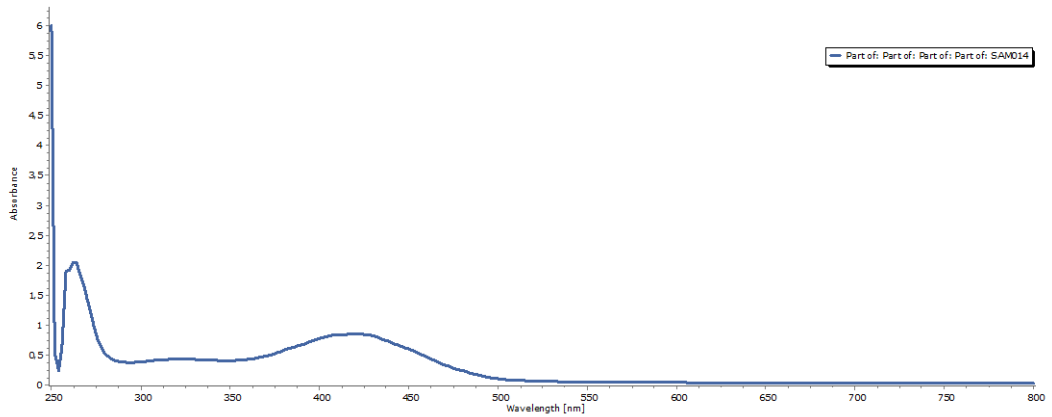
CuL₂ kompleksine ait spektrum incelendiğinde aromatik halkalara ait 2987 cm^{-1} , 2973 cm^{-1} 'de (C-H), 1628 cm^{-1} karbonil (C=O), 1595 cm^{-1} 'de (C=C), 465 cm^{-1} 'de Cu-O gerilme titreşimleri gözlenmiştir.

UV-Vis (DMF) $\lambda_{\text{max}}\text{nm}$ ($\log \epsilon$): 423 (0.166) 322 (0.175) 262 (0.560). μ_{eff} :1,72 BM
API-ES m/z : 381.30 [Cu+2L-2OH]⁺

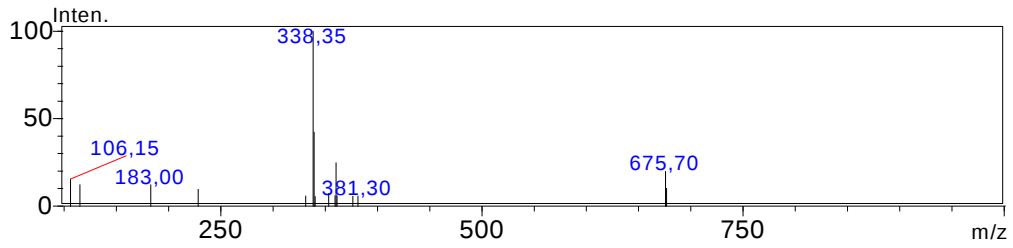
Elementel Analiz (C, H): Hesaplanan C₂₀H₁₀O₆Cu (M_A: 410.00 g/mol) : C, 58.61; H 2.46 ; *Bulunan* C, 59.85 ; H, 3.18 %



Şekil 4. 4. CuL₂ kompleksine ait FT-IR spektrumu



Şekil 4. 5. CuL₂ kompleksine ait UV-Vis spektrumu



Şekil 4. 6. CuL₂ kompleksinin kütle spektrumu

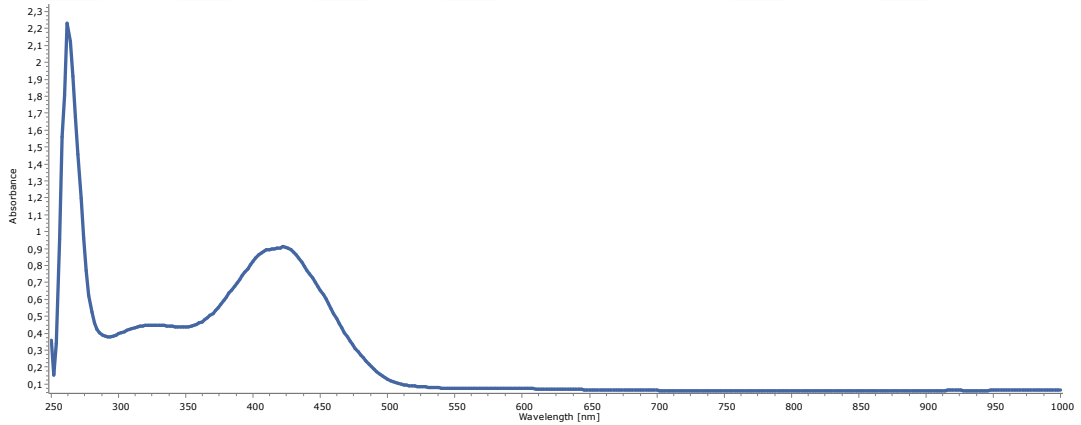
4.1.1.3. Mn₂L₂Cl₂ Kompleksinin Analiz Verileri

FT-IR, (ATR) $\nu(\text{cm}^{-1})$:

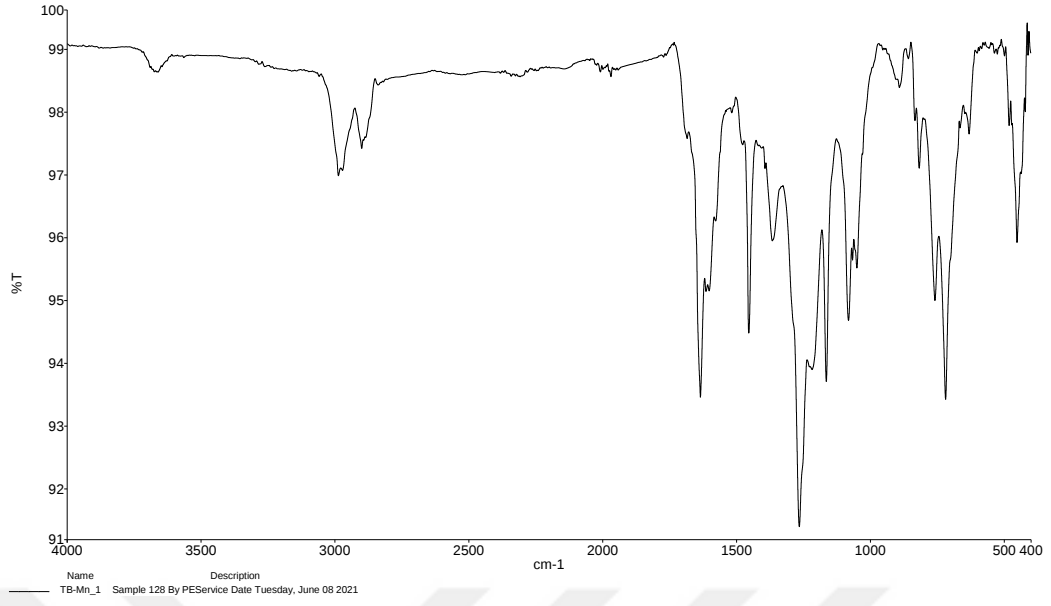
Mn₂L₂Cl₂ kompleksine ait spectrum incelendiğinde 2987 cm^{-1} 'de gözlenen pik aromatik halkalara ait (C-H); 1685, 1634 cm^{-1} 'de karbonil (C=O); 1574, 1570 cm^{-1} 'de (C=C) ve 451 cm^{-1} 'de Mn-O gerilme titreşimleri gözlenmiştir.

UV-(Vis (DMF) λ_{max} nm (log ϵ): 422 (0.09) 316 (0.215) 262 (0.531). μ_{eff} : 2.72 BM
API-ES m/z: 467.75 [2Mn+2L+2Cl-2OH]⁺

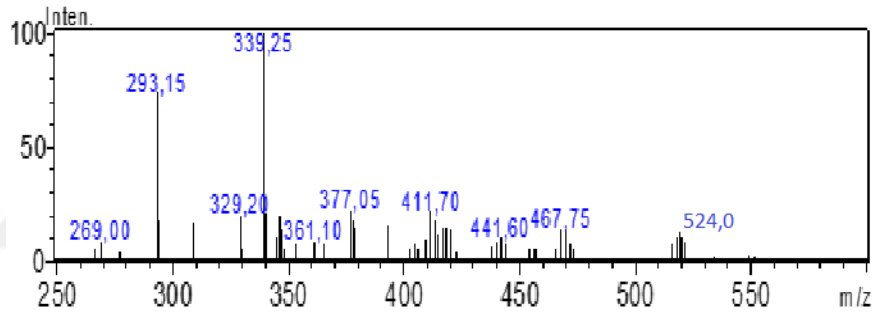
Elementel Analiz (C, H): Hesaplanan C₂₀H₁₀Cl₂Mn₂O₆ ((M_A:527.00 g/mol) C, 45.58 ; H,1.91 % ; Bulunan: C, 48.31; H, 3.22 %



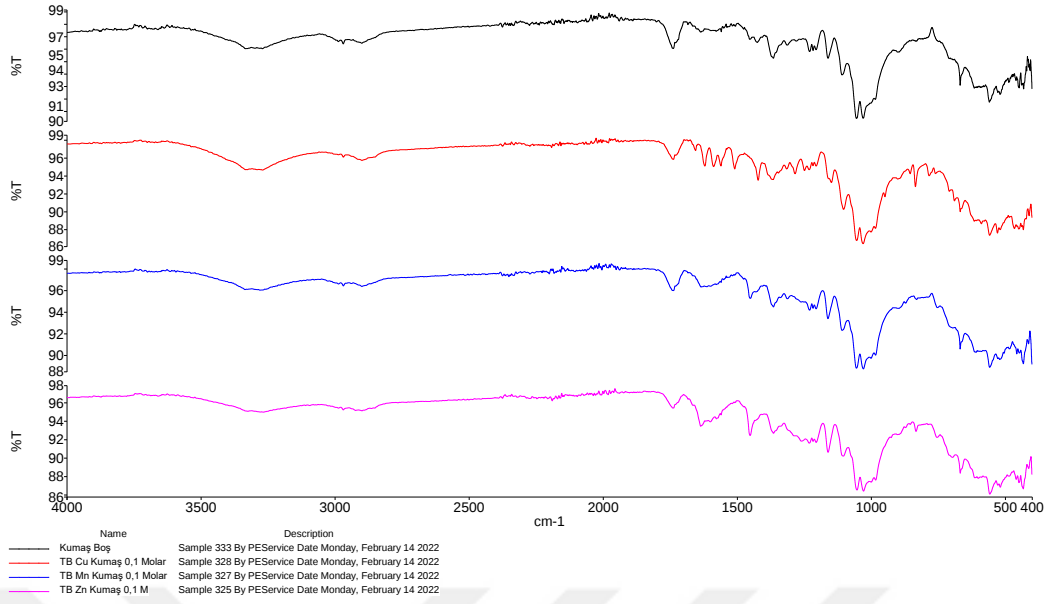
Şekil 4. 7. Mn₂L₂Cl₂ Kompleksine ait UV-Vis spekturumu



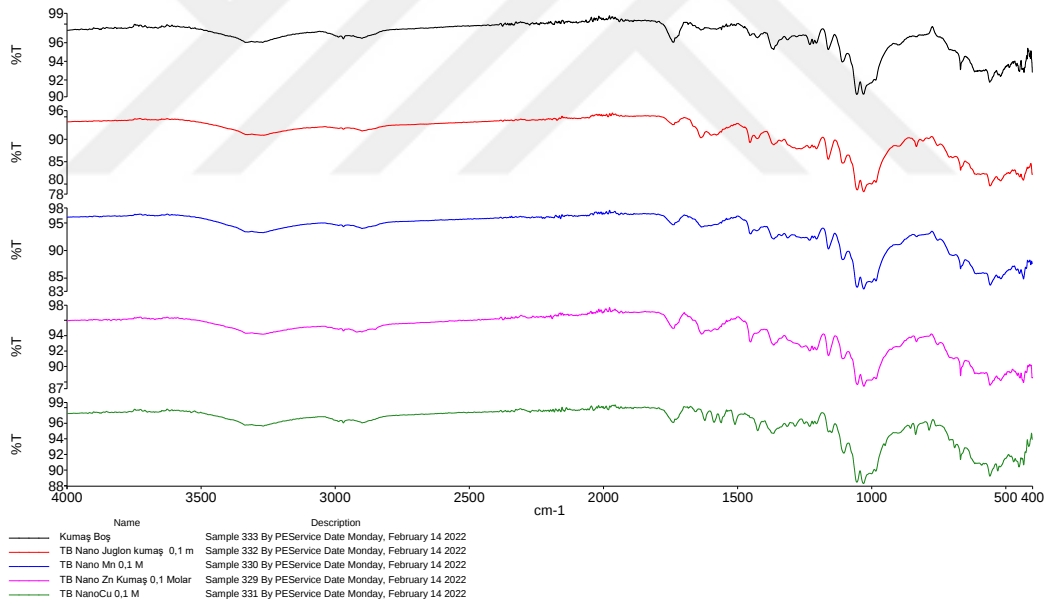
Şekil 4. 8. $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ kompleksine ait FT-IR spektrumu



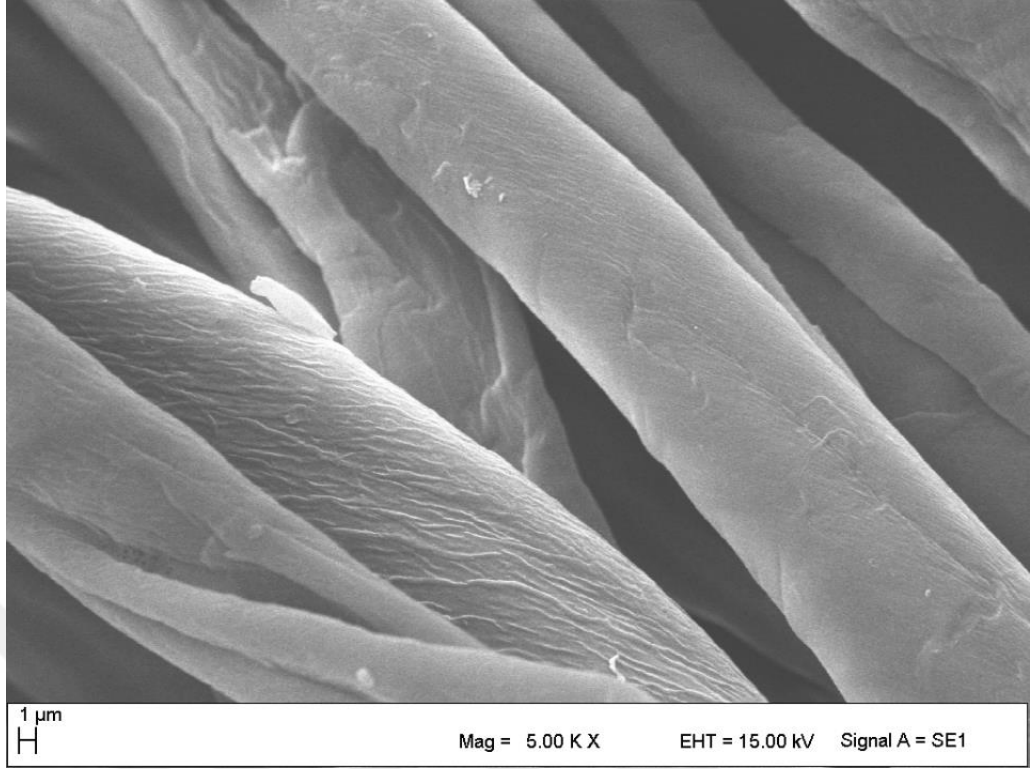
Şekil 4. 9. $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ kompleksine ait kütle spektrumu



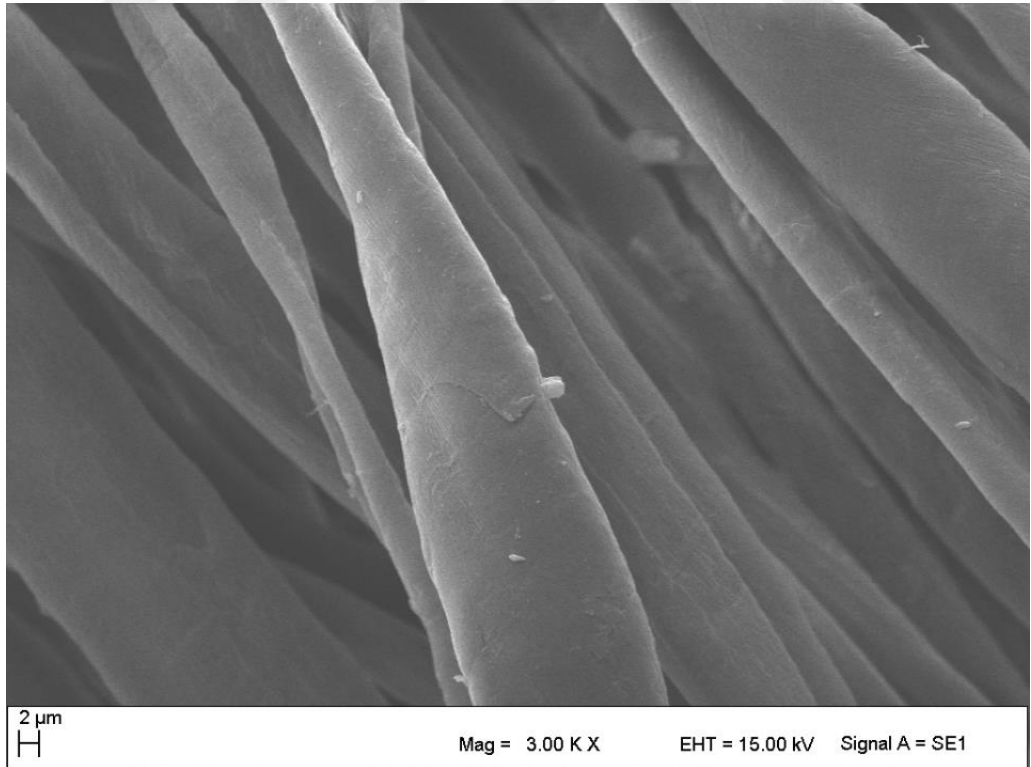
Şekil 4. 10. Kumaşlara uygulanan komplekslerin FTIR spektrumu



