

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**ANTİBAKTERİYEL AJAN İÇEREN  $\beta$ -SİKLODEKSTRİN  
KOMPLEKSİNİN VE TÜREVİNİN PAMUKLU KUMAŞLARA  
UYGULANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**ÇAĞLA SARI**

**DENİZLİ, MAYIS - 2020**

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**



**ANTİBAKTERİYEL AJAN İÇEREN  $\beta$ -SİKLODEKSTRİN  
KOMPLEKSİNİN VE TÜREVİNİN PAMUKLU KUMAŞLARA  
UYGULANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**ÇAĞLA SARI**

**DENİZLİ, MAYIS - 2020**

**Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu çalışmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan çalışmalara atfedildiđine beyan ederim.**

**Çaęla SARI**



## ÖZET

**ANTİBAKTERİYEL AJAN İÇEREN  $\beta$ -SİKLODEKSTRİN  
KOMPLEKSİNİN VE TÜREVİNİN PAMUKLU KUMAŞLARA  
UYGULANMASI VE KARAKTERİZE EDİLMESİ**  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
ÇAĞLA SARI  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
(TEZ DANIŞMANI: DR. ÖĞR. ÜYESİ BUKET ARIK)  
DENİZLİ, MAYIS - 2020

Geçmişten bugüne antibakteriyel tekstiller hayatın her alanında çok önemli bir yere sahip olmuştur. Bu tez çalışması son dönemlerde yaşanan küresel salgınlar sebebiyle de en çok üzerinde durulması gereken antibakteriyel tekstiller üzerine yapılmıştır. Bu çalışmada, doğal  $\beta$ -siklodekstrin ( $\beta$ -CD) tozlarının sülfürik asit ile kimyasal işlemi neticesinde  $\beta$ -siklodekstrin türevi olan sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin (S- $\beta$ -CD) elde edilmiştir. Sonrasında  $\beta$ -siklodekstrin ile sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin pamuklu kumaşlara katılımı sağlanmıştır. Farklı deneylerde ise  $\beta$ -siklodekstrin ve sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin EDTA çapraz bağlayıcı kimyasal ile pamuklu kumaşlara bağlanması sağlanmıştır. Daha sonra hazırlanan bütün kumaşlara antibakteriyel ajan olan gümüş nanopartikül (AgNP) verilerek,  $\beta$ -siklodekstrin ve sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin molekülleri ile gümüş nanopartiküllerin inklüzyon kompleksi oluşturması sağlanmıştır. Bu çalışmada, işlem görmüş numunelerin mikroorganizmalara karşı antibakteriyel aktivitesinin ve yıkama dayanımının artırılması amaçlanmıştır. Hazırlanan kumaşların antibakteriyel etkinlik, yıkama dayanımı, kopma mukavemeti, tuşe, renk değişimi ve fiyat & performans dengesi gibi özellikleri test edilmiş ve karşılaştırılmıştır. Ayrıca numuneler üzerinde SEM, EDX ve FT-IR gibi karakterizasyon analizleri de yapılmıştır. Çalışma sonucunda, güçlü antibakteriyel etkiye ve iyi yıkama dayanımına sahip antibakteriyel tekstillerin elde edilmesinde gümüş nanopartiküllerin tek başına yeterli gelmediği anlaşılmış,  $\beta$ -siklodekstrin ve sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin ile oluşturulan inklüzyon kompleksinin çok daha etkili antibakteriyel etkiye ve daha sağlam yıkama dayanımına sahip olduğu gözlemlenmiştir. En güçlü antibakteriyel etkiye ve en iyi yıkama dayanımına ise gümüş nanopartiküller ile sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin oluşturduğu komplekslerin EDTA çapraz bağlayıcı kimyasal ile bağlandığı kumaşın sahip olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

**ANAHTAR KELİMELELER:**  $\beta$ -siklodekstrin, sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin, antibakteriyel tekstil, inklüzyon kompleksi, gümüş nanopartikül