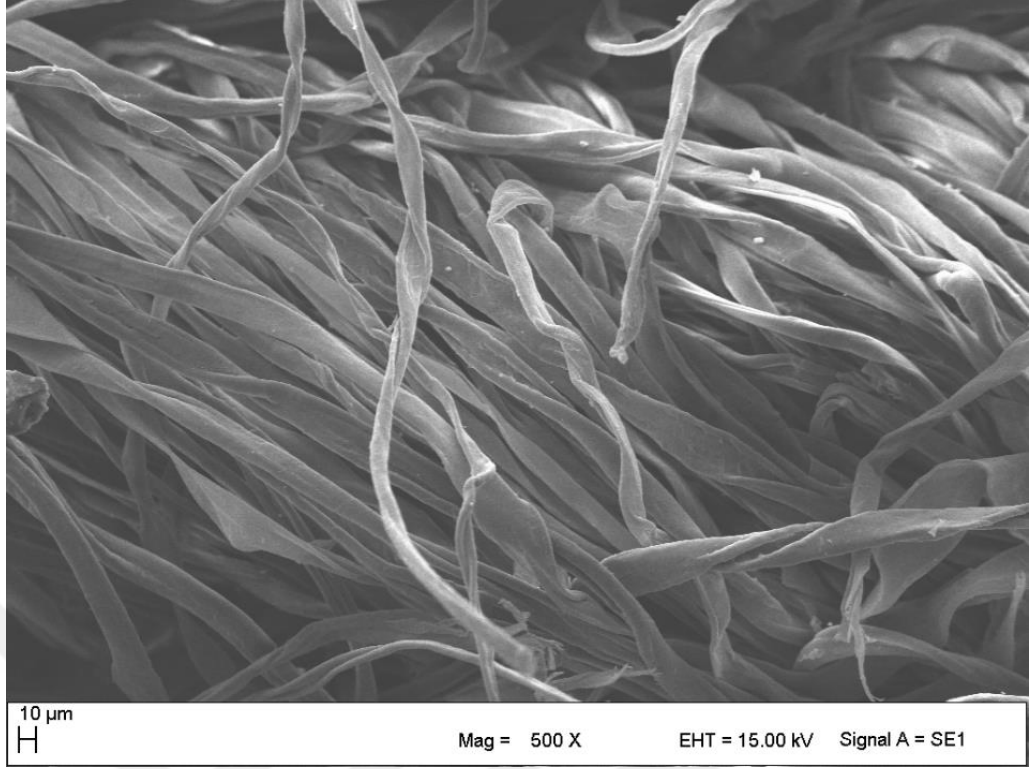
Şekil 4. 11. Kumaşlara uygulanan kompleks/sol-jel nanogümüş FTIR spektrumu



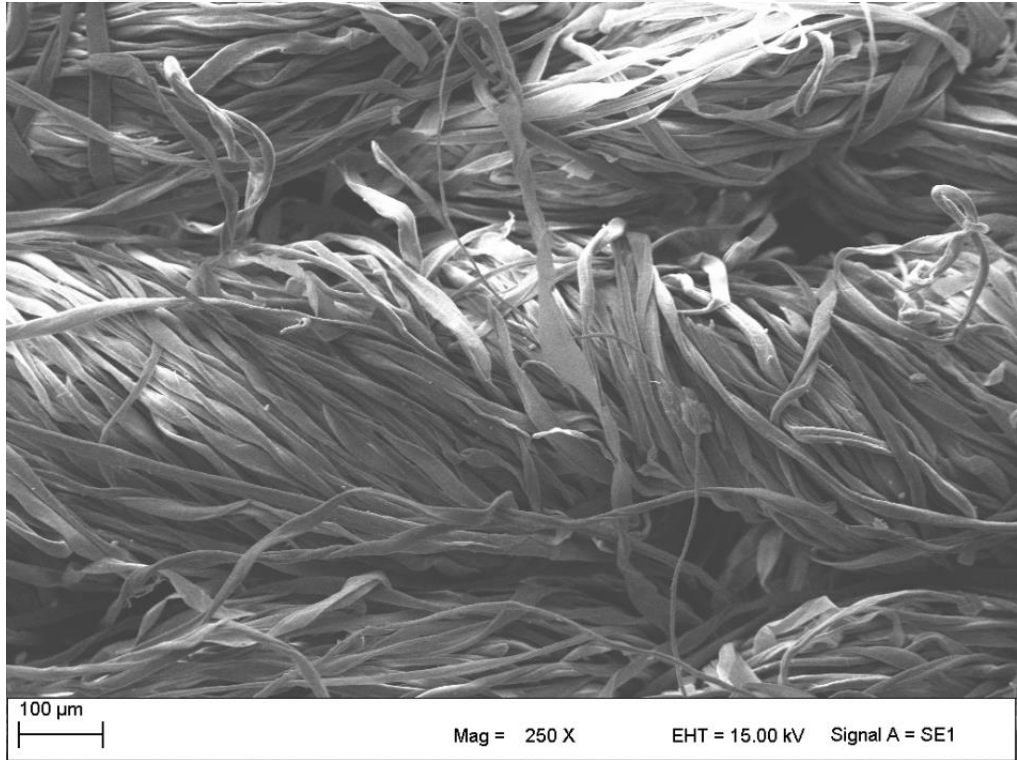
Şekil 4. 12. İşlem uygulanmamış kumaşın 1 µm boyutundaki SEM görüntüsü



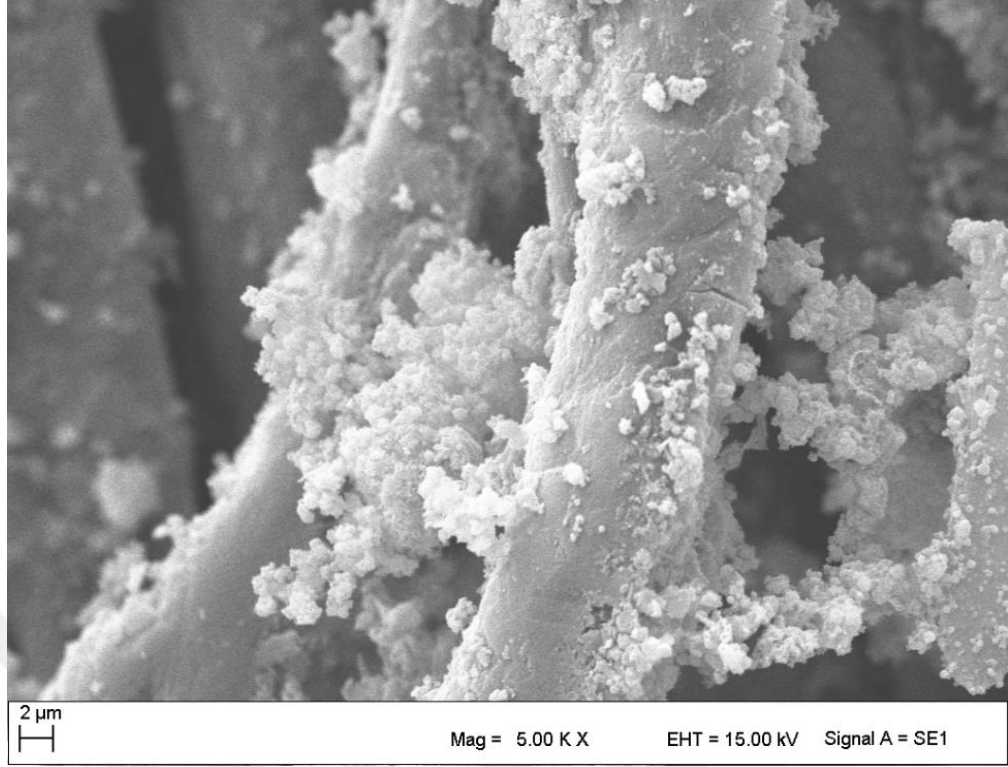
Şekil 4. 13. İşlem uygulanmamış kumaşın 2 µm boyutundaki SEM görüntüsü



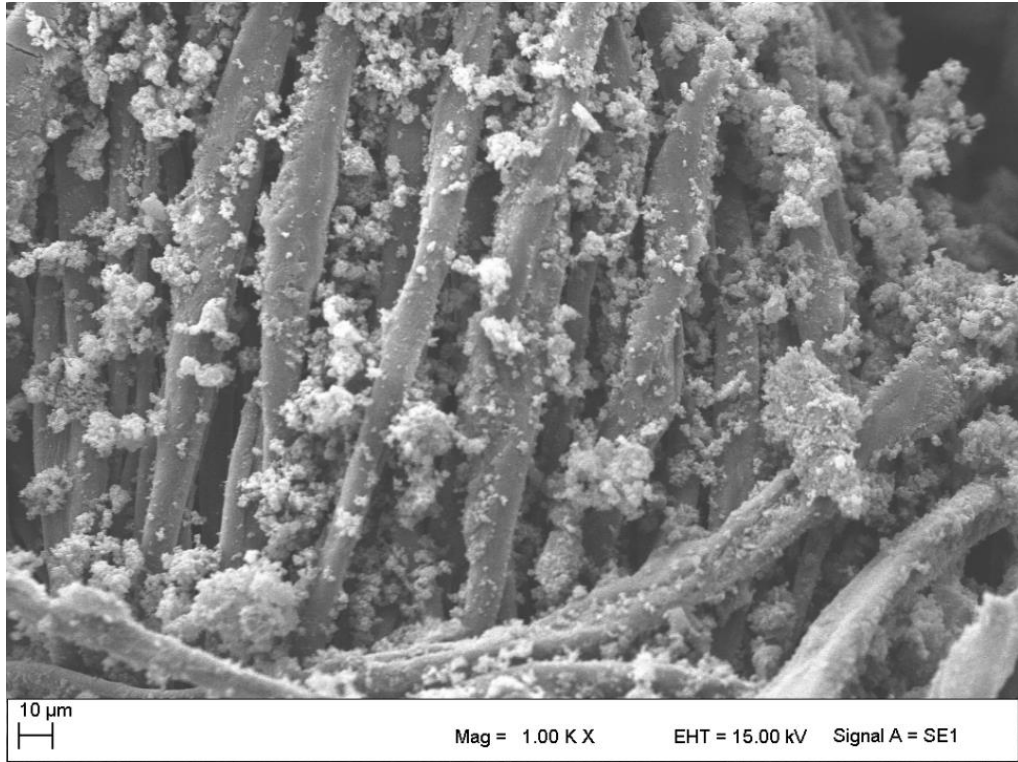
Şekil 4. 14. İşlem uygulanmamış kumaşın 10 µm boyutundaki SEM görüntüsü



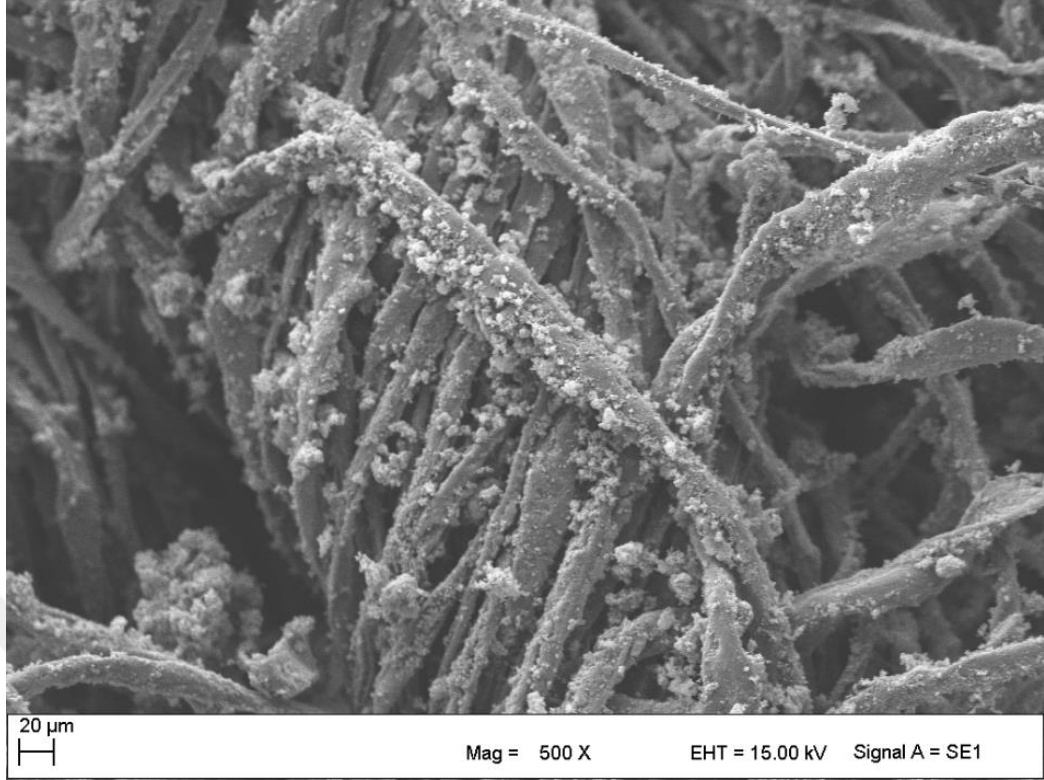
Şekil 4. 15. İşlem uygulanmamış kumaşın 100 µm boyutundaki SEM görüntüsü



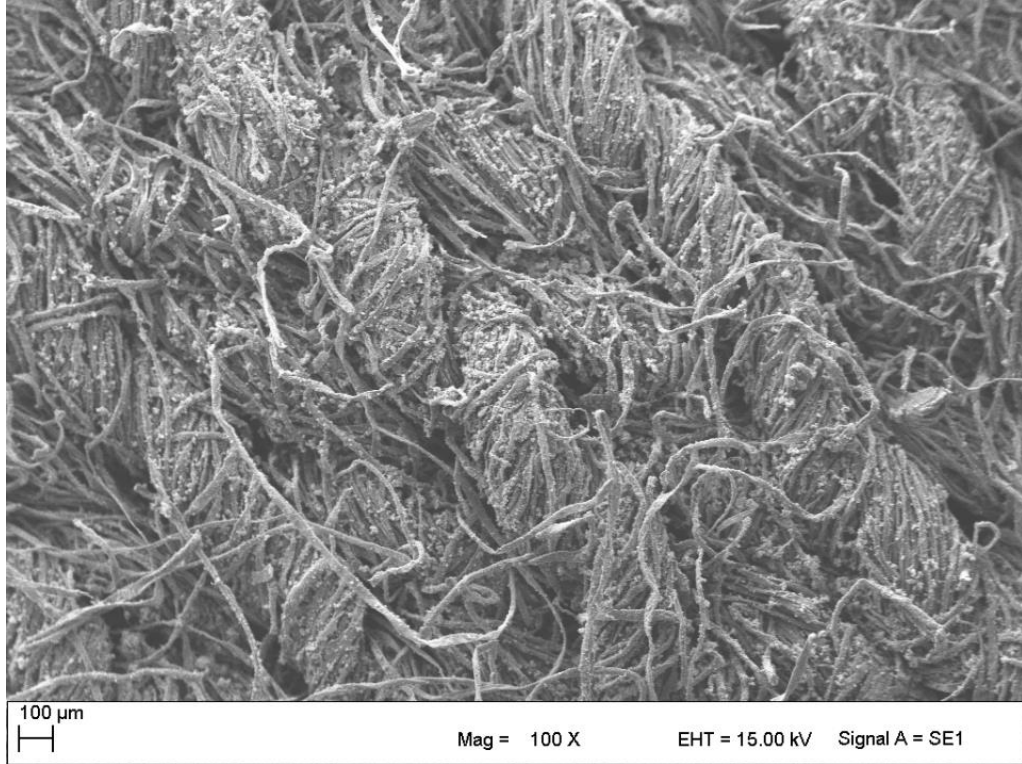
Şekil 4. 16. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 2 μ m boyutundaki SEM görüntüsü



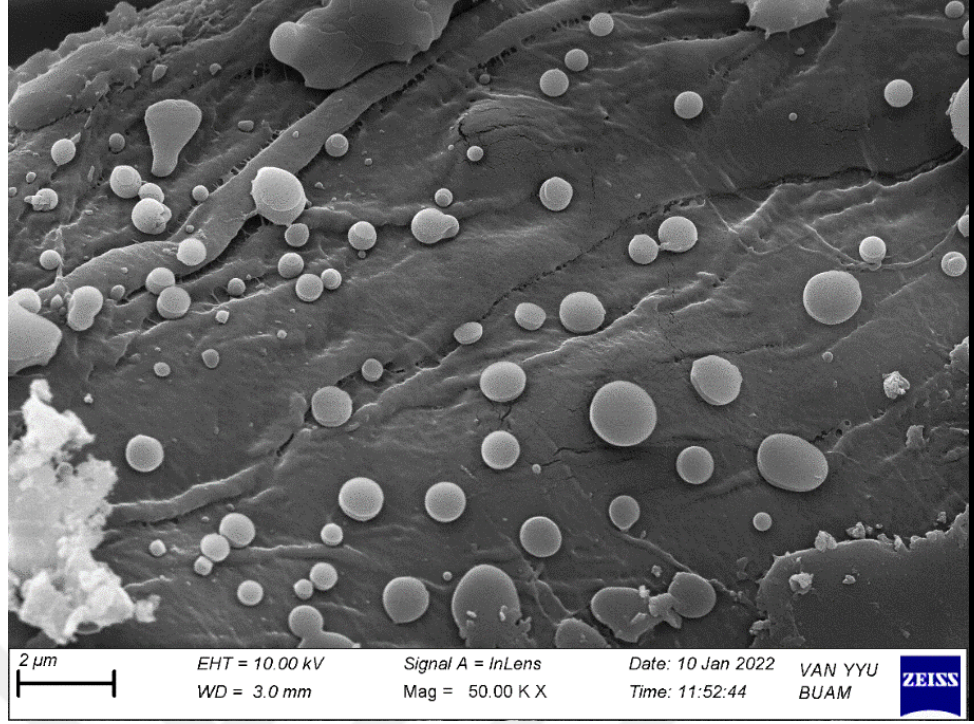
Şekil 4. 17. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 10 μ m boyutundaki SEM görüntüsü



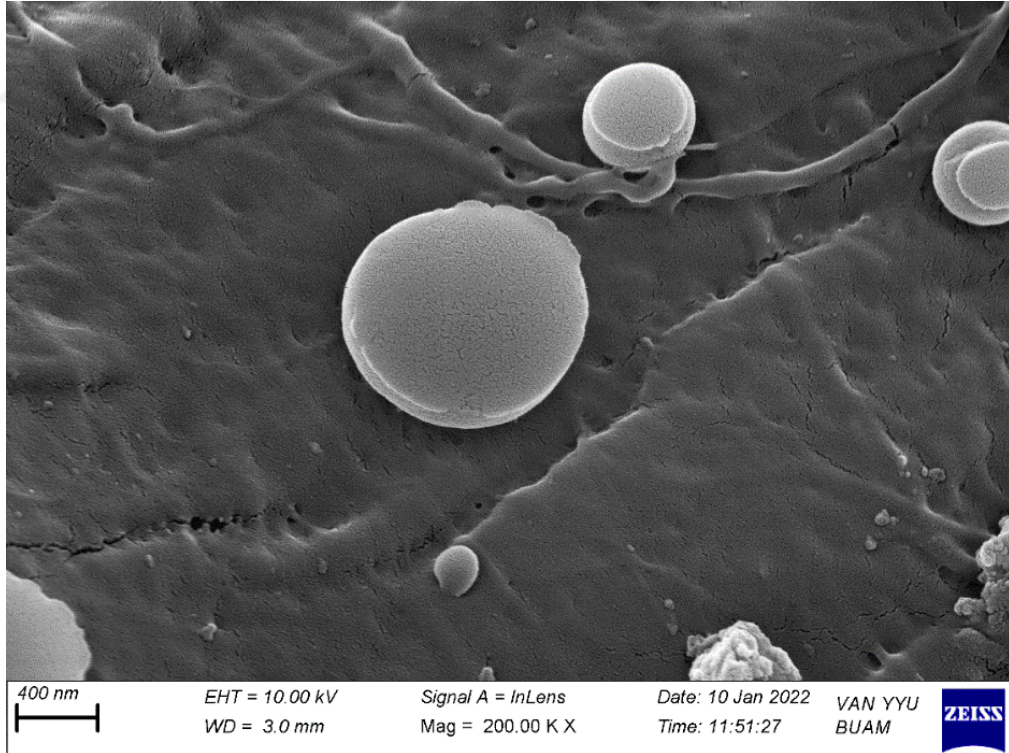
Şekil 4. 18. Kumaşa uygulanan juglon/nanogümüş 20 µm boyutundaki SEM görüntüsü



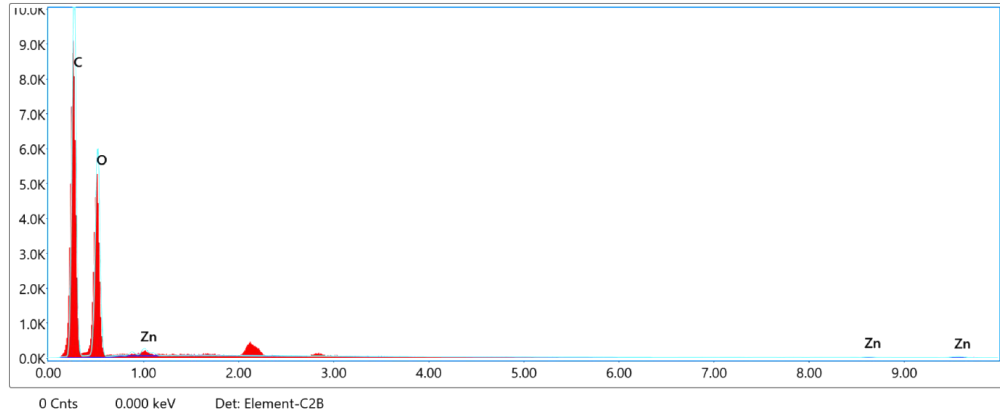
Şekil 4. 19. Uygulanan juglon/nanogümüş 100 µm boyutundaki SEM görüntüsü



Şekil 4. 20. Kumaşa uygulanan $\text{ZnL}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü

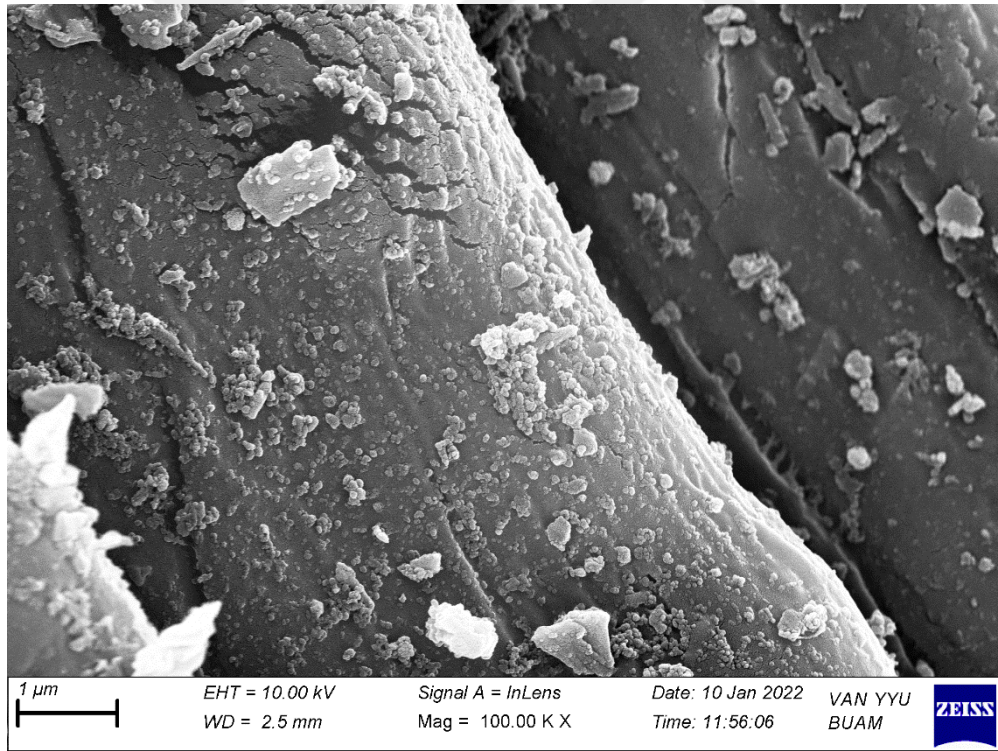


Şekil 4. 21. Kumaşa uygulanan $\text{ZnL}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kompleksinin 400 μm boyutundaki SEM görüntüsü

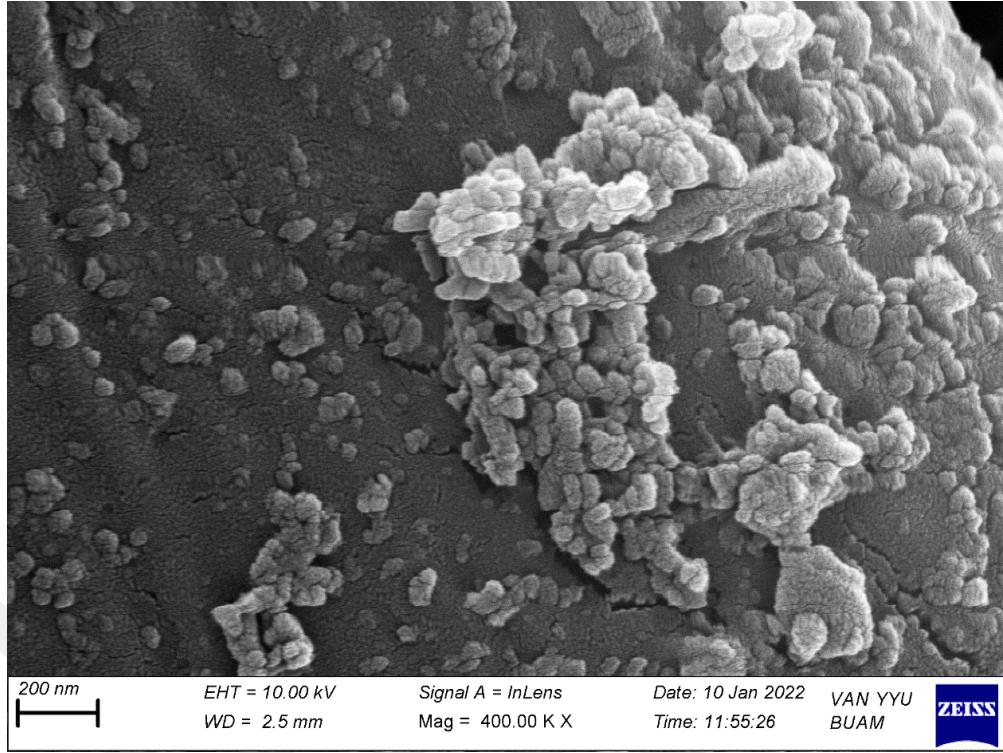


Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	50.59	58.30	2038.77	5.36	0.3261	1.0282	0.6267	1.0000
O K	47.81	41.36	1248.69	9.05	0.1307	0.9774	0.2797	1.0000
ZnK	1.60	0.34	10.11	15.72	0.0144	0.6774	1.0139	1.3123

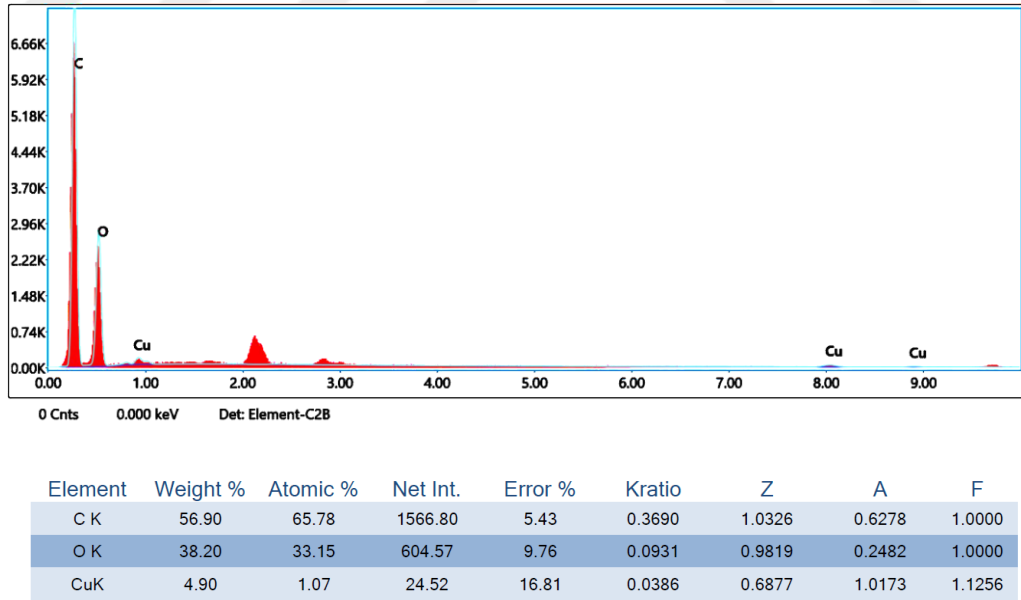
Şekil 4. 22. Kumaşa uygulanan $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleksinin EDX sonuçları



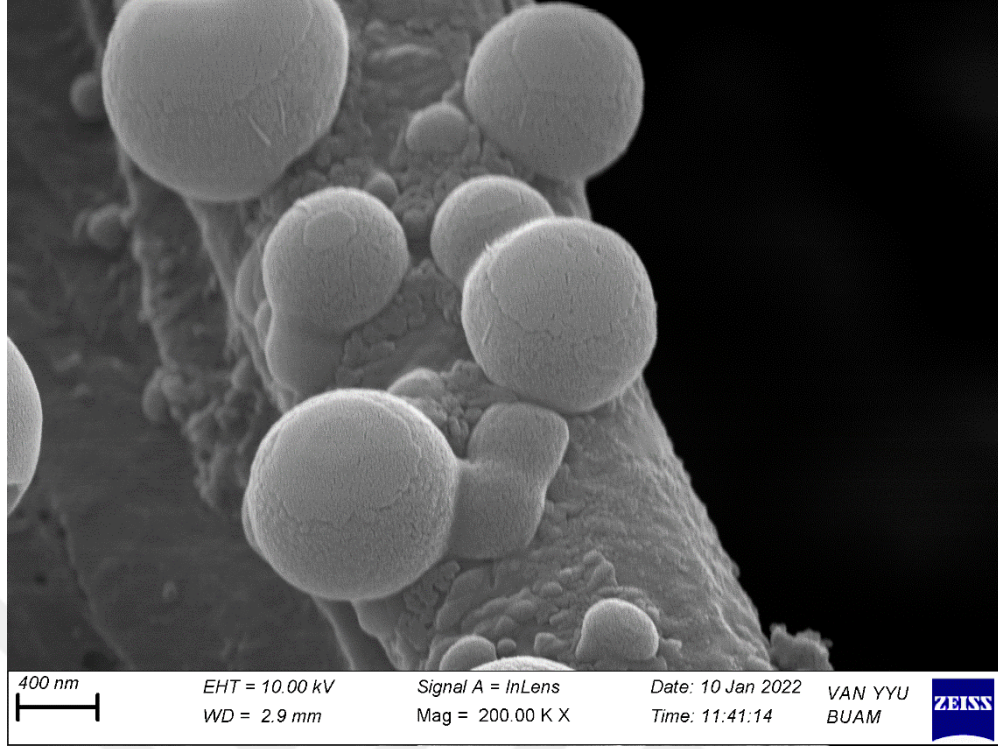
Şekil 4. 23. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin 1 µm SEM görüntüsü



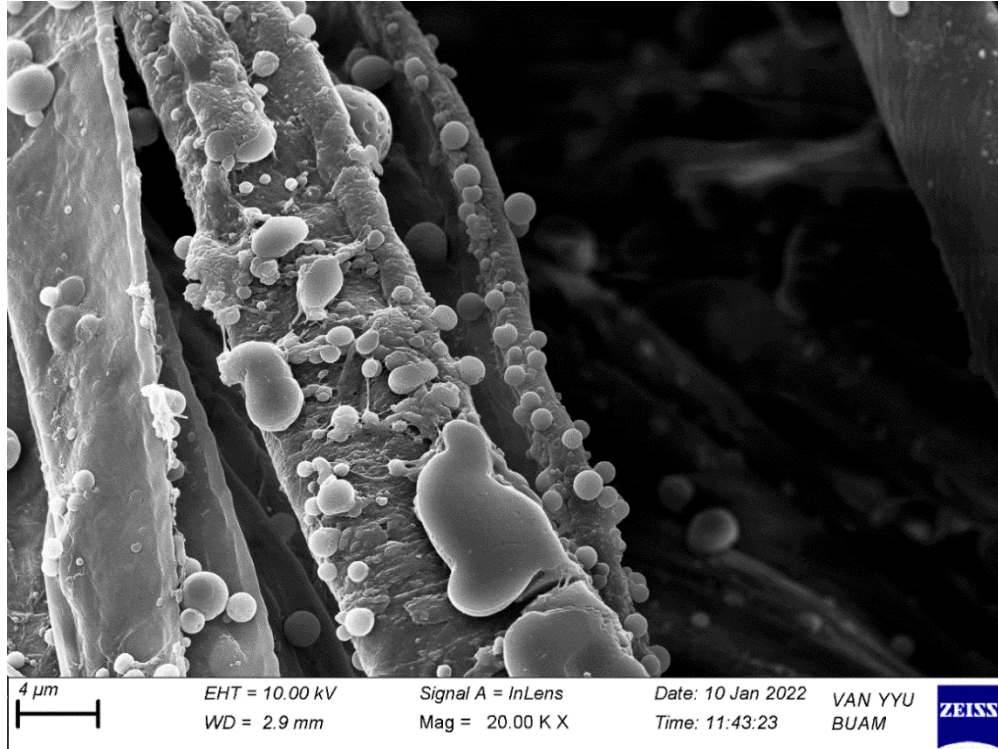
Şekil 4. 24. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin 200 nm boyutundaki SEM görüntüsü



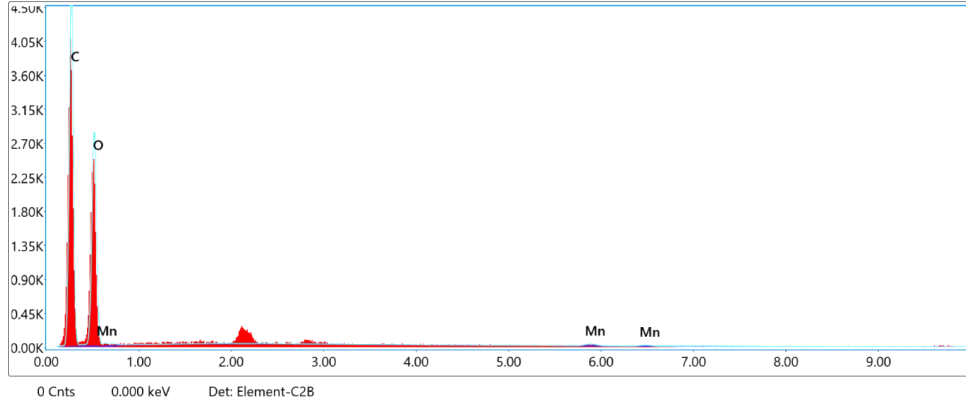
Şekil 4. 25. Kumaşa uygulanan CuL_2 kompleksinin EDX sonuçları



Şekil 4. 26. Kumaşa uygulanan Mn₂L₂Cl₂ kompleksinin 400 nm boyutundaki SEM görüntüsü

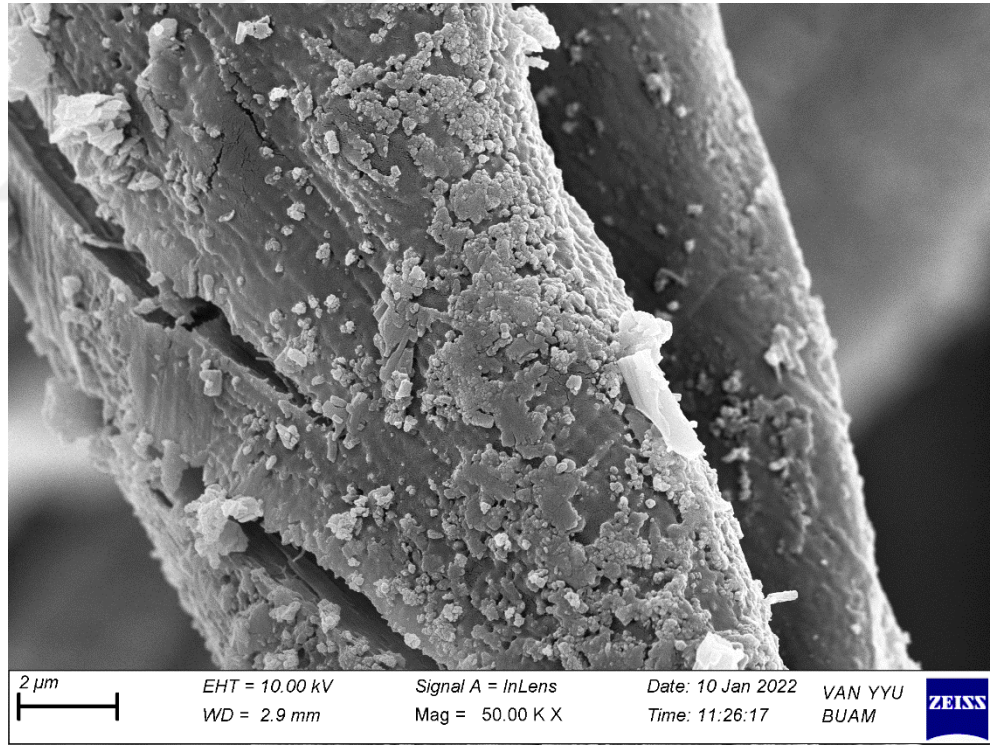


Şekil 4. 27. Kumaşa uygulanan Mn₂L₂Cl₂ kompleksinin 4 µm boyutundaki SEM görüntüsü

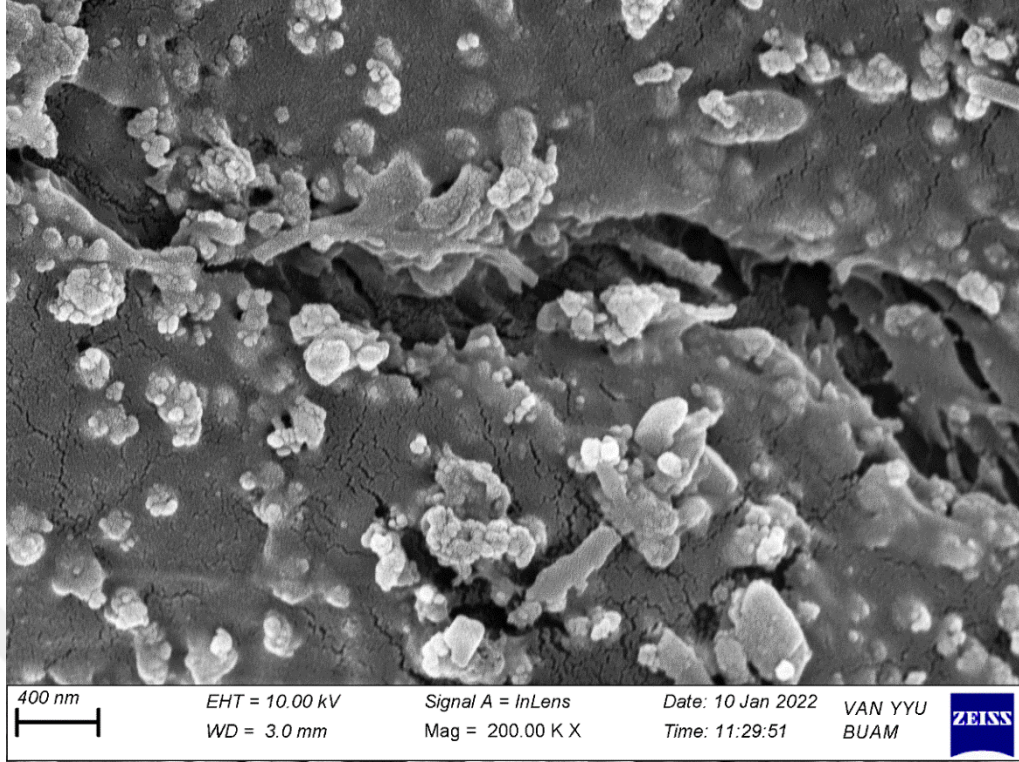


Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	49.12	56.80	904.12	5.44	0.3243	1.0288	0.6416	1.0000
O K	49.29	42.79	593.08	9.26	0.1391	0.9780	0.2885	1.0000
MnK	1.59	0.40	12.38	31.16	0.0131	0.7143	1.0164	1.1341