## **ABSTRACT**

### **APPLICATION AND CHARACTERIZATION OF $\beta$ -CYCLODEXTRIN COMPLEX AND ITS DERIVATIVE WITH ANTIBACTERIAL AGENT CONTENT ON COTTON FABRIC**

**MSC THESIS**

**CAGLA SARI**

**PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE**

**TEXTILE ENGINEERING**

**(SUPERVISOR: ASSIST. PROF. DR. BUKET ARIK)**

**DENİZLİ, MAY 2020**

Antibacterial textiles have had a very important place in every field of life from the past to the present. This study has been made on antibacterial textiles which should be emphasized most due to occurrence pandemic. In this study, sulfated- $\beta$ -cyclodextrin (S- $\beta$ -CD) which is a  $\beta$ -cyclodextrin derivative was obtained by chemical treatment of natural  $\beta$ -cyclodextrin ( $\beta$ -CD) powders with sulfuric acid. Afterwards,  $\beta$ -cyclodextrin and sulfated- $\beta$ -cyclodextrin molecules were applied to cotton fabrics. In different test trials,  $\beta$ -cyclodextrin and sulfated- $\beta$ -cyclodextrin molecules were bonded to cotton fabrics with EDTA cross-linking chemical. Then, all fabrics were treated with antibacterial agent silver nanoparticle (AgNP) and inclusion complexes between silver nanoparticles and  $\beta$ -cyclodextrin and between silver nanoparticles and sulfated- $\beta$ -cyclodextrin molecules were formed. The aim of this study is to increase the washing stability and to increase the antibacterial activity against microorganisms in treated samples. The properties of the prepared fabrics such as antibacterial activity, washing stability, tensile strength, handle, color change and price & performance balance were analysed and compared to each other. In addition, characterization analyzes such as SEM, EDX and FT-IR were performed on the samples. As a result of the study, it was observed that the silver nanoparticles alone were not sufficient in obtaining antibacterial textiles with strong antibacterial effect and good washing stability and the inclusion complex formed with  $\beta$ -cyclodextrin and sulfated- $\beta$ -cyclodextrin had much more effective antibacterial effect and more robust washing stability. In addition, it was concluded that the fabric treated with complexes of sulfated- $\beta$ -cyclodextrin molecules with silver nanoparticles and crosslinked with EDTA cross-linking chemical had the strongest antibacterial effect and the best washing stability.

**KEYWORDS:**  $\beta$ -cyclodextrin, sulfated- $\beta$ -cyclodextrin, antibacterial textile, inclusion complex, silver nanoparticle