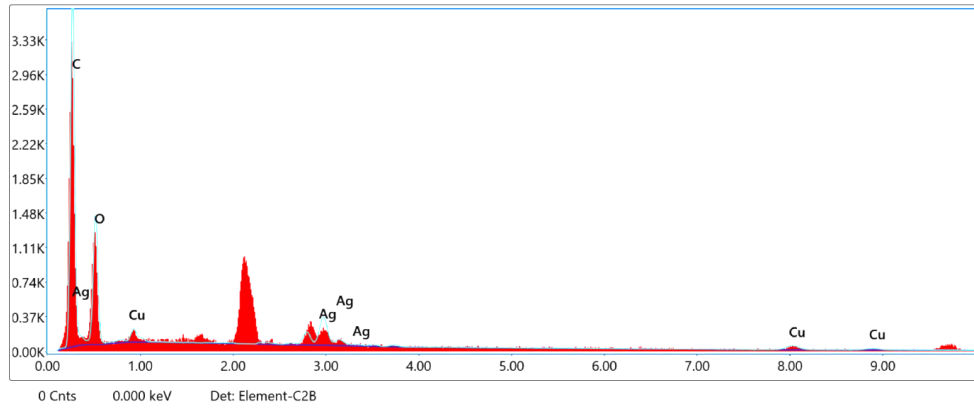
Şekil 4. 28. Kumaşa uygulanan $Mn_2L_2Cl_2$ kompleksinin EDX sonuçları



Şekil 4. 29. CuL_2 kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü

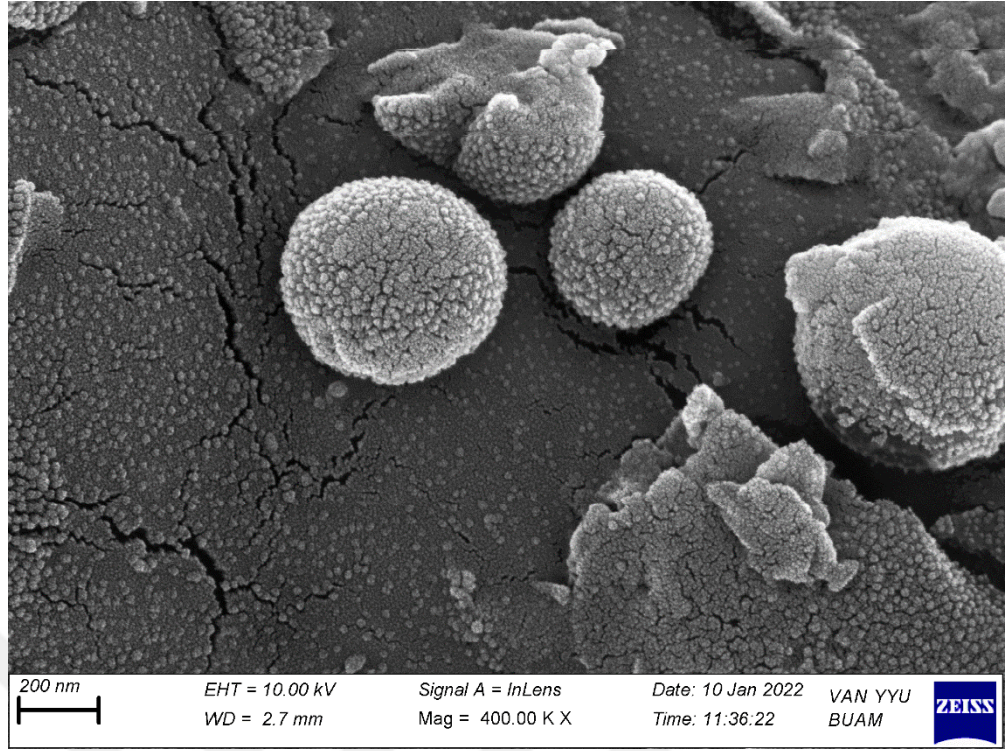


Şekil 4. 30. CuL₂ kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın 400 nm boyutundaki SEM görüntüsü

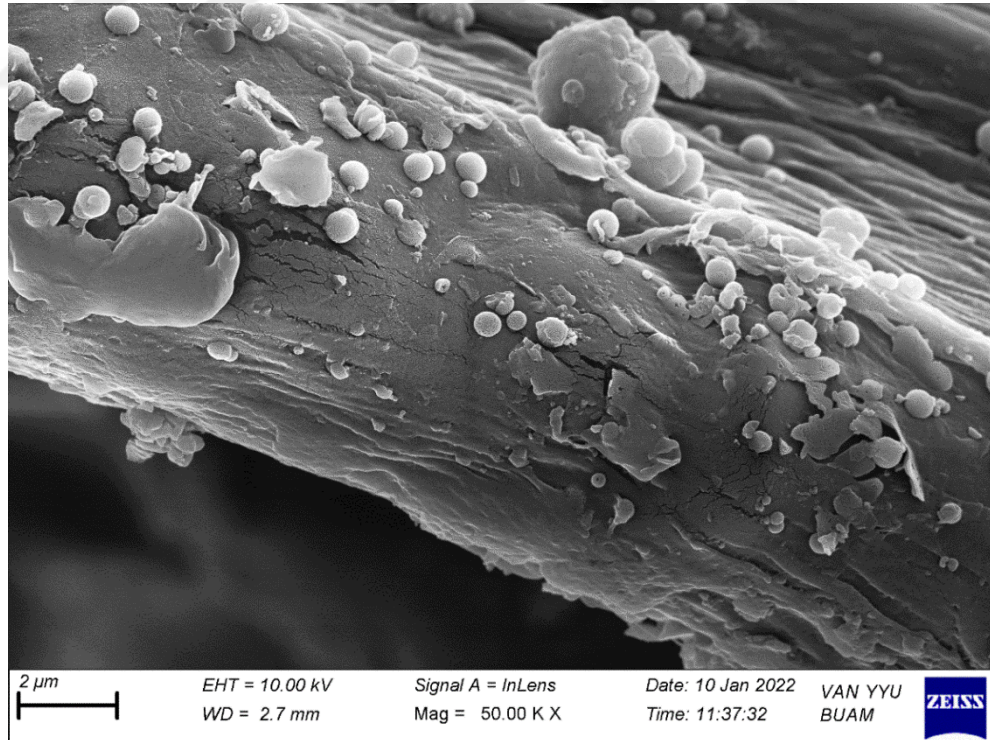


Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	47.57	63.33	848.68	6.14	0.3031	1.0815	0.5891	1.0000
O K	32.93	32.91	331.50	10.63	0.0772	1.0311	0.2275	1.0000
AgL	11.05	1.64	119.15	10.89	0.0828	0.6788	1.1033	1.0008
CuK	8.45	2.13	27.89	18.17	0.0662	0.7313	1.0058	1.0640

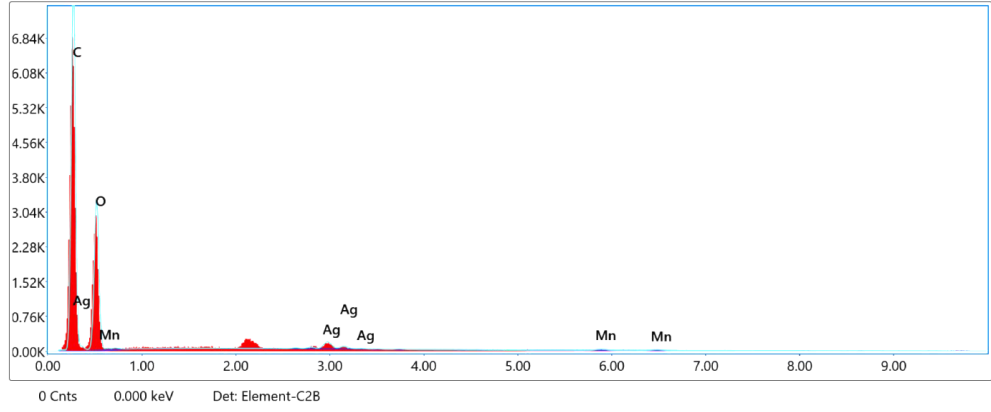
Şekil 4. 31. CuL₂ kompleksi/nanogümüş kaplanmış kumaşın EDX sonuçları



Şekil 4. 32. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 200 nm boyutundaki SEM görüntüsü



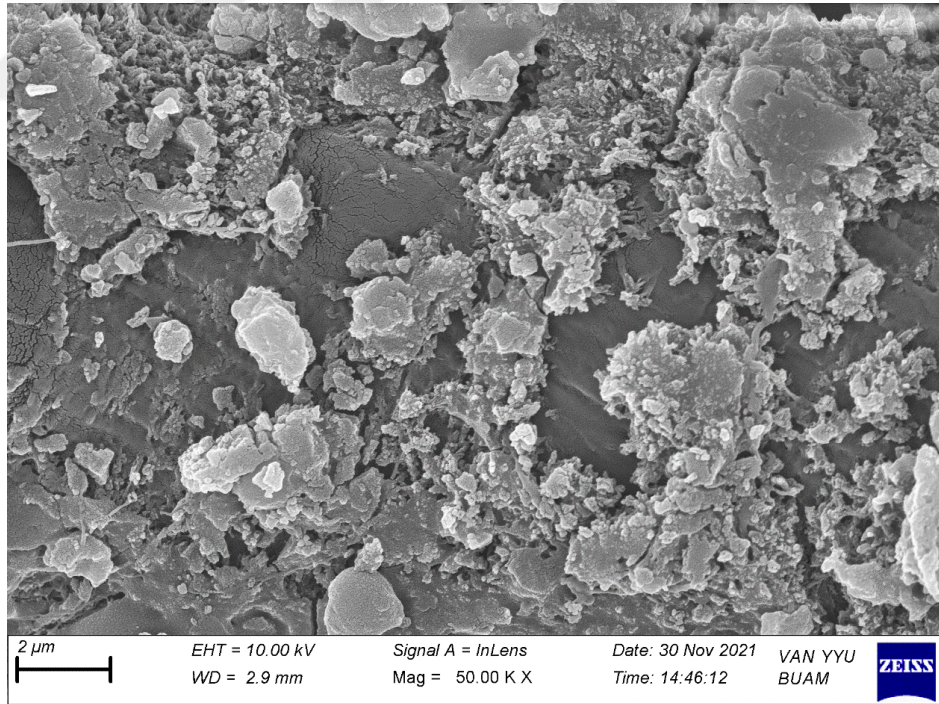
Şekil 4. 33. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 µm boyutundaki SEM görüntüsü



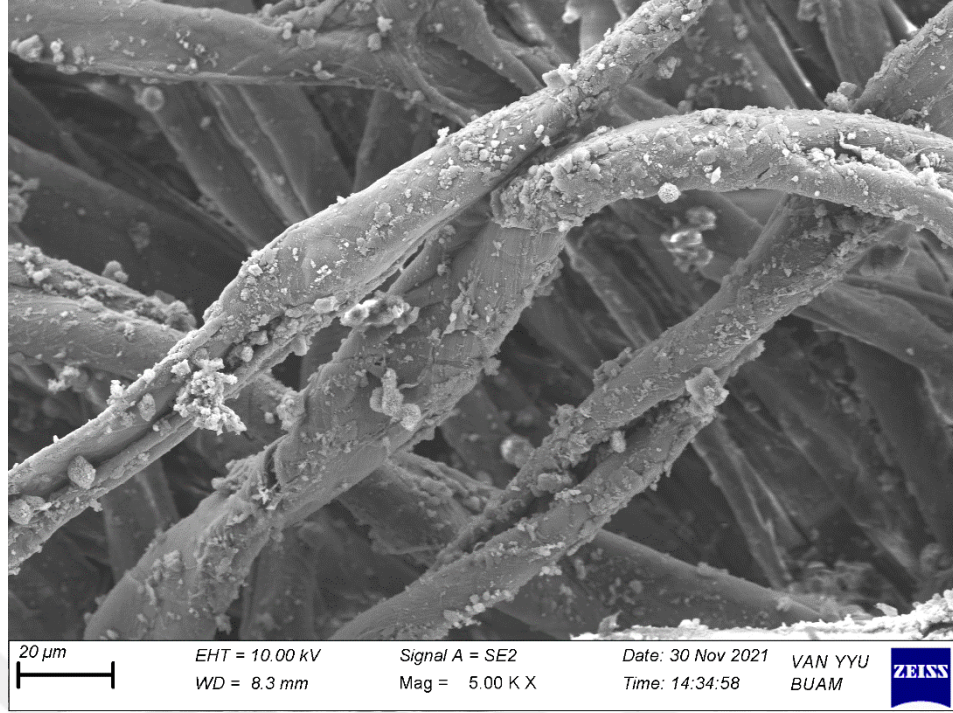
Smart Quant Results

Element	Weight %	Atomic %	Net Int.	Error %	Kratio	Z	A	F
C K	52.45	61.45	1537.81	4.94	0.3668	1.0362	0.6746	1.0000
O K	43.01	37.82	685.69	9.58	0.1069	0.9855	0.2521	1.0000
AgL	3.50	0.46	54.65	16.77	0.0255	0.6447	1.1273	1.0010
MnK	1.04	0.27	11.75	24.45	0.0083	0.7215	1.0131	1.0845

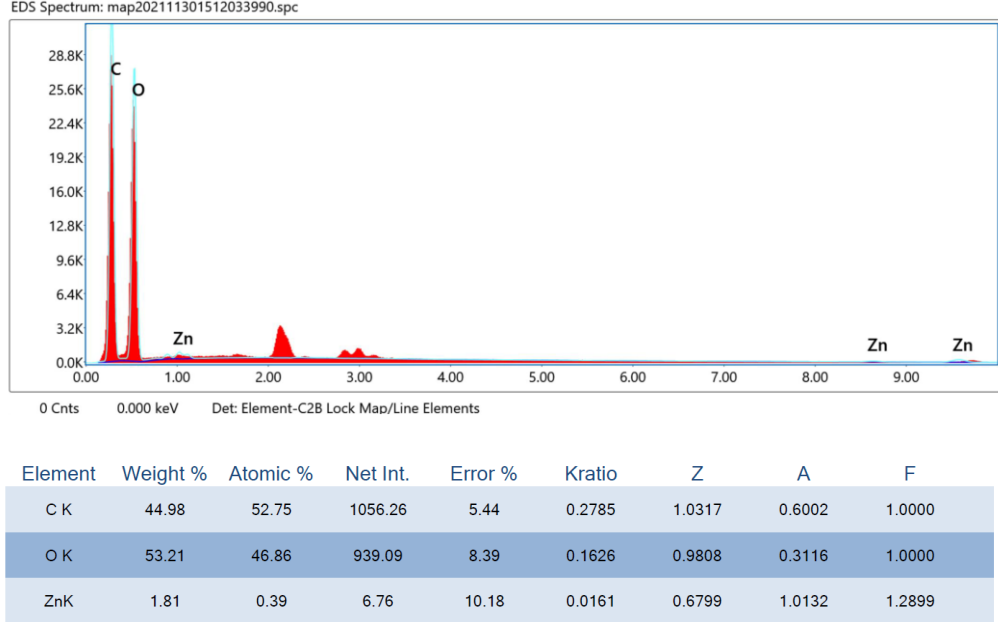
Şekil 4. 34. $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaş EDX sonuçları



Şekil 4. 35. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 2 μm boyutundaki SEM görüntüsü



Şekil 4. 36. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın 20 µm boyutundaki SEM görüntüsü



Şekil 4. 37. $[ZnL_2] \cdot 2H_2O$ kompleks/nanogümüş kaplanmış kumaşın EDX sonuçları

Tablo 6. Kumaşlara tutunan metal ve gümüş miktarının ICP-OES sonuçları

Kumaş Örnekleri	Metal Konsantrasyon	Nanogümüş (Ag) Konsantrasyon	Kumaş örneğinde metal konsantrasyonu (ppm)	Kumaş numunesi üzerinde gümüş (Ag) konsantrasyonu (ppm)
CotCuJg	0,1 M	0	14620	0
CotZnJg	0,1 M	0	776,9	0
CotMnJg	0,1 M	0	439,7	0
CotJgNPsAg	0	0,15 M	0	2822,7
CotCuJgNPsAg	0,1 M	0,15 M	15200	4414,8
CotZnJgNPsAg	0,1 M	0,15 M	897,7	6045,5
CotMnJgNPsAg	0,1 M	0,15 M	380,9	3848,3

Tablo 7. Juglon ve metal komplekslerinin ($Mn_2L_2Cl_2$, CuL_2 ve ZnL_2) antimikrobiyal aktivite değerleri (mm).

Örnekler	Gram Negatif		Gram Pozitif		Mantar
	<i>E. coli</i> (mm)	<i>Salmonella typhimurium</i> (mm)	<i>S. aureus</i> (mm)	<i>Bacillus cereus</i> (mm)	<i>Candida albicans</i> (mm)
CuL_2	18	18	22	20	8
$ZnL_2 \cdot 2H_2O$	9	10	10	10	0
$Mn_2L_2Cl_2$	0	12	14	14	0
Juglon	24	24	14	18	0
Amikasin	24	28	28	30	0
Gentamisin	18	22	22	20	0

Tablo 8. Ligand ve metal kompleksleri ile kaplanmış kumaşların antimikrobiyal aktivite değerleri(mm).

	Gram Negatif		Gram Pozitif		Mantar
Örnekler	<i>E. coli</i> (mm)	<i>S. typhimurium</i> (mm)	<i>S. aureus</i> (mm)	<i>B. cereus</i> (mm)	<i>C.albicans</i> (mm)
Referans Kumaş	0	0	0	0	0
CotJg	0	0	12	12	0
CotCuJg	24	24	24	26	10
CotZnJg	12	0	12	12	0
CotMnJg	14	12	12	14	0
Amikasin	24	28	28	30	0
Gentamisin	18	22	22	20	0

Tablo 9. Nano gümüş ile kaplanmış kumaş numunelerinin antimikrobiyal aktivite değerleri (mm)

	Gram Negatif		Gram Pozitif		Mantar
Örnekler	<i>E. coli</i> (mm)	<i>S. typhimurium</i> (mm)	<i>S. aureus</i> (mm)	<i>B. cereus</i> (mm)	<i>C. albicans</i> (mm)
Referans Kumaş	0	0	0	0	0
CotJgNPsAg	20	16	24	16	0
CotCuJgNPsAg	26	30	28	20	12
CotZnJgNPsAg	14	14	14	12	0
CotMnJgNPsA	15	16	20	14	0
Amikasin	24	28	28	30	0
Gentamisin	18	22	22	20	0

Tablo 10. Komplekslerin suşlara gösterdiği minimum inhibisyon konsantrasyonları (MIK)

Örnek / MIK (mg/mL)	<i>E. coli</i>	<i>Salmonella</i> <i>typhimurium</i>	<i>S. aureus</i>	<i>Bacillus</i> <i>cereus</i>
$\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$	1,25	1,25	1,25	1,25
CuL_2	1,25	0,125	0,125	12,5
$\text{ZnL}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	1,25	1,25	12,5	0,125
Juglon (L)	0,125	0,125	1,25	0,125

BÖLÜM V

TARTIŞMA VE SONUÇ

5.1. TARTIŞMA

Çevre kirliliğinin oldukça kötü sonuçlar doğurduğu çağımızda, doğadan elde edilen biyomateryallerin antibakteriyel, antifungal, antiviral gibi özelliklere sahip ürünlerin elde edilmesinde kullanılması oldukça önemlidir. Covid19 pandemisi etkili antibakteriyel, antiviral kısaca antimikrobiyal maske, doktor, hemşire giysisi gibi tekstil ürünlerinin önemini açıkça ortaya koymuştur. Ceviz kabuğunun bileşiminde bulunan juglon (5-hidroksi-1,4-naphthaledion) etken maddesi, antibakteriyel, antifungal ve antiviral daha genel anlamıyla antimikrobiyal özelliklere sahip olduğu iyi bilinmektedir. Juglon doğal bir biyomateryal olarak ceviz kabuğundan elde edilmektedir. Aynı şekilde gümüş elementi de oldukça etkili antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellik göstermektedir. Çalışmamızda hem doğal hassasiyete uygun olarak hem de etkili antimikrobiyal tekstil ürünleri geliştirmek amacıyla ceviz kabuğundan elde ettiğimiz juglon etken maddesi ile Sol-Jel yöntemiyle üretilen nanogümüş pamuk kumaşlara uygulanarak sonuçlar ışığında değerlendirme yapılmıştır.

5.1.1. Juglon Etken Maddesinin Ceviz Kabuğundan Elde Edilmesi

Juglon, ceviz kabuklarından ekstraksiyon yöntemiyle doğal bir bileşik olarak kolayca ve yüksek verimle elde edilebilir. Bu nedenle juglon gibi biyomateryallerin pamuk gibi doğal kumaşlara çeşitli yöntemlerle uygulanarak daha katmadeğerli ürünler elde etmek giderek yaygınlaşmaktadır (Popovici, 2013). Juglon etken maddesinin eldesinde Gaziantep yöresinden topladığımız ceviz kabukları kullanılmıştır. Ceviz kabuklarından ekstraksiyon bölüm 3.2.1’de belirtildiği gibi yapılmıştır. Juglon etken maddesinin eldesi bölüm 3.2.1’deki verilen bilgiler ışığında kolon kromatografisi yöntemiyle gerçekleştirilmiştir.

5.1.2. Juglon Metal Komplekslerinin Sentezi

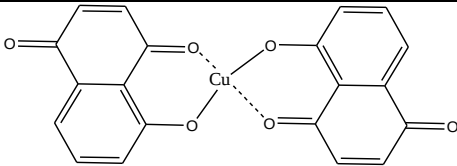
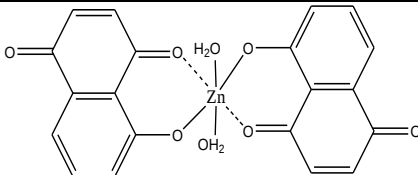
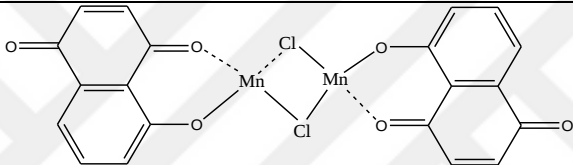
Juglon etken maddesi elde edildikten sonra pamuk kumaşlara uygulamak amacıyla Cu (II), Zn (II), Mn (II) geçiş metal tuzlarıyla optimum şartlar sağlanarak metal kompleksleri sentezlenmiştir. Sentezlenen metal komplekslerinin yapıları elementel analiz, FT-IR, UV-Vis yöntemleriyle aydınlatılmıştır. Juglon (L)'un kimyasal yapısı ve metal komplekslerinin tahmini yapıları **Şekil 3.5**'te verilmiştir. Liganda ait Cu ve Zn komplekslerinden benzer bir yöntemle daha önce literatürde bahsedilmişken, ligandın binükleer Mn kompleksi ilk kez bu çalışmada sentezlenmiştir. Literatürde belirtildiği gibi metal kompleksleri genel formülünün Cu ve Zn için $[ML_2]$, Mn kompleksi için $[M_2L_2Cl_2]$, tahmini yapılarda olduğu elemental analiz ve spektral verilerle açıklanmıştır. Kompleksler metanol ve etanol gibi çözücülerde çözünmezken, dioksan ve DMF'de ise kısmi olarak çözünmektedirler. Çözünme çok zayıf olduğu için Zn (II) kompleksinin ^{13}C ve 1H -NMR spektrumları alınamamıştır.

Elde edilen Mn (II) kompleksinin manyetik duyarlılık değeri (μ_{eff}) 2.72 BM'dir. Bu sonuç binükleer yapıda kompleks oluştuğunun kanıtı olarak değerlendirilebilir (Sonmez vd., 2010a). Zayıf antiferromanyetik eşleşme ile köprülenmiş iki kloro ve iki Mn(II) iyonu içeren iki çekirdekli Mn (II) kompleksinin olduğu tahmin edilmektedir.

Cu(II) kompleksinin manyetik duyarlılık değeri (μ_{eff}) 1.72 BM'dir. Bu bize bozuk karedüzlem yapıda olduğunu göstermektedir (Sonmez vd., 2010a).

Elde edilen komplekslerin tek kristal X-ışını çalışmaları yapılmış olmasına rağmen uygun kristal yapı elde edilemediği için tez çalışmalarına dahil edilememiştir. Sentezlenen kompleksler tamamen orijinal olup, molekül yapıları **Tablo 11**'de verilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin erime noktaları, verimleri, kapalı formülleri ve renkleri **Tablo 12**'de, elementel analiz verileri **Tablo 13**'de verilmiştir.

Tablo 11. Sentezlenen Bileşiklerin Molekül Yapısı ve Literatürdeki Yer

Kod Adı	Molekül Yapısı	Literatür
CuL₂		Orjinal
ZnL₂·2H₂O		Orjinal
Mn₂L₂Cl₂		Orjinal

Tablo 12. Sentezlenen Bileşiklerin Verimleri ve Fiziksel Özellikleri

Kod	Kapalı Formül	Verim %	Erime Noktası	Renk
CuL₂	C ₂₀ H ₁₀ CuO ₆	94.6	139°C Dek.	Siyah
ZnL₂·2H₂O	C ₂₀ H ₁₀ ZnO ₆	84.90	230 °C Dek	Siyah
Mn₂L₂Cl₂	C ₂₀ H ₁₀ Cl ₂ Mn ₂ O ₆	62.8	122 °C	Koyu Kahve

Tablo 13. Sentezlenen Bileşiklerin Kapalı Formülleri ve Elementel Analiz Sonuçları

	Kapalı Formül ve Mol Kütleleri (g/mol)	Elementel Analiz	
		% Bulunan	(% Teorik)
		C	H
CuL₂	C ₂₀ H ₁₀ CuO ₆ (410.00)	59.85 (58.61)	3.18 (2.46)
ZnL₂·2H₂O	C ₂₀ H ₁₄ O ₈ Zn (448.00)	53.47 (53.65)	2.91 (3.15)
Mn₂L₂Cl₂	C ₂₃ H ₂₅ ClCuNS ₂ (478.58)	45.31 (45.58)	4.91 (5.27)

5.1.3. Sentezlenen Bileşiklerin UV-Vis Spektrumlarının Değerlendirilmesi

Yapılan çalışmada kolon kromatografisi ile elde edilen juglon ve sentezlenen komplekslerin UV bölgedeki elektronik spektrumlarını almak amacıyla DMF çözeltisindeki 190-1100 nm bölge aralığında tarama yapılarak sonuçlar elde edilmiştir. DMF çözeltisindeki ligand ve kompleks bileşiklerin UV-Vis spektrumlarının karşılaştırılması, bu spektrumlar arasında genel bir benzerlik göstermektedir.

Bu bileşiklerin elektronik spektrumları incelendiğinde 261-262 nm aralığında $\pi \rightarrow \pi^*$, 316-354 nm aralığında $n \rightarrow \pi^*$, 417-423 nm aralığında ise yük transfer geçişlerine karşılık gelmektedir (Salunke-Gawali vd., 2017).

5.1.4. Sentezlenen Bileşiklerin FTIR Spektrumlarının Değerlendirilmesi

FTIR, UV-Vis gibi Zn (II) ve Cu (II) komplekslerinin spektral karakterizasyonları literatürdeki verilere benzer şekilde elde edilmiştir (Salunke-Gawali vd., 2017; Tabrizi vd., 2016b; Pawar vd., 2012). Çinko, bakır, mangan şelatları, sırasıyla aromatik C-H gerilme bantları 2987, 2973, 2987 cm^{-1} 'de gözlenmiştir. Ligandın fenolik C-O gerilme titreşimi 1219 cm^{-1} 'de gözlenmiştir. Ancak kompleks oluşumu üzerine bu gerilme 1210 cm^{-1} 'de gözlenmiştir (Sonmez vd., 2010b). Zn kompleksine ait IR spektrumu incelendiğinde gerilme titreşimi vermektedir. Su molekülünden

kaynaklanan OH gerilme bandı 3470 cm^{-1} gözlenmiştir (Gulcan vd., 2012). Mangan kompleksi susuz ortamda kuvvetli absorpsiyon göstermez. Çinko, bakır, mangan komplekslerine ait IR spektrumu incelendiğinde C=O gerilme bandı sırasıyla 1634 cm^{-1} , 1628 cm^{-1} ve 1685 cm^{-1} 'de gözlenmektedir. Çinko, bakır, mangan şelatlarının M-O eğilme titreşimleri sırasıyla 448 cm^{-1} , 465 cm^{-1} , 451 cm^{-1} 'de gözlenmiştir (Sonmez vd., 2010b).

5.1.5. Kumaşlara Uygulanan Kompleks/Sol-Jel Nano Gümüş IR Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 4.10'da kumaşlara uygulanan komplekslerin FTIR spektrumu verilmiştir. İşlem yapılmamış %100 pamuk kumaşların (Cot) FTIR spektrumlarına bakıldığında 3333 cm^{-1} dalga boylarında pamuk için karakteristik olan –OH gerilme bandı ve 2901 cm^{-1} – 2971 cm^{-1} dalga boylarında C–H gerilme bantları görülmektedir. Yine 1054 cm^{-1} dalga boylarında C–O gerilme bandının varlığından bahsetmek mümkündür (Tasan, 2021; Uğur ve Sarıışık, 2016).

CotCuJg, CotZnJg, CotMnJg kumaş örneklerinde sırası ile 2971 , 2968 , 2971 cm^{-1} 'de aromatik C-H gerilme bantları gözlemlenmiştir. CotCuJg kumaş örneğinde 1219 cm^{-1} , CotMnJg kumaş örneğinde 1205 cm^{-1} , CotZnJg kumaş örneğinde ise 1203 cm^{-1} 'de fenolik C-O gerilme titreşimi gözlemlenmiştir (Sonmez vd., 2010b).

CotZnJg, CotCuJg, CotMnJg kumaş örneklerine ait IR spektrumu incelendiğinde C=O gerilme bandı sırasıyla 1636 cm^{-1} , 1620 cm^{-1} ve 1634 cm^{-1} 'de gözlenmektedir. CotZnJg, CotCuJg, CotMnJg kumaş örneklerine ait M-O eğilme titreşimleri sırasıyla 447 cm^{-1} , 466 cm^{-1} , 458 cm^{-1} 'de gözlenmiştir (Sonmez vd., 2010b). Bu veriler kumaşlar üzerine komplekslerin kaplandığını göstermektedir.

Şekil 4.11'de kumaşlara uygulanan kompleks /sol-jel nano gümüş FTIR spektrumu verilmiştir. CotJgNPsAg kumaş örneğinde 2887 cm^{-1} 'de aromatik C-H gerilme bandı gözlemlenmiştir. Kumaşa tutunmuş juglona ait 1205 cm^{-1} 'de fenolik C-O gerilme titreşimi gözlemlenmiştir. CotJgNPsAg kumaş örneğinde C=O gerilme bandı 1636 cm^{-1} 'de gözlenmektedir (Sonmez vd., 2010b).

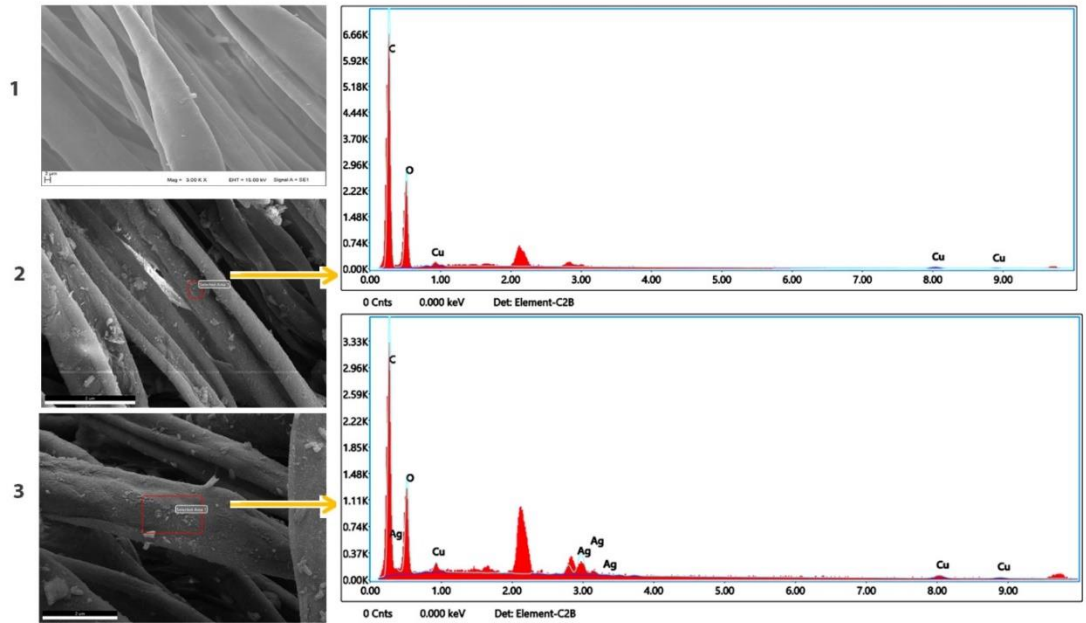
5.1.6. Sentezlenen Bileşiklerin SEM ve SEM/EDX Analizlerinin Değerlendirilmesi

Yüzey morfolojisini incelemek için SEM görüntüleri kullanmıştır. CotCu-Jg, CotMn-Jg, CotZn-Jg kompleksleri ve nanogümüş kaplamanın (CotCuJgNPsAg, CotZnJgNPsAg, CotMnJgNPsAg) SEM görüntüleri ve SEM/EDX spektrumları **Şekil 5.1-5.3**'te gösterilmektedir. Kaplama sonrası SEM görüntüleri incelendiğinde CotCuJg, CotZnJg ve CotMnJg kumaş örneklerinde bir kaplamanın varlığı görülmektedir (**Şekil 5.1-5.3**). SEM/EDX spektrumları, kumaşlardaki metallerin varlıklarını doğrulamaktadır. Nano gümüş ile kaplanmış kumaşların SEM görüntülerinde nanogümüş varlığı **Şekil 5.1-5.3**'te görülmektedir. SEM/EDX spektrumları ayrıca nano gümüş ve diğer metallerin varlıklarını doğrulamaktadır. Tipik SEM/EDX spektrumları nano gümüş kaplı kumaşların **Şekil 5.1-5.3** ile eşdeğerdir ve AgL spektral verileri incelendiğinde komplekse ait karakteristik pikleri açıkça ortaya koymaktadır (Tomšič vd., 2009).

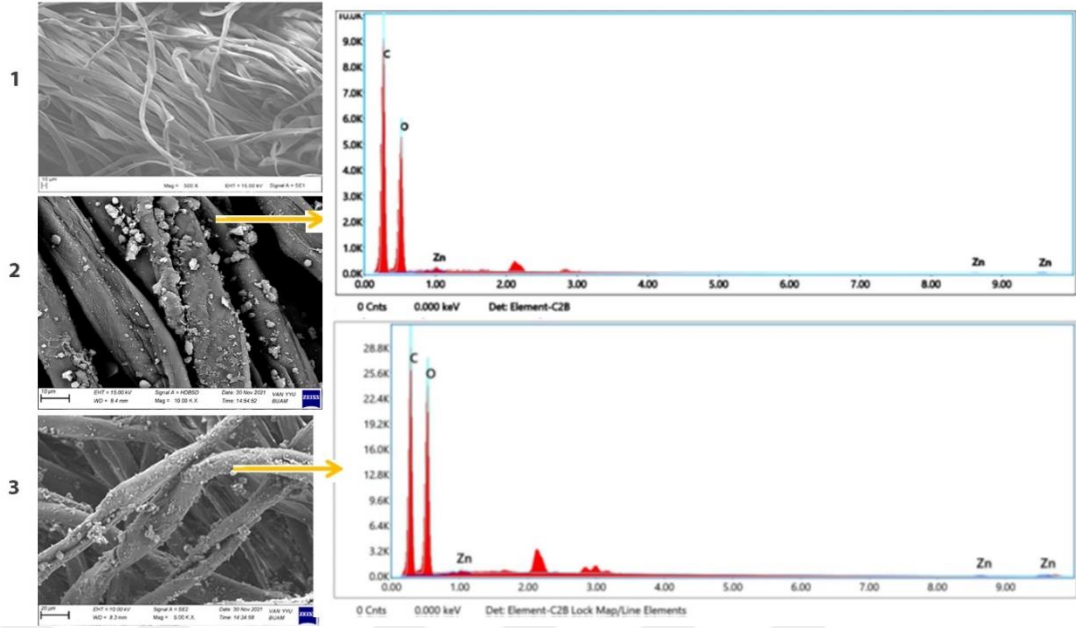
CotCuJg numunelerinde (**Şekil 5.1**), nanopartiküller kısmen topaklanmıştır. Ancak kısmi yığılmalarla genel yapıya homojen bir dağılım sağladığı görülmektedir. CuL₂ ve gümüş nanopartiküller (CotCuJgNPsAg) yüzeyde beyaz noktalar olarak görülmektedir. CuL₂ ve nanogümüş partiküller, ortalama 400 nm agregata ile hemen hemen tüm yüzeyi kaplamıştır. Genelde yapı homojen bir şekilde örtülü olmakla birlikte kısmen kapalı alanlar da bulunmaktadır. Nano boyut sayesinde matris ve nanoparçacık arasındaki etkileşim daha etkili olmuş ve bazı nanoparçacıklar matris içine gömülmüştür. SEM/EDX spektrumundaki CuK tepe noktaları, CuL₂ kompleksinin kumaşa bağlı olduğunu doğrulamaktadır. Benzer şekilde, **Şekil 5.1**'de (3.kısımda) nano gümüş ve CuL₂ kaplı kumaşların (CotCuJgNPsAg) SEM/EDX spektrumlarında CuK ve AgL tepe noktaları görülmektedir.