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT .....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
ŞEKİL LİSTESİ .....	v
TABLO LİSTESİ .....	vii
SEMBOL LİSTESİ .....	viii
ÖNSÖZ.....	x
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Antibakteriyel Tekstiller.....	2
1.2 Antibakteriyel Tekstillerin Üretim Yöntemleri.....	5
1.3 Antibakteriyel Ajanların Etki Mekanizması.....	10
1.4 Antibakteriyel Ajan Olarak Kullanılan Maddeler .....	13
1.4.1 Metalik Bileşikler .....	17
1.4.2 Kitin .....	20
1.4.3 Kitosan .....	21
1.4.4 Triklosan .....	24
1.4.5 Diğer Bileşikler .....	26
1.4.5.1 Polibiguanidler .....	26
1.4.5.2 N-Halaminler.....	28
1.5 Antibakteriyel Özelliğin Test Ölçüm Metotları .....	28
1.5.1 AATCC 147 Antibakteriyel Test Metodu .....	31
1.5.2 AATCC 100 Antibakteriyel Test Metodu .....	33
1.5.3 AATCC 30 Antifungal Test Metodu .....	35
1.5.4 ASTM E2149-01 Antibakteriyel Test Metodu .....	36
1.5.5 JIS 1902 Antibakteriyel Test Metodu .....	37
1.5.6 ISO 20743 Antibakteriyel Test Metodu.....	39
1.6 Siklodekstrinler Hakkında Genel Bilgi .....	39
1.6.1 Siklodekstrinlerin Tarihi .....	39
1.6.2 Siklodekstrinlerin Eldesi.....	40
1.6.3 Siklodekstrinlerin Moleküler Yapısı ve Özellikleri.....	41
1.6.3.1 Siklodekstrinlerin Moleküler Yapısı .....	41
1.6.3.2 Siklodekstrinlerin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri .....	43
1.7 Siklodekstrin Türevleri.....	47
1.7.1 Metillenmiş Siklodekstrinler.....	52
1.7.2 Hidroksialkillenmiş Siklodekstrinler .....	53
1.7.3 Dallanmış Siklodekstrinler .....	53
1.7.4 Etilenmiş Siklodekstrinler .....	53
1.7.5 Sulfobütileter Gruplu $\beta$ -Siklodekstrinler .....	54
1.7.6 Sülfatlanmış Siklodekstrinler.....	54
1.8 Siklodekstrinlerin İnküzyon Kompleksleri .....	55
1.8.1 İnküzyon Kompleksinin Oluşumu İçin Gerekli Şartlar .....	58
1.8.2 Kompleksleşme Mekanizması .....	60
1.8.3 İnküzyon Komplekslerini Etkileyen Faktörler .....	61
1.8.4 İnküzyon Komplekslerinin Karakterizasyon Analizi .....	62
1.9 Siklodekstrinlerin Tekstil Uygulamaları .....	66

1.9.1	Siklodekstrinlerin Bitim İşlemlerinde Kullanımı .....	67
1.9.2	Siklodekstrinlerin Boyama İşleminde Kullanımı .....	69
1.9.3	Siklodekstrinlerin Atık Sularda Kullanımı .....	70
1.9.4	Siklodekstrinlerin Yıkama İşlemlerinde Kullanımı .....	70
<b>2.</b>	<b>ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR .....</b>	<b>71</b>
<b>3.</b>	<b>MATERYAL VE METOT .....</b>	<b>78</b>
3.1	Materyal.....	78
3.1.1	Kullanılan Kumaşlar .....	78
3.1.2	Kullanılan Kimyasal Maddeler .....	78
3.1.3	Kullanılan Cihazlar .....	79
3.2	Metot .....	79
3.2.1	$\beta$ -Siklodekstrin Türevinin Hazırlanması.....	79
3.2.2	Bitim İşlemleri .....	81
3.2.3	Yıkama İşlemi .....	84
3.2.4	Yüzde Ağırlık Değişiminin Belirlenmesi .....	86
3.2.5	Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasının Belirlenmesi .....	86
3.2.6	Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğinin Belirlenmesi.....	87
3.2.7	Kumaşların Sertlik Değerlerinin Belirlenmesi .....	88
3.2.8	Kumaşların Kalınlık Değerlerinin Belirlenmesi .....	88
3.2.9	Beyazlık - Sarılık Değerlerinin Belirlenmesi.....	89
3.2.10	Antibakteriyel Etkinin Belirlenmesi .....	90
3.2.11	Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR) Analizi .....	90
3.2.12	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizi .....	90
<b>4.</b>	<b>BULGULAR .....</b>	<b>92</b>
4.1	Yüzde Ağırlık Değişimine İlişkin Bulgular .....	92
4.2	Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasına İlişkin Bulgular.....	93
4.3	Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğine İlişkin Bulgular .....	95
4.4	Kumaşların Sertlik Değerlerine İlişkin Bulgular.....	96
4.5	Kumaşların Kalınlık Değerlerine İlişkin Bulgular .....	98
4.6	Beyazlık - Sarılık Değerlerine İlişkin Bulgular.....	99
4.7	Antibakteriyel Etkinin Değerlerine İlişkin Bulgular .....	101
4.8	Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi Analiz Sonuçları .....	107
4.9	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analiz Sonuçları ..	108
4.10	Fiyat & Performans Dengesine İlişkin Bulgular .....	112
<b>5.</b>	<b>SONUÇ VE ÖNERİLER .....</b>	<b>114</b>
<b>6.</b>	<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>118</b>
<b>7.</b>	<b>EKLER.....</b>	<b>128</b>
	EK A Kopma Mukavemeti ve Uzama Değerlerinin Ayrıntılı Sonuçları ....	128
	EK B FT-IR Analizi Ayrıntılı Sonuçları .....	129
	EK C SEM Görüntüleri .....	130
	EK D EDX Analizi Görselleri ve Grafikleri .....	136
<b>8.</b>	<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>142</b>

# ŞEKİL LİSTESİ

## Sayfa

Şekil 1.1: Antibakteriyel ajanlarla muamele sonrasındaki bakteri miktarlarının değişimi a) static ajan, b) cidal ajan .....	11
Şekil 1.2: Kitinin kimyasal yapısı .....	20
Şekil 1.3: Selülozun kimyasal yapısı .....	20
Şekil 1.4: Kitosanın kimyasal yapısı .....	22
Şekil 1.5: Triklosanın kimyasal yapısı.....	24
Şekil 1.6: $\beta$ -siklodekstrin / triklosan kompleksinin şematik gösterimi .....	26
Şekil 1.7: PHMB'nin kimyasal yapısı .....	27
Şekil 1.8: AATCC 147 test standardı uygulama şeması.....	32
Şekil 1.9: AATCC 100 test standardı uygulama şeması.....	34
Şekil 1.10: Antifungal testinde kullanılan numune görselleri a) etkisiz ajan, b) yetersiz ajan c) yeterli ajan.....	36
Şekil 1.11: JIS 1902 test standardı uygulama şeması .....	38
Şekil 1.12: Siklodekstrinin kimyasal yapısı .....	41
Şekil 1.13: $\alpha$ -, $\beta$ - ve $\gamma$ -siklodekstrinlerin kimyasal yapıları.....	42
Şekil 1.14: Siklodekstrinlerin moleküler boyutları.....	42
Şekil 1.15: Siklodekstrin molekülünün üç boyutlu yapısı .....	43
Şekil 1.16: Siklodekstrinlerin formları a) kafa-kuyruk, b) kafa-kafa .....	44
Şekil 1.17: Siklodekstrinlerin formları a) çapraz form, b) duvar formu.....	45
Şekil 1.18: İnklüzyon kompleks oluşumunun şematik görseli .....	56
Şekil 1.19: İnklüzyon kompleks oluşumunun üç boyutlu gösterimi .....	56
Şekil 1.20: Farklı molar oranına sahip inklüzyon kompleksleri.....	59
Şekil 1.21: Misafir molekül ile kompleks oluşturan $\beta$ -siklodekstrinlerin kumaş yapısına bağlanmasının şematik gösterimi.....	67
Şekil 3.1: Pnömatik emdirme makinesi .....	83
Şekil 3.2: Laboratuvar tipi ramöz makinesi.....	83
Şekil 3.3: Rotawash yıkama makinesi .....	85
Şekil 3.4: Kopma mukavemeti ve uzama ölçümü aleti .....	87
Şekil 3.5: Sabit açılı eğilme ölçeri .....	88
Şekil 3.6: Prowhite Stiffness dijital pnömatik sertlik cihazı.....	88
Şekil 3.7: Kalınlık ölçüm cihazı .....	89
Şekil 3.8: Spektrofotometre Data Color 600TM .....	89
Şekil 3.9: Nicolet iS50 FT-IR Cihazı .....	90
Şekil 3.10: Quorum Q150R ES püskürtmeli altın / karbon kaplama cihazı.....	91
Şekil 3.11: Zeiss Supra 40VP SEM Cihazı .....	91
Şekil 4.1: Kumaşların işlem sonrası ağırlık artış yüzdelik değerleri grafiği ....	92
Şekil 4.2: Atkı ve çözgü yönünde kopma mukavemeti değerlerinin grafiği ....	94
Şekil 4.3: Genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği .....	96
Şekil 4.4: Kumaşların sertlik değerlerinin ölçüm sonuçları grafiği.....	97
Şekil 4.5: Kumaşların kalınlık değerlerinin ölçüm sonuçları grafiği .....	98
Şekil 4.6: Yıkama öncesi ve 40 °C'de yıkama sonrasında beyazlık / sarılık dereceleri ölçüm sonuçları grafiği.....	100
Şekil 4.7: Yıkama öncesi ve 60 °C'de yıkama sonrasında beyazlık / sarılık dereceleri ölçüm sonuçları grafiği.....	100
Şekil 4.8: <i>S. aureus</i> bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik .....	102