Şekil 5.2'deki CotZnJg partikülleri de tıpkı Mn₂L₂Cl₂ gibi aglomerasyon olmadan yüzeyde homojen dağılım sağlamıştır. Partikül boyutları geniş bir ölçekte 700 nm ile 4 µm arasında değişmektedir. Hem SEM görüntülerindeki hem de EDX spektrumlarındaki ZnK değerleri, ZnL₂'nin kumaşa bağlı olduğunu göstermektedir. **Şekil 5.2** 'te (3.kısım) nanogümüş ve ZnL₂ (CotZnJgNPsAg) ile kaplanmış kumaşlardaki AgL ve ZnK pikleri hem metal kompleksinin hem de nano gümüşün bağlı olduğunu göstermektedir.

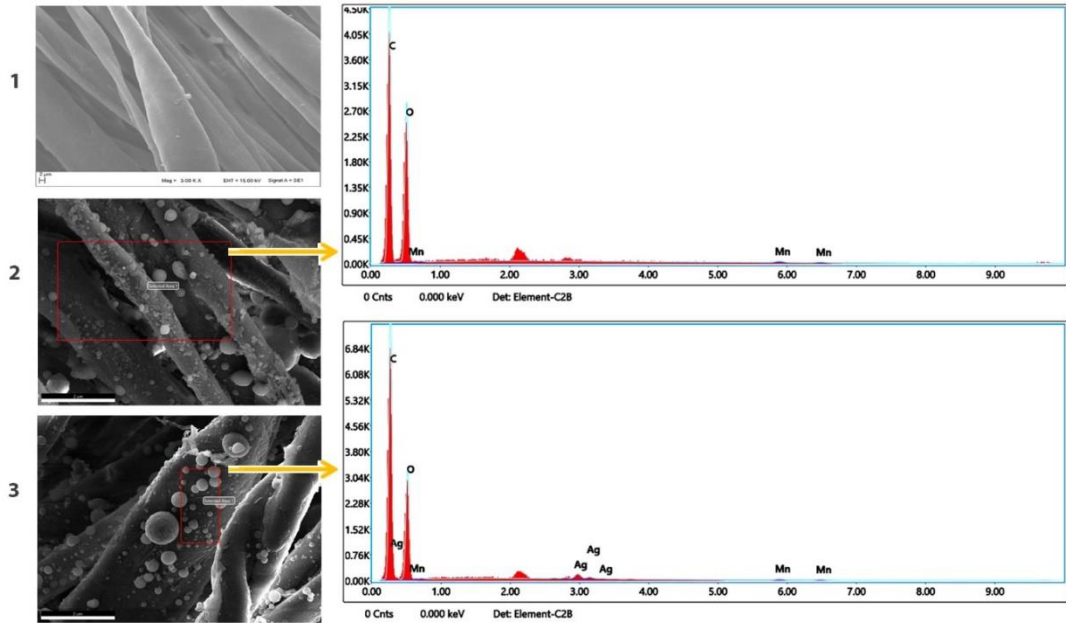
Şekil 5.3'deki CotMnJg ve CotMnJgNPsAg partikülleri mikron ölçeğinde tüm yüzeye homojen olarak dağılmıştır. Büyük boyutları nedeniyle aglomerasyon bulunmamaktadır. Partikül boyutları ortalama 1.5-1.0 μm 'dır. Görüldüğü gibi nano boyutlu gümüş partiküller ve $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ küresel formda ve yaklaşık 200 nm boyutunda kümeler oluşturmuş ve yüzeye dağılmıştır. Ancak şekilde (**Şekil 5.3**) gümüş nanoparçacıkların da yüzeyde serbestçe dağıldığı açıkça görülmektedir. Yine SEM görüntülerinde kumaşa $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ 'deki Mn metali görülmüştür. EDXS spektrumlarına bakıldığında MnK değerleri bunu doğrulamaktadır. Ek olarak, **Şekil 5.3**'te (3.kısım) (Xing vd., 2007) nano gümüş ve $\text{Mn}_2\text{L}_2\text{Cl}_2$ ile kaplanmış (CotMnJgNPsAg) kumaşlarda AgL ve MnK pik değerleri görülmüştür.



Şekil 5. 1. 1: işlem görmemiş kumaş, 2: CuL_2 kompleks bileşiği ile işlem görmüş kumaş (CotCuJg), 3: CuL_2 kompleks bileşiği ve nanogümüş ile işlem görmüş kumaşa (CotCuJgNPsAg) ait SEM/EDX spektrumu.



Şekil 5. 2. 1: işlem görmemiş kumaş, 2: ZnL₂·2H₂O kompleks bileşiği ile işlem görmüş kumaş (CotZnJg), 3: ZnL₂·2H₂O kompleks bileşiği ve nanogümüş ile işlem görmüş kumaşa (CotZnJgNPsAg) ait SEM/EDX spektrumu.



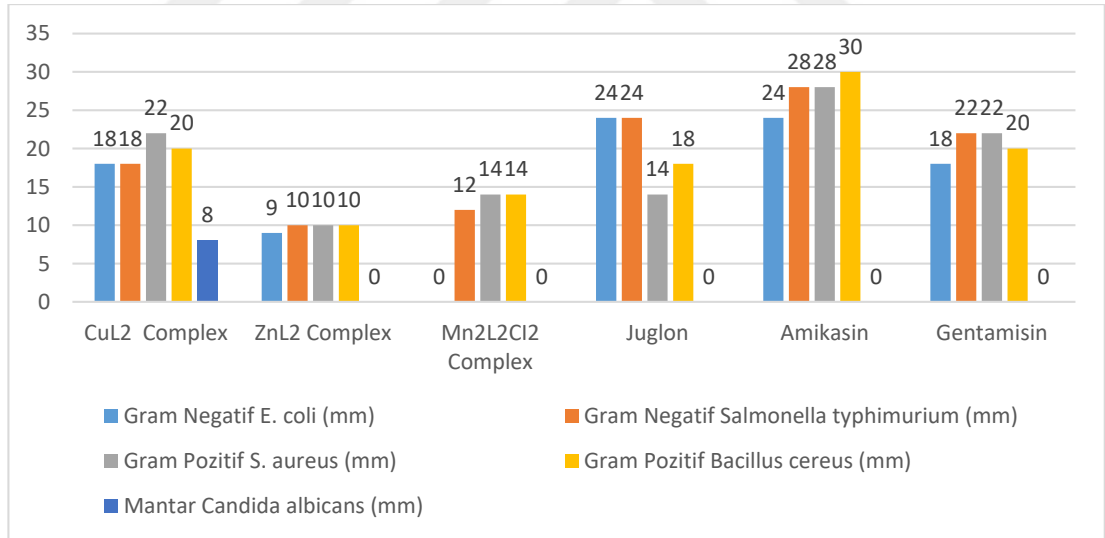
Şekil 5. 3. 1: işlem görmemiş kumaş, 2: Mn₂L₂Cl₂ kompleks bileşiği ile işlem görmüş kumaş (CotMnJg), 3: Mn₂L₂Cl₂ kompleks bileşiği ve nanogümüş ile işlem görmüş kumaşa (CotMnJgNPsAg) ait SEM/EDX spektrumu.

5.1.7. Endüktif olarak eşleştirilmiş plazma optik emisyon spektrometrisi/ICP OES

Tablo 6'daki ICP OES sonuçlarına bakıldığında, en yüksek metal birikimi CotCuJg ve CotCuJgNPsAg kumaş örneğinde görülmüştür (sırasıyla 14620 ppm ve 15200 ppm). SEM görüntüleri, şekli ve antibakteriyel etkinlik değerleri bu durumu doğrulamaktadır.

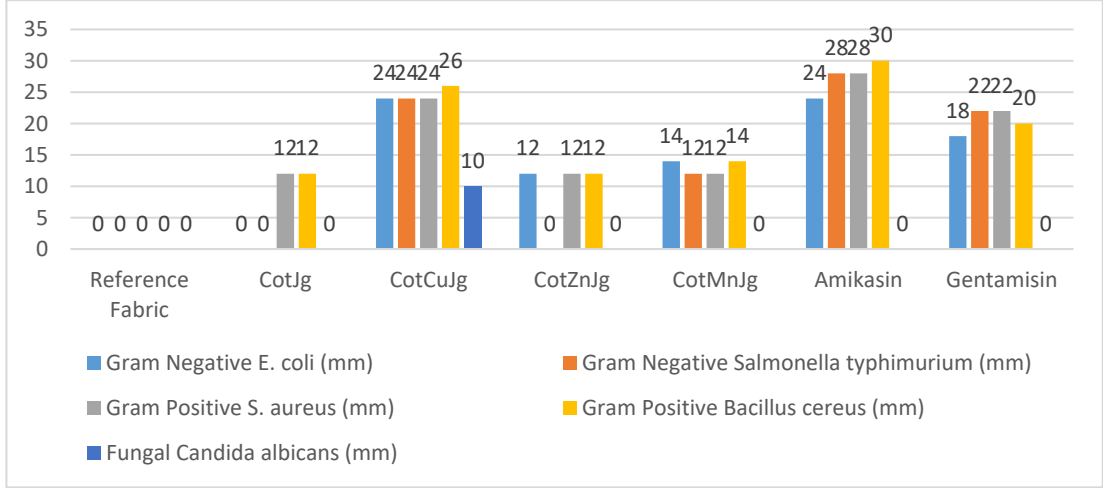
5.1.8. Biyolojik Etkinlik Sonuçları

Çalışmada juglon, Gram-negatif suşlara karşı antibiyotik olarak kullanılan amikasin ile benzer etkiler göstermiştir. **Şekil 5.4'**te $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks bileşiği, *E. coli* suşuna karşı antimikrobiyal etkinlik göstermemiştir. Ancak, $Mn_2L_2Cl_2$ kompleks bileşiğinin 14 mm zonlu Gram-pozitif suşlara karşı etkili olduğu gözlenmiştir. *Candida albicans* suşuna karşı sadece CuL_2 kompleks bileşiği 8 mm zon çapı gösterdiği, çalışmada kullanılan komplekslerde CuL_2 kompleks bileşiğinin maya suşuna karşı etkili olduğu tespit edilmiştir.



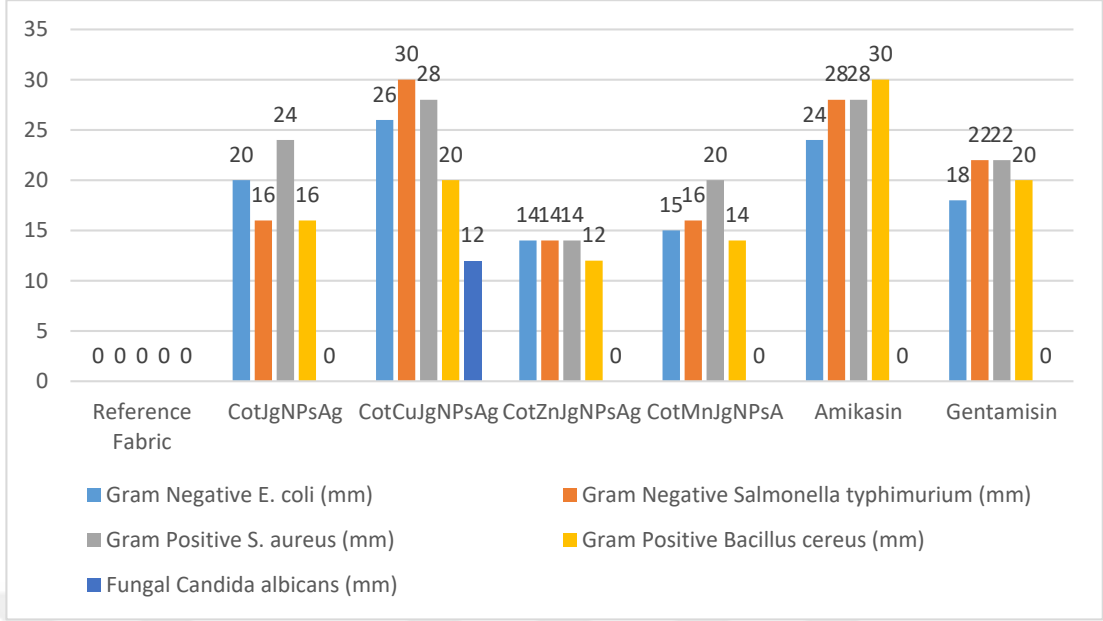
Şekil 5. 4. Juglon ve metal komplekslerinin ($Mn_2L_2Cl_2$, CuL_2 ve $ZnL_2 \cdot 2H_2O$) antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm).

Çalışmada kullanılan juglon ve juglon kompleksleri ile kaplanmış örneklerin biyolojik etkinlikleri Tablo 8'de gösterilmektedir. Çalışmada örneklerin (12.5 mg/mL) Gram-pozitif, Gram-negatif ve maya suşlarına karşı 12-30 mm çapında inhibisyon zonları gösterdiği belirlenmiştir.



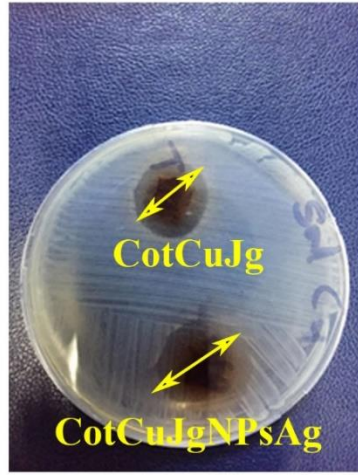
Şekil 5. 5. Ligand ve metal kompleksleri ile kaplanmış kumaşların antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm).

Bu kısımda, ligand ve komplekslerine ait Gram-pozitif, Gram-negatif ve mantarlara karşı antimikrobiyal özellikleri incelenmiştir (Şekil 5.5). Çalışmanın sonuçlarına göre, kontrol olarak kullanılan referans kumaş numunesi, gerilmelere karşı herhangi bir bölge göstermemiştir. CotCuJg kumaşının en yüksek zonda *B. cereus* suşuna karşı 26 mm bölge gösterdiği belirlenmiştir. CotCuJg kumaş örneğinin *S. aureus* suşuna karşı 24 mm ile en yüksek bölge çapı gösterdiği belirlenmiştir. *Candida albicans* suşuna karşı çalışmada kullanılan suşlardan sadece CotCuJg kumaş örneğinin 10 mm bölge çapı gösterdiği, CotCuJg kumaş örneğinin ise maya suşuna karşı etkili olduğu belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan juglon kumaş numunesi (CotJg), *S. aureus* ve *B. cereus* Gram-pozitif suşlara karşı en yüksek antimikrobiyal etkinlik gösterirken, Gram-negatif suşlara (*E. coli* ve *S. typhimurium*) karşı herhangi bir etkisi olmamıştır.

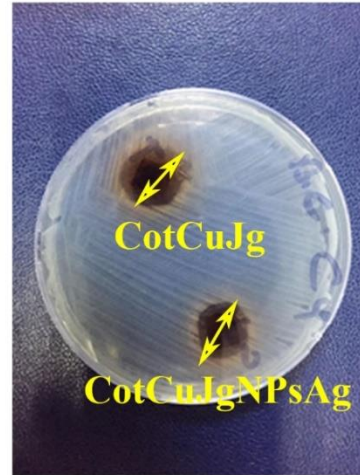


Şekil 5. 6. Nano gümüş ile kaplanmış kumaş numunelerinin antimikrobiyal etkinlik değerleri (mm)

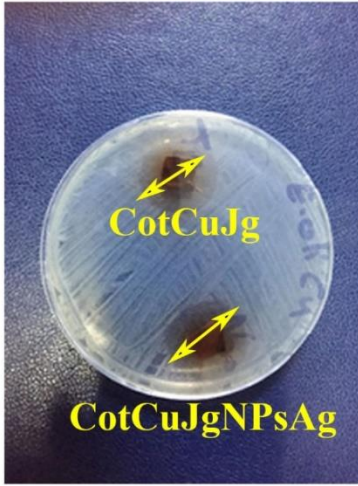
Juglon, juglon kompleksleri ile Sol-Jel nano gümüş kaplama uygulanmış kumaş numunelerinin antimikrobiyal özellikleri incelenmiştir. Çalışmanın sonuçlarına göre (Şekil 5.6) kontrol olarak kullanılan referans kumaş numunesi suşlara karşı herhangi bir bölge göstermemiştir. En yüksek bölgenin, CuL₂ kompleksi ve nano gümüş (CotCuJgNPsAg) ile kaplanmış kumaşın *S. typhimurium* suşuna karşı 30 mm'lik bir bölge gösterdiği belirlenmiştir. CotCuJgNPsAg kumaşı, *S. aureus* suşuna karşı 28 mm'lik bir bölge çapı göstermektedir. *Candida albicans* suşuna karşı sadece CotCuJgNPsAg kumaş örneğinin 12 mm bölge çapı gösterdiği ve çalışmada kullanılan suşlardan CotCuJgNPsAg kumaş örneğinin maya suşuna karşı etkili olduğu belirlenmiştir. Çalışmada kullanılan juglon numunesi (CotJgNPsAg) ile kaplanmış kumaşın *S. aureus* suşuna karşı en yüksek, *S. typhimurium* ve *B. cereus* suşlarına karşı en düşük antibakteriyel etkiye sahip olduğu görülmüştür. Çalışmada kullanılan antibiyotiklere göre yakın sonuçlar alınmıştır. Çalışmada kullanılan antibiyotiklere göre en yakın sonucu CotCuJgNPsAg kumaş örneğinin verdiği görülmektedir. CuCl₂ ve nanogümüş ile kaplanmış CotCuJgNPsAg kumaş numunesi en fazla antimikrobiyal etkinlik göstermiştir (Şekil 5.6). Nanogümüş ile yapılan kaplamalarda kumaşların antimikrobiyal özelliklerinin juglon ve kompleksleri ile yapılan kaplamalara göre daha da arttığı görülmüştür.



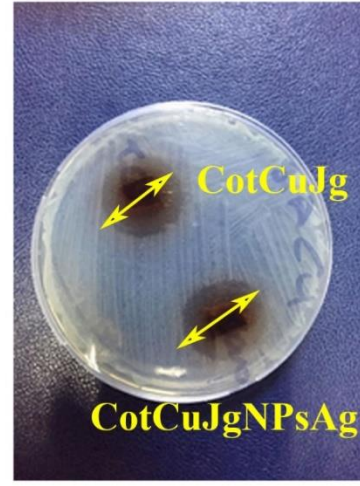
a-Salmonella typhimurium



b-Bacillus cereus



c-Escherichia coli



d-Staphylococcus aureus

Şekil 5. 7. CuL₂ (CotCuJg) ve Nanogümüş CuL₂ (CotCuJgNPsAg) kumaş örnekleri inhibisyon bölgeleri.