<b>Şekil 4.9:</b> <i>E. coli</i> bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik.....	103
<b>Şekil 4.10:</b> <i>S. aureus</i> bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik .....	105
<b>Şekil 4.11:</b> <i>E. coli</i> bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik.....	106
<b>Şekil 4.12:</b> $\beta$ -CD ile S- $\beta$ -CD tozlarının FTIR analiz sonuçlarının karşılaştırılması a) $\beta$ -CD tozu, b) S- $\beta$ -CD tozu.....	107
<b>Şekil 4.13:</b> 2000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c) $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e) $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş.....	108
<b>Şekil 4.14:</b> 5000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c) $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e) $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş .....	109
<b>Şekil 4.15:</b> Numune kumaşların EDX grafikleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c) $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e) $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş .....	111
<b>Şekil 7.1:</b> $\beta$ -siklodekstrin tozunun FT-IR analiz grafiği.....	129
<b>Şekil 7.2:</b> Sülfatlanmış $\beta$ -siklodekstrin tozunun FT-IR analiz grafiği.....	129
<b>Şekil 7.3:</b> İşlemsiz kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü .....	130
<b>Şekil 7.4:</b> İşlemsiz kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü .....	130
<b>Şekil 7.5:</b> AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü.....	131
<b>Şekil 7.6:</b> AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü.....	131
<b>Şekil 7.7:</b> $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü.....	132
<b>Şekil 7.8:</b> $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü.....	132
<b>Şekil 7.9:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü.....	133
<b>Şekil 7.10:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü .....	133
<b>Şekil 7.11:</b> $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü.....	134
<b>Şekil 7.12:</b> $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü.....	134
<b>Şekil 7.13:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü .....	135
<b>Şekil 7.14:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü .....	135
<b>Şekil 7.15:</b> İşlemsiz kumaşa ait EDX analiz sonucu .....	136
<b>Şekil 7.16:</b> AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu.....	137
<b>Şekil 7.17:</b> $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu.....	138
<b>Şekil 7.18:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu .....	139
<b>Şekil 7.19:</b> $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu...	140
<b>Şekil 7.20:</b> S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu	141

# TABLO LİSTESİ

## Sayfa

<b>Tablo 1.1:</b> Bazı mikroorganizmaların patojenik durumu ve etkileri.....	3
<b>Tablo 1.2:</b> Ticari olarak bulunabilen antibakteriyel lifler .....	6
<b>Tablo 1.3:</b> “static” ve “cidal” ajanların özelliklerinin kıyaslanması .....	10
<b>Tablo 1.4:</b> Tekstilde kullanılan bazı antibakteriyel maddeler .....	13
<b>Tablo 1.5:</b> Bazı antibakteriyel ajanların kıyaslaması .....	14
<b>Tablo 1.6:</b> Ticari olarak temin edilebilir antibakteriyel kimyasalları.....	15
<b>Tablo 1.7:</b> Ticari olarak temin edilebilir antibakteriyel tekstil ürünleri.....	16
<b>Tablo 1.8:</b> Kitosanın kimyasal ve biyolojik özellikleri .....	22
<b>Tablo 1.9:</b> Kalitatif ve kantitatif antibakteriyel test yöntemleri .....	29
<b>Tablo 1.10:</b> Antibakteriyel etkinlik test yöntemleri .....	30
<b>Tablo 1.11:</b> Temel siklodekstrinlerin karakteristik özellikleri .....	44
<b>Tablo 1.12:</b> Siklodekstrinlerin farklı sıcaklıkta sulardaki çözünürlükleri.....	46
<b>Tablo 1.13:</b> $\beta$ -siklodekstrin türevlerinden bazı önemli olanlar .....	50
<b>Tablo 1.14:</b> $\beta$ -siklodekstrinlerin rastgele ikame edilmiş türevleri ve oluşum sentezleri .....	51
<b>Tablo 1.15:</b> $\beta$ -siklodekstrin ve metillenmiş türevlerinin 25 °C’de fizikokimyasal özellikleri .....	52
<b>Tablo 1.16:</b> Modifiye edilmiş siklodekstrinlerin karakteristik özellikleri.....	55
<b>Tablo 1.17:</b> $\beta$ -siklodekstrin ve bazı tekstil yüzeyleri arasındaki etkileşimler..	66
<b>Tablo 3.1:</b> Kullanılan kumaşın özellikleri.....	78
<b>Tablo 3.2:</b> Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri .....	78
<b>Tablo 3.3:</b> Laboratuvar çalışmalarında kullanılan cihazlar .....	79
<b>Tablo 3.4:</b> Kumaşlara uygulanan bitim işlemleri .....	81
<b>Tablo 3.5:</b> 1. Adımdaki çözeltiler ve çözeltilerin pH değerleri.....	82
<b>Tablo 3.6:</b> Kumaşların 2. adımdaki uygulama planı .....	84
<b>Tablo 4.1:</b> Kumaşların işlem sonrası ağırlık artış yüzdelik değerleri .....	92
<b>Tablo 4.2:</b> Kopma mukavemeti ve kopma uzaması sonuçları .....	93
<b>Tablo 4.3:</b> Eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği ölçüm sonuçları.....	95
<b>Tablo 4.4:</b> Kumaşların sertlik değerlerinin ölçüm sonuçları.....	97
<b>Tablo 4.5:</b> Kumaşların kalınlık değerlerinin ölçüm sonuçları.....	98
<b>Tablo 4.6:</b> Yıkanan kumaşların beyazlık / sarılık derece değerlerinin ölçüm sonuçları .....	99
<b>Tablo 4.7:</b> <i>S. aureus</i> bakterisine karşı 60 °C’de yıkanan kumaşların antibakteriyel etkisi .....	102
<b>Tablo 4.8:</b> <i>E. coli</i> bakterisine karşı 60 °C’de yıkanan kumaşların antibakteriyel etkisi .....	103
<b>Tablo 4.9:</b> Numune kumaşların en iyiden en kötüye antibakteriyel etki sıralaması.....	104
<b>Tablo 4.10:</b> <i>S. aureus</i> bakterisine karşı 40 °C’de yıkanan 5. numunenin antibakteriyel etkisi.....	105
<b>Tablo 4.11:</b> <i>E. coli</i> bakterisine karşı 40 °C’de yıkanan 5. numunenin antibakteriyel etkisi.....	106
<b>Tablo 4.12:</b> EDX analizi sonucu numune kumaşlardaki yüzdesel gümüş miktarı .....	111
<b>Tablo 4.13:</b> Kullanılan kimyasalların miktarları ve birim fiyatları.....	113