5.1.9. Minimum İnhibisyon Konsantrasyon (MIK) Bulguları

Sentezlenen komplekslerin mikroorganizma suşları üzerinde oluşturduğu minimum inhibisyon konsantrasyonları (MIK) **Tablo 10**'da verilmiştir. Elde edilen komplekslerin mikroorganizma suşları üzerinde farklı antimikrobiyal etkinlik gösterdiği belirlenmiştir.

S. aureus (Gram-pozitif) suşu için en yüksek **ZnL₂·2H₂O** kompleks numunesi (12.5 mg/mL), en düşük **CuL₂** kompleksi (0.125 mg/mL), inhibisyon göstermiştir. *Bacillus cereus* suşu için ise en yüksek **CuL₂** kompleksi (12.5 mg/mL) ve en düşük **ZnL₂·2H₂O** kompleks numunesi 0.125 mg/mL minimum inhibisyon konsantrasyonuna sahip olduğu belirlenmiştir. Farklı olan bu bulguların her suşun

kendine has hücre duvar yapısının bulunmasından kaynaklı olabileceği düşünülmektedir. Çalışmada kullanılan suşlara juglon ise 0.125 mg/mL minimum inhibisyon konsantrasyonuna sahip olduğu sadece *S. aureus* suşuna karşı 1.25 mg/mL değerinde minimum inhibisyon derişiminde bulunduğu belirlenmiştir.

5.2. SONUÇ

Ceviz kabuğundan juglon elde edilerek Zn (II), Mn (II), Cu (II) juglon kompleksleri sentezlenmiştir. Elde edilen kompleks bileşikler %100 pamuklu kumaşlar üzerine kaplanmıştır. Pamuklu kumaşlar juglon ve kompleksleri ile kaplandıktan sonra Sol-Jel yöntemi ile elde edilen nanogümüş ile kaplanmıştır. Nano gümüş ile kaplanmış kumaşların juglon, metal kompleksleri ($ZnL_2 \cdot 2H_2O$, CuL_2 , $Mn_2L_2Cl_2$) ve yüzey yapıları SEM, SEM/EDX ve ICP-OES ile incelenmiştir. SEM/EDX ve ICP-OES sonuçlarına bakıldığında komplekslerin kumaşlara adsorbe olduğu görülmektedir. Yine bu sonuçlarda nano gümüş parçacıkların kumaşlara adsorbe olduğu görülmektedir. Yüzeyi kaplanmış pamuklu kumaşlar, Gram-pozitif (*Staphylococcus aureus* Rosenbach ATCC-6538, *Bacillus cereus* ATCC 7064), Gram-negatif *Escherichia coli* ATCC-8739, *Salmonella typhimurium* bakterilere ve *Candida albicans* ATCC-90028 karşı antimikrobiyal etkinlikleri açısından in-vitro olarak taranmıştır. Hem disk difüzyon hem de mikrodilüsyon yöntemleri kullanılarak maya suşları, pamuklu malzemelerin juglon, juglon metal kompleksleri ve nano gümüş ile kaplanmış pamuk kumaşların fonksiyonelleştirilmesi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir. Fonksiyonelleştirilmiş pamuk kumaşlar bu çalışmada kullanılan tüm bakteri ve mantar suşlarının büyümesini engellerken, işlem görmemiş kontrol pamuk kumaş örnekleri test izolatlarının hiçbirini inhibe etmemiştir.

Yapılan bu çalışmada, CuL_2 kompleks bileşiği ve Sol-Jel yöntemi ile elde edilen nanogümüş ile kaplanmış CotCuJgNPsAg kumaş numunesinin en iyi antimikrobiyal etkinlik gösterdiği görülmüştür. Sol-Jel yöntemi ile elde edilen nano gümüş ile kaplanmış kumaşlarda antimikrobiyal etkinliğin arttığı gözlenmiştir.

Çevre kirliliğinin önlenmesinde doğal etken maddelerin kullanımının oldukça önemli olduğu bilinmektedir. Bitkilerden elde edilen doğal boyarmaddelerin renk verici özelliklerinin dışında antimikrobiyal, antioksidan, antihistaminik gibi etkilerinin tekstil gibi günlük hayatta kullandığımız ürünlere uygulanması daha sağlıklı yaşam

iin nemli olduęu grlmektedir. alıřmamızda elde edilen antimikrobiyal pamuklu kumařlar, hastane tekstil rnlerinde, oraplarda, i giyim rnlerinde, halılarda daha saęlıklı ortamlar oluřturmak amacıyla kullanılabilir. Covid-19 pandemisinde olduka nemi grlen antiviral tekstil rnlerinin geliřtirilmesi zerine alıřmalara ıřık tutacaęı tahmin edilmektedir.



KAYNAKLAR

Aegerter, M. A., Mennig, M., (2004). *Sol-gel technologies for glass producers and users*. Springer Science+Business Media: New York, pp. 4-15.

Alebeid, O.K., Zhao, T., Seedahmed, A.I. (2015). Dyeing and functional finishing of cotton fabric using Henna extract and TiO₂ Nano-sol. *Fibers and Polymers*. **16**, 1303–1311.

Alexander, J.W. (2009). History of the medical use of silver. *Surgical Infections (Larchmt)*. **10**, 289–292.

Ali, S., Hussain, T. and Nawaz, R. (2009). Optimization of alkaline extraction of natural dye from Henna leaves and its dyeing on cotton by exhaust method. *Journal of Cleaner Production*. **17**, 61.

Altınay, Ö. (2017). Doğal antimikrobiyal maddeler ile işlem görmüş kumaşların fiziksel ve antimikrobiyal özelliklerinin incelenmesi. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Isparta

Altınok, U. B. (2008). Tekstil Yüzeylerinin Antibakteriyel Özelliklerinin Araştırılması. Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Isparta

Antelman, M. S. (1992). *Divalent Silver Halide Bactericide*. U.S. Patent 5,078,902

Aparicio, M., Jitianu, A., Klein, L. C. (2012). *Sol-Gel Processing for Conventional and Alternative Energy*. Springer Science+Business Media: New York

Astaneh, S.H., Bhatia, H., Nagay, B. E., Adelino, V.R., Barão, Jursich, G., Sukotjo, C., and Takoudis, G. C. (2022). Is atomic layer deposition of silver possible on N95 masks? *Applied Surface Science*. **591**, 153195.

Ayala-Núñez, N.V., Lara Villegas, H.H., Del Carmen Ixtepan Turrent, L., and Rodríguez Padilla, C., (2009). Silver nanoparticles toxicity and bactericidal effect

against methicillin-resistant staphylococcus aureus: Nanoscale does matter. *Nanobiotechnology*. **5**, 2-9.

Bailar, J.C., and Trotman-Dickenson, A.F. (1973). *Comprehensive Inorganic Chemistry*. Oxford: Pergamon Press.

Balouiri, M., Sadiki, M., and Ibnsouda, S. K. (2016). Methods for in vitro evaluating antimicrobial activity: A review. *Journal of pharmaceutical analysis*, **6**(2), 71-79.

Bauer, A.W., Kirby, W.M., Sherris, J.C., and Turck, M. (1966). Antibiotic Susceptibility Testing By a Standardized Single Disk Method. *Americana Journal Clinical Pathology*. **45**: 493-496.

Bebekli, M., (1998). Doğal Kaynaklardan Boyarmadde İzolesi ve Pratikte Kullanılabilirliğinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Adana.

Bilgiç, M., ve Uğur, Ş., (2015). Antimikrobiyal Medikal Tekstil Ürünleri için Oleuropein Uygulaması. *Suleyman Demirel University Journal of Natural and Applied Science*. **19**(2), 104-110.

Birimoğlu, T. ve Şimşek M.H, (2003). *Antimikrobiyal Tekstil Mamülünün elde edilmesi için bir proses*. TR 20031384.

Birimoğlu, T. ve Şimşek, M.H. (2004). Akıllı Tekstilin Bir Yönü Antimikrobiyal Tekstil. *Teknik Tekstil*. 152-160.

Birimoğlu, T. (2010). Gümüş Tuzu Kullanarak Elde Edilen Tekstil Ürününün Antimikrobiyal Özelliklerinin Araştırılması. Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep.

Blakely, L.W.,Howe, A.M.,Pinholster, D.F.Jr.,Terry, E.T., and McIntosh, R.H.Sr. (1991). *Antimicrobial Carpet and Carpet Tile* U.S.Patent 5,024,840,18.

Boryo, D. (2013). The Effect of Microbes on Textile Material: A Review on the Way-Out So Far. *The International Journal Of Engineering And Science*. 2319-1805.

Bottei, R. S., and Mceachernt, C. P. (1970). Thermal and spectral studies of some divalent metal chelates of lawsone and juglone *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*. **32**, 2653-2663.

Bradley, D. C., Mchrotra, R. C., Gam D. P. (1978). *Metal Alkoxides*. Aeademie Press, London.

Bradshaw, L. J. (1992). *Laboratory Microbiology*. Fourth Edition. Saunders College Publising: USA, 435 p.

Brandelli, A., Bizani, D., Martinelli, M., Stefani, V., and Engel Gerbase, A.,(2004). Antimicrobial activity of 1,4-naphthoquinones by metal complexation. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*. **40**, 247–253.

Brinker, C. J. and George, W. S. (1990). *Sol-Gel Science The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego: Acedemic Press Inc, p.3.

Broughton, R. M., Worley, S. D., Cho, U., Lin, Sun, J. G. (2001). *Incorporation of antimicrobial materials in fabric*. International Nonwovens Technical Conference Baltimore, MD (proceedings).

Bustamante, F.L.S., Miranda, F.S., Castro, F.A.V., Resende, J.A.L.C., Pereira, M.D., and Lanznaster, M., (2014). A study on the properties and reactivity of naphthoquinone–cobalt(III) prototypes for bioreductive prodrugs. *Journal of Inorganic Biochemistry*. **132**, 37–44.

Chattopadhyay, D.P., and Patel, B.H., (2014). Functional Properties of Silver Nano-sol Treated Wool and Silk Fabric. *Man-Made Textiles in India*. **42(9)**, 340-344.

Chen, K.C., Tsuchiya, T., Mackenzie, J.D., (1986). Sol-gel processing of silica. *Journal of Non-Crystalline Solids*. **81(1)**, 227-237.

Christianopoulou, M.N.B., Ecateriniadou, L.B., Sarris K.J. (1986). Evaluation of the antimicrobial activity of a new series of hydroxy-quinone chelates of some transition metals. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **21**, 385-390.

CLSI, (2012). *Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests*. Approved Standard, 7th ed. CLSI document M02-A11. Clinical and Laboratory Standards Institute, 950 West Valley Road, Suite 2500, Wayne, Pennsylvania 19087, USA.

Coradin, T., Bah, S., Livage, J. (2004). Gelatine/silicate interactions: From nanoparticles to composite gels. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. **35**, 53-57.

Cerkez, I., Kocer, H. B., Worley, S. D., Broughton R. M., Huang, T. S. (2011). N-halamine biocidal coatings via a layer-by-layer assembly technique. *Langmuir*. **27**, 4091–4097.

Dastjerdi, R., and Montazer, M. (2010). A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. **79**, 5-18.

David, A.P., and McCuen, J.P. (1988). *Manual of BBL Products and Laboratory Procedures*. Sixth Edition. U.S.A, 67-72.

Davies, O. (2013). *They Didn't Listen, They Didn't Know How*. AuthorHouse: Bloomington, IN, USA, 805 p.

Defant, A., Tomasi, C., Mancini, I. (2013). A Joint Study on Juglone Metal Complexes by Infrared Spectroscopy and Density Functional Theory Calculations. *In The 17th International Electronic Conference on Synthetic Organic Chemistry*.

Direkel, Ş., Akpınar, E.S., Karagöz, U. E., Abiha, G. (2019). Hastane Ortamında Kullanılan Tekstil Ürünlerinin Antibakteriyel Etkinliği. *Van Medical Journal*. **26(3)**, 268-272.

Doğru, M., Baysal, Z., Aytekin, C., (2006). Dyeing of Wool Fibres with Natural Dyes: Effect of Proteolytic Enzymes. *Preparative Biochemistry & Biotechnology*. **36(3)**, 215-221.

Farouk, A., Sharaf, S., Abd El-Hady, M.M. (2013). Preparation of multifunctional cationized cotton fabric based on TiO₂ nanomaterials. *International Journal of Biological Macromolecules*. **61**, 230-237.

Filipic, J., Smolej, S., Stular, D., Tomsic, B. (2019). Tailoring of Antibacterial and UV-protective Cotton Fabric by an in situ Synthesis of Silver Particles in the Presence of a Sol-gel Matrix and Sumac Leaf Extract. *Tekstilec*. **63(1)**, 4-13.

Fong, J. and Wood, F. (2006). Nanocrystalline silver dressings in wound management: A review. *International Journal of Nanomedicine*. **1**, 441-449.

Gokhale, N.H., Shirisha, K., Padhye, S.B., Croft, S.L., Kendrick, H.D., Davies, W., Anson, C.E., Powell, A.K. (2003). Transition metal complexes of buparvaquone as

potent new antimalarial agents: 1. Synthesis, X-ray crystal-structures, electrochemistry and antimalarial activity against Plasmodium falciparum. *Journal of Inorganic Biochemistry*. **95**, 249-258.

Gokhale, N.H., Shirisha, K., Padhye, S.B., Croft, S.L., Kendrick, H.D., Mckee, V. (2006). Metalloantimalarials: synthesis, X-ray crystal structure of potent antimalarial copper(II) complex of arylazo-4-hydroxy-1,2-naphthoquinone. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. **16**, 430-432.

Gulati, R., Sharma, S., Sharma, R.K. (2021). Antimicrobial textile: recent developments and functional perspective. *Polymer Bulletin*. **79**, 5747-5771.

Gulcan, M., Sonmez, M., Berber, I. (2012). Synthesis, characterization, and antimicrobial activity of a new pyrimidine Schiff base and its Cu(II), Ni(II), Co(II), Pt(II), and Pd(II) complexes. *Turkish Journal of Chemistry*. **36**, 189-200.

Hamidian, K., Rahimi, R., Hosseini-Kharat, M. (2021). Bisazo dye compounds based on aliphatic and aromatic diamine linking groups: Thermal behavior, chemical stability, electrochemical study, interaction with AgNPs and in vitro anti-pathogen activity. *Inorganic Chemistry Communications*. **128**, 108559.

Hill, W. R., Pillsbury, D. M. (1939). *Argyria: The Pharmacology of Silver*. Williams & Wilkins Company: Philadelphia, PA, USA, 188 p.

Hoffman, R.K., Surkiewicz, B.F., Chambers, L.A., Phillips, C.R. (1953) Bactericidal action of movidyn. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. **45**, 2571-2573.

Hoş, A., Olgun U., Tunç K. (2021). Investigation of Antibacterial Activity of Juglone-Poly(ϵ -caprolactone)-Alumina Composite Films. *Sakarya University Journal of Science*. 25(1), 124-129.

Ielo, I., Giacobello, F., Castellano, A., Sfameni, S., Rando, G., Plutino, M., R. (2022). Development of Antibacterial and Antifouling Innovative and Eco-Sustainable Sol–Gel Based Materials: From Marine Areas Protection to Healthcare Applications. *Gels*. **8**, 26.

Ismail, W. N. W. (2016). Sol-gel technology for innovative fabric finishing-A Review, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. **78(3)**, 698-707.

Joshi, C.R. (1986). Metal chelates of juglones and their antimicrobial activity. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*. **48**, 101-104.

Juenger, M., Ladwig, A., Staecker, S., Arnold, A., Kramer, A., Daeschlein, G., Panzig, E., Haase, H., Heising, S. (2006). Efficacy and safety of silver textile in the treatment of atopic dermatitis (AD). *Current Medical Research and Opinion*. **22(4)**, 739-750.

Jung, W. K., Koo, H. C., Kim, K. W., Shin, S., Kim, S.H., Park, Y. H. (2008) Antibacterial activity and mechanism of action of the silver ion in staphylococcus aureus and escherichia coli. *Applied and Environmental Microbiology*. **74**, 2171-2178.

Kale, R. D., Agnihotri, A., Jagtap, S. P. (2016). Simultaneous dyeing and antibacterial finishing of textile by sol-gel technique. *Advances in Applied Science Research*. **7(2)**, 116-122.

Kamal, O. A., Tao, Z., Seeahmed A., (2015). Dyeing and Functional Finishing of Cotton Fabric Using Henna Extract and TiO₂ Nano-sol, *Fibers and Polymers*, **16(6)**, 1303-1311.

Kandemir, İ., (2020). Mikroapsülasyon ve sol-jel teknolojileri kullanılarak koku salınımlı ve antibakteriyel kumaş geliştirilmesi. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Denizli.

Klein, I. (1993). *Sol-Gel Optics*. Processing and Applications, Kluwer Academic Pub. Boston.

Kokura, S., Handa, O., Takagi, T., Ishikawa, T., Naito, Y., Yoshikawa, T. (2010) Silver nanoparticles as a safe preservative for use in cosmetics. *Nanomedicine*. **06(4)**, 570-574.

Kumbasar, E. P. A., Atav, R., Bahtiyari, M. I. (2009). Effects of Alkali Proteases on Dyeing Properties of Various Proteinous Materials with Natural Dyes. *Textile Research Journal*. **79(6)**, 517-525.

Lansdown, AB. (2006). Silver in health care: antimicrobial effects and safety in use. *Current Problems in Dermatology*. **33**, 17–34.

Lee, H. J. and Jeong S. H. (2004). Bacteriostasis of Nanosized Colloidal Silver on Polyester Nonwovens. *Textile Research Journal*. **74(5)**, 442-447.

Li, Q. X., Tang, H. A., Li, Y. Z., Wang, M., Wang, L. F., Xia, C. G. (2000). Synthesis, characterization, and antibacterial activity of novel Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), and Zn(II) complexes with vitamin K3-thiosemicarbazone. *Journal of Inorganic Biochemistry*. **78**, 167-174.

Lipp-Symonowicz, B., Sztajnowski, S., Wojciechowska, D. (2011) New commercial fibres called “bamboo fibres” - Their structure and properties. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*. **19(1)**, 18–23.

Lkhagvajav, N. and Yaşa, L. (2011). Antimicrobial Activity Of Colloidal Silver Nanoparticles Prepared By Sol-Gel Method. *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, **6(1)**, 149 –154.

Mahltig, B., Fiedler, D., Simon, P., (2011). Silver-containing sol–gel coatings on textiles: antimicrobial effect as a function of curing treatment. *The Journal of The Textile Institute*. **102(9)**, 739–745.

Makvandi, P., Wang, C., Zare, E. N., Borzacchiello, A., Niu, L., Tay, F. R. (2020). Metal-Based Nanomaterials in Biomedical Applications: Antimicrobial Activity and Cytotoxicity Aspects. *Advanced Functional Materials*. **30(22)**, 1910021.

Masuda, K., Funayama, S., Komiyama, K., Umezawa, I., Ito, K. (1987). Constituents of *Tritonia crocosmaeflora*, I. Tricizarin A, a novel antimicrobial naphthazarin derivative. *Journal of Natural Products*. **50**, 418-421.

Mirjalili, M. and Karimi, L. (2013) Extraction and Characterization of Natural Dye from Green Walnut Shells and Its Use in Dyeing Polyamide: Focus on Antibacterial Properties. *Journal of Chemistry*. **2013**, 375352.

Mirjalili, M., Nazarpour, K., Karimi, L. (2011). Extraction and Identification of Dye from Walnut Green Husks for Silk Dyeing. *Asian Journal of Chemistry*. **23(3)**, 1055-1059.

Morones-Ramirez, J. R., Winkler, J. A., Spina, C. S., Collins, J. J. (2013) Silver enhances antibiotic activity against gram-negative bacteria. *Science Translational Medicine*. **5**, 1-21.

Möhler, J.S., Sim, W., Blaskovich, M .A. T., Cooper, M.A., Ziora, Z.M. (2018) Silver bullets: A new lustre on an old antimicrobial agent. *Biotechnology Advances*. **36(5)**, 1391–1411.

Murphy, M., Ting, K., Zhang, X., Soo, C., Zheng, Z. (2015). Current development of silver nanoparticle preparation, investigation, and application in the field of medicine, *Journal of Nanomaterials*. **2015**, 696918.

Murray, P. R., Baron, E. J., Pfaller, M. A., Tenover, F. C., Tenover, R. H. (1999). *Manual of Clinical Microbiology*. 7th Edition. ASM: Washington DC. National Institute of Standards and Technology. CRC Handbook of Chemistry and Physics, 81st ed.; Lide, D.R., Ed.; CRC Press: Boca Raton, FL, USA, 2000, 2556 p. ISBN 0-8493-0481-4.

Neves, A. P., Barbosa, C. C., Greco, S. J., Vargas, M. D., Visentin, L. C., Pinheiro, C. B., Mangrich, A. S., Barbosa, J. P., Costa, G. L. (2009). Novel aminonaphthoquinone Mannich bases derived from lawsone and their copper(II) complexes: synthesis, characterization and antibacterial activity. *Journal of the Brazilian Chemical Society*. **20**, 712–727.

Oliveira, I., Sousa A, I.C.F.R. Ferreira, A. Bento, L. Estevinho and J. A. Pereira, (2008). Total phenols, antioxidant potential and antimicrobial activity of walnut (*Juglans regia* L.) green husks. *Food Chem Toxicol*. **46(7)**, 2326-2331.

Oramas-Royo, S., Torrejon, C., Cuadrado, I., Hernandez-Molina, R., Hortelano, S., Estevez-Braun, A., de las Heras B. (2013). Synthesis and cytotoxic activity of metallic complexes of lawsone. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*. **21(9)**, 2471–2477.

Palamutçu, S., Keskin, R., Devrent, N., Sengül, M., Hasçelik B. (2009). Fonksiyonel Tekstiller II : Antimikrobiyal Tekstiller Electronic. *Journal of Textile Technologies*. **3(3)**, 95-108.

Papageorgiou, V. P., Assimopoulou, A. N., Couladouros, E. A., Hepworth, D., Nicolaou, K. C. (1999). The chemistry and biology of alkannin, shikonin, and related naphthazarin natural products. *Angewandte Chemie International Edition*. **38**, 270-300.

Pawar, A. B., Bamane, S. R., Jadhav, K. D., Sarawadekar, R. G. (2012). Spectral, Thermal, X-Ray Diffraction and Antimicrobial Studies of Some Bivalent Metal Chelates of Juglone, *Journal of Chemical&Pharmaceutical Sciences*. **2(4)**, 227-290.

Pawar, A.B., Jadhav, K. D., Sarawadekar, R. G. (2015). Vibrational study on the molecular structure of Zinc-Juglone [Zn(5-hydroxy-1, 4-naphthoquinone)₂] by DFT and HF calculations. *Der Pharma Chemica*. **7(8)**, 233-240.

Periyasamy, A.P., Venkataraman, M., Kremenakova, D., Militky, J., Zhou Y., (2020). Progress in Sol-Gel Technology for the Coatings of Fabrics. *Materials*. **13**, 1838.

Perumal, K., Stalin, V., Chandrasekareenthiran, S., Sumathi, E., Saravanakumar, A., (2009). Extraction and characterization of pigment from *Sclerotinia* sp. and its use in dyeing cotton. *Textile Research Journal*. **79(13)**, 1178-1187.

Polonik, S.G., Prokofeva, N.G., Agafonova, I.G., Uvarova N.I. (2003). Antitumor and immunostimulating activity of 5-hydroxy- 1,4-naphthoquinone (juglone) O-and S-acetylglycosides. *Pharmaceutical Chemistry Journal*. **37**, 397–398.

Popovici, C., (2013). Soxhlet extraction and characterisation of natural compounds from walnut (*Juglans regia* L.) by-products. *Ukrainian Food Journal*. **2**, 328–336.

Power, E.G.M. and Phillips, I. (1993). Correlation between umuC induction and Salmonella mutagenicity assay for quinolone antimicrobial agents. *FEMS Microbiology Letters*. **112(3)**, 251–254.

Rajendran, R. (2010). *Biotechnological application in textile Industry—Antimicrobial textiles*. In: Maheshwari DK, Dubey RC, Saravanamuthu R (eds) *Industrial Exploitation of Microorganisms*. IK International Publishing House, New Delhi, India, 129 p.

Ravelo, A.G., Estevez-Braun, A., Chavez-Orellana, H., Perez-Sacau, E., Mesa-Siverio, D. (2004). Recent studies on natural products as anticancer agents. *Current Topics in Medicinal Chemistry*. **4**, 241–265.

Sadeek, S.A., El-Shwiniy, W.H., El-Attar, M.S. (2011). Synthesis, characterization and antimicrobial investigation of some moxifloxacin metal complexes. *Spectrochim Acta A*. **84**, 99–110.

Salunke-Gawali, S., Pereira, E., Dar, U.A., Bhand S. (2017). Metal Complexes of Hydroxynaphthoquinones: Lawsone, Bis-Lawsone, Lapachol, Plumbagin and Juglone. *Journal of Molecular Structure*. **1148**, 435–458.

Samanta, A.K., Agarwal, P., Singhee, D., Datta S., (2009). Application of single and mixtures of red sandal wood and other natural dyes for dyeing of jute fabric: Studies on colour parameters/colour fastness and compatibility. *Journal of the Textile Institute*. **100**, 565-587.

Sanders, D, Grunden, A., Dunn, R. R. (2021). A review of clothing microbiology: the history of clothing and the role of microbes in textiles. *Biology Letters*. **17(1)**, 20200700.

Sarioğlu, A. O., Ceylan, Ü., Yalçın, P. Ş., Sönmez, M., Ceyhan, G., Aygün, M. (2016). Synthesis of a new ONNO donor Tetradentate Schiff base Ligand and binuclear Cu(II) Complex: Quantum chemical, spectroscopic and photoluminescence investigations. *Journal of Luminescence*. **176**, 193–201.

Sarioğlu, A. O., Sönmez, M., Yalçın, P. Ş., Ceylan, Ü., Ceyhan, G., Aygün, M. (2019). 1,3-bis(4-chlorophenyl)-1,3-propanedione ligands combined with phenantrolin ligand for Red-emitting Eu(III) and Tb(III) complexes and Photoluminescence properties. *Journal of Coordination Chemistry*. **72**, 1108–1118.

Sarioglu, A. O., Kahraman D. T., Köse, A., Sönmez, M. (2022). Synthesis, characterization, photoluminescence properties and cytotoxic activities of Sm(III) complexes of β -diketones. *Journal of Molecular Structure*. **1260**, 132786.

Sarkar, A. K. and Seal, C. M. (2003). Color Strength and Colorfastness of Flax Fabrics Dyed with Natural Colorants. *Clothing and Textiles Research Journal*. **21(4)**, 162-166.

Schierholz, J. M., Lucas, L. J., Rump, A., Pulverer, G., (1998). Efficacy of silver-coated medical devices, *Journal of Hospital Infection*. **40**, 257–262.

Seku, K., Yamala, A. K., Kancherla, M., Kumar, K. K., Badathala, V. (2018). Synthesis of moxifloxacin–Au (III) and Ag (I) metal complexes and their biological activities. *Journal of Analytical Science and Technology*. **9**, 1-13.

Seventekin, N., Öktem, T., Tekeoglu, S., (2001). Tekstilde Antimikrobiyal Madde Kullanımı, *Tekstil ve Konfeksiyon*. **4**, 217-224.

Shinde, V. P., and Wadekar, M. P., (2017). Spectral and antibacterial investigations of Er(III) Juglonates. *International Journal of ChemTech Research*. **10(3)**, 740-748.

Sienko, M. J, Plane, R. A. (1983). *Chemistry : Principles and Properties* (Gündüz, N.,Gündüz, T.,Tüzün, C.,Polat, E.,Üneri, S.,Zeren, A.,Özgüner, S.) Ankara : Savaş Yayınları.

Sim, W, Barnard, R.T., Blaskovich, M.A.T., Ziora, Z.M. (2018). Antimicrobial Silver in Medicinal and Consumer Applications: A Patent Review of the Past Decade (2007-2017). *Antibiotics*. **7(4)**, 93.

Singh, R., Jain, A., Panwar, S., Gupta, D., Khare, S. K. (2005). Antimicrobial activity of some natural dyes. *Dyes and pigments*. **66(2)**, 99-102.

Sönmez, M., Çelebi, M., Levent, A., Berber, İ., Şentürk, Z. (2010a). A new pyrimidine-derived ligand, N-pyrimidine oxalamic acid, and its Cu (II), Co (II), Mn (II), Ni (II), Zn (II), Cd (II), and Pd (II) complexes: synthesis, characterization, electrochemical properties, and biological activity. *Journal of Coordination Chemistry*. **63**, 848-860.

Sonmez, M., Celebi, M., Berber, I. (2010b). Synthesis, spectroscopic and biological studies on the new symmetric Schiff base derived from 2,6-diformyl-4-methylphenol with N-aminopyrimidine. *European Journal of Medicinal Chemistry*. **45**, 1935–1940.

Stular, D., Savio, E., Simončič, B., Šobak, M., Jerman, I., Poljanšek, I., Ferri, A., Tomšič, B. (2021). Multifunctional antibacterial and ultraviolet protective cotton cellulose developed by in situ biosynthesis of silver nanoparticles into a polysiloxane matrix mediated by sumac leaf extract. *Applied Surface Science*. **563**, 150361.

Strugstad, M., Despotovski, S. (2012). A summary of extraction, properties, and potential uses of juglone: a literature review. *Journal of Ecosystems and Management*. **13(3)**, 1–16.

Sun, G., and Xu, X. (1999). *Durable and Regenerable Microbiocidal Textiles* U.S . Patent 5,882,357.

Şahin, S. (2011). Medikal alanda kullanılan tekstillerde antibakteriyel etkiler için sol-jel uygulamaları. Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, İzmir.

Tabrizi, L., Talaie, F., Chiniforoshan, H., (2016a). Copper(II), cobalt(II) and nickel(II) complexes of lapachol: synthesis, DNA interaction, and cytotoxicity. *Journal of Biomolecular Structure and Dynamics*. **35(15)**, 3330-3341.

Tabrizi, L., Fooladivanda, M., Chiniforoshan, H. (2016b). Copper(II), cobalt(II) and nickel(II) complexes of juglone: synthesis, structure, DNA interaction and enhanced cytotoxicity. *Biometals*. **29**, 981–993.

Talapko, J., Matijević, T., Juzbašić, M., Antolović-Požgain, A., Škrlec, I. (2020). Antibacterial activity of silver and its application in dentistry, cardiology and dermatology. *Microorganisms*. **8(9)**, 1400.

Takai, K., Ohtsuka, T., Senda, Y., Nakao, M., Yamamoto, K., Matsuoka, J., Hirai, Y. (2002). Antibacterial Properties of Antimicrobial-Finished Textile Products. *Medical Microbiology and Immunology*. **46(2)**, 75-81.

Tarakçıoğlu, I., Süpüren, G., Çay, A., Kanat, E. Z. (2006). Antimikrobiyal Lifler *Tekstil ve Konfeksiyon*. **2**, 80-89.

Tasan, P. K. (2021). Nane yağının mikrokapsülasyonu ve farklı aplikasyon yöntemleri ile pamuk ve polyester kumaşlara aktarılması. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Yüksek Lisans Tezi, Denizli.

Taşcılar, T., Seventekin, N., Güreşçi, F. (1986). Yün Lifleri İçin Keçeleşmezlik Bitim İşlemlerine Basolan SW'nin Değişik Keçeleşmezlik Bitim İşlemleri İle Kombinasyonu ve En Uygun Olanlarının Seçimi Üzerine Bir Araştırma. *Teknik Tekstil Dergisi*. **13**, 29-32.

Thirumurugan, R. S., Kavimani, S., Srivastava, R. S. (2000). Antitumour activity of rhinacanthone against Dalton's ascitic lymphoma. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*. **23**, 1438–1440.

Thomson, R.H. (1971). *Naturally Occurring Quinones*. London: Academic Press, 732 p.

Tiwari, S.B., Pai, R.M., Udupa, N. (2002). Temperature sensitive liposomes of plumbagin: characterization and in vivo evaluation in mice bearing melanoma B16F1. *Journal of Drug Targeting*. **10(8)**, 585–591.

Toygun, Ş, Köneçoğlu, G., Kalpaklı, Y., (2013). General Principles of sol–gel. *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences*. **31**, 456-476.

Tomšič, B., Simončič, B., Orel, B., Žerjav, M., Schroers, H., Simončič, A., Samardžija, Z., (2009). Antimicrobial activity of AgCl embedded in a silica matrix on cotton fabric. *Carbohydrate Polymers*. **75**, 618–626.

Tüzün, C. (1996) *Organik Kimya*.(4.Baskı) Ankara: Palme Yayın.

Uğur, Ş. S., Sarıışık M. (2016). Çok Tabakalı Kaplama Yönteminin Emdirme Metoduna Göre Uygulanabilirliğinin Araştırılması. *Tekstil ve Mühendis*. **23(103)**, 213-219.

Waqas, M., Nazir, A., Qureshi, H., Q., Masood, R., Hussain, T., Khan, M. Q., Abid, S. (2022). Silver sulfadiazine loaded nanofibers for burn infections. *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*. **72(7)**, 517-523.

Xing, Y., Yang, X., Dai, J. (2007). Antimicrobial finishing of cotton textile based on water glass by sol–gel method. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. **43**,187–192.

Yakabe, Y., Sano, T., Ushio, H., Yasunaga, T. (1980). Kinetic studies of the interaction between silver ion and deoxyribonucleic acid. *Chemistry Letters*. **9**, 373–376.

Yan, J., (2005). *Antimicrobial yarn having nanosilver particles and methods for manufacturing the same*. US Patent 6,979,491 B2.

Yin, I. X., Zhang, J., Zhao, I. S., Mei, M. L., Li, Q., Chu, C. H., (2020). The antibacterial mechanism of silver nanoparticles and its application in dentistry. *International Journal of Nanomedicine*. **15**, 2555–2562.

Youngs, W.J, Tessier, C.A, Garrison, J., Quezade, C. ve Melaiye, A. (2005). Metal Complexes of N-Heterocyclic Carbenes as Radiopharmaceuticals and Antibiotics. *W.O. Patent*, 2005\023760.

Zarzycki, J, (1997). Past and Present of Sol-Gel Science and Technology. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. **8**, 17–22.

Zelca, Z., Vihodceva, S., Kukle, S. (2017). Sol–gel coating processing optimization for natural fibres. *Proceedings of the Estonian Academy of Sciences*. **66(4)**, 467–472.

Ziba, C .A., ve Serin S., (2018). Pamuğun Elyaf Halinde Boyanabilme Yöntemlerinin Araştırılması. *KSÜ Mühendislik Bilimleri Dergisi*. **21(2)**, 172-183.

ÖZGEÇMİŞ

EĞİTİM

	Mezun Olduğu Okul	Mezuniyet Yılı
Doktora	Gaziantep Üniversitesi	2023
Yüksek Lisans	Gaziantep Üniversitesi	2009
Lisans	Ankara Üniversitesi	1999

İŞ DENEYİMİ

03/2004-Halen	: Doliche Tekstil: İşletme, AR-GE Müdürü
11/2000-11/2002	: YÜNSU TEKSTİL A.Ş
7/1998-9/1998	: ÖZEN TEKSTİL BOYA LTD.ŞTİ

SERTİFİKALAR

1. Girişimcilik Eğitim Programı, İş planı Hazırlanması Eğitimi-ABİGEM (Avrupa Birliği İş geliştirme Merkezi, Gaziantep), 03/2004
2. Radikal Yönetim Semineri, KOSGEB, Gaziantep, 06/2004
3. Profesyonel Satış Teknikleri, KOSGEB, Gaziantep, 09/2004
4. Pazar Araştırması, ABİGEM (Avrupa Birliği İş geliştirme Merkezi, Gaziantep), 12/2005
5. Arama Motorları Optimizasyonu, ABİGEM, Gaziantep, 16-17-18/11/2009
6. Uygulamalı Pazar Araştırması Eğitimi, Gaziantep Ticaret Odası, 11-12-13/06/201

BURSLAR

Bursiyer, TÜBİTAK (2247-C Stajyer Araştırmacı Burs Programı, COVID-19 Araştırma Projeleri), 01/06/2011-30/06/2022

PROJELER

Araştırmacı; “Sol Jel Yöntemiyle Gümüş ve Ceviz Kabuğu Ekstresinin Tekstil Ürünleri Üzerindeki Uygulamaları ve Yapısal Tayinleri”, isimli FEF.DT.20.04 nolu BAP Projesi, 2019-2022, Gaziantep Üniversitesi.

YAYINLAR

1. **Turan Birimoğlu**, M. Hakkı Şimşek. Antimikrobiyal tekstil mamulünün elde edilmesi için bir proses, İncelemesiz Patent, TR 20031384, (2003).
2. **Turan Birimoğlu**, M. Hakkı Şimşek. Akıllı Tekstilin Bir Yönü Antimikrobiyal Tekstil, (2004) Teknik Tekstil, 152-160.
3. **Turan Birimoğlu**. Akıllı tekstilin bir yönü Antimikrobial Tekstil, (2004) Teknik Tekstil
4. **Turan Birimoğlu**. Daha iyi olmak için aromaterapi, (2005) Teknik Tekstil
5. **Turan Birimoğlu**. Neden Antimikrobial Çorap, (2006) Teknik Tekstil
6. **Turan Birimoğlu**. Yün Boyamada Reaktif Boyarmaddeler, (2006) Teknik Tekstil

Uluslararası Yayınlar

1. **Turan Birimoğlu**, Mehmet Sönmez. Antimicrobial Coating of Modified with Extracted Juglon Metal Complexes and Ag Nanoparticles on Cotton Fabrics, Fibers and Polymers, (2022)

Uluslararası Bildiriler

1. **Turan Birimoğlu**, Mehmet Sönmez. Application and Antimicrobial Activity of Juglone and Juglone Metal Complexes on Cotton Fabric. International Dumlupınar Science and Mathematics Congress (The IDUSMAC 2022), Kutahya, Turkey, p-138, 5-7 September 2022.
2. **Turan Birimoğlu**, Mehmet Sönmez. Sol Gel Nano Silver Coating and Antimicrobial Activity on Cotton Fabrics. International Dumlupınar Science and Mathematics Congress (The IDUSMAC 2022), Kutahya, Turkey, p-194, 5-7 September 2022.
3. **Turan Birimoğlu**, Mehmet Sönmez. Juglone Extract and its Metal Complexes. International Dumlupınar Science and Mathematics Congress (The IDUSMAC 2022), Kutahya, Turkey, p-208, 5-7 September 2022.

YABANCI DİL

İngilizce: Upper-Intermediate (ÜDS 71,250)