## SEMBOL LİSTESİ

<b>Cu</b>	:	Bakır
<b>Zn</b>	:	Çinko
<b>Fe</b>	:	Demir
<b>ZnO</b>	:	Çinko Oksit
<b>Ag</b>	:	Gümüş
<b>Au</b>	:	Altın
<b>Co</b>	:	Kobalt
<b>Pd</b>	:	Paladyum
<b>AgNP</b>	:	Gümüş Nanopartikül
<b>PHMB</b>	:	Poliheksametilen Biguanid
<b>N</b>	:	Azot
<b>Cl</b>	:	Klor
<b>H</b>	:	Hidrojen
<b>sa</b>	:	Saat
<b>dk</b>	:	Dakika
<b>°C</b>	:	Derece Celsius
<b>CTG</b>	:	Siklodekstrin Transglikozilaz Enzimi
<b>CD</b>	:	Siklodekstrin
<b>C</b>	:	Karbon
<b><math>\alpha</math>-CD</b>	:	Alfa Siklodekstrin
<b><math>\beta</math>-CD</b>	:	Beta Siklodekstrin
<b><math>\gamma</math>-CD</b>	:	Gama Siklodekstrin
<b><math>\varepsilon</math>-CD</b>	:	Epsilon Siklodekstrin
<b><math>\zeta</math>-CD</b>	:	Zeta Siklodekstrin
<b><math>\eta</math>-CD</b>	:	Eta Siklodekstrin
<b><math>\theta</math>-CD</b>	:	Teta Siklodekstrin
<b>NaOH</b>	:	Sodyum Hidroksit
<b>MCT-<math>\beta</math>-CD</b>	:	Monoklortriazin- $\beta$ -Siklodekstrin
<b>HP-<math>\beta</math>-CD</b>	:	2-Hidroksi propil- $\beta$ -Siklodekstrin
<b>Met-<math>\beta</math>-CD</b>	:	Metillenmiş- $\beta$ -Siklodekstrin
<b>S-<math>\beta</math>-CD</b>	:	Sülfatlanmış $\beta$ -Siklodekstrin
<b>UV</b>	:	Ultra Viyole
<b>XRD</b>	:	X-Işını Kırınımı
<b>SEM</b>	:	Taramalı Elektron Mikroskobu
<b>TG</b>	:	Termogravimetri
<b>DTA</b>	:	Diferansiyel Termal Analiz
<b>DSC</b>	:	Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi
<b>FT-IR</b>	:	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
<b>NMR</b>	:	Nükleer Manyetik Rezonans
<b>TEM</b>	:	Geçirimli Elektron Mikroskobu
<b>PES</b>	:	Poliester
<b>PA</b>	:	Poliamid
<b>PAN</b>	:	Poliakrilonitril
<b>PP</b>	:	Polipropilen
<b>PVA</b>	:	Polivinilalkol
<b>AITC</b>	:	Alil İzotiyosiyanat
<b>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></b>	:	Sülfürik Asit

<b>CaCO<sub>3</sub></b>	:	Kalsiyum Karbonat
<b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b>	:	Sodyum Karbonat
<b>CH<sub>3</sub>COOH</b>	:	Asetik Asit
<b>EDTA</b>	:	Etilendiamin Tetraasetik Asit
<b>€</b>	:	Euro
<b>\$</b>	:	Amerikan Doları
<b>₺</b>	:	Türk Lirası

## ÖNSÖZ

Tez sürecimin her aşamasında desteğini ve yardımlarını esirgemeyen, tezin oluşumunda, düzenlenmesinde ve değerlendirilmesinde her türlü katkıda bulunan değerli danışman hocam Sayın Dr. Öğretim Üyesi Buket ARIK'a teşekkürlerimi ve en derin saygılarımı sunarım.

Yüksek lisans öğrenim sürem içerisinde öğrenci değişim programı ile bulunduğum Gheorghe Asachi Teknik Üniversitesi, Tekstil, Deri ve Endüstri Yönetimi Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü (Yaş, Romanya), değerli öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Radu-Doru CEZAR'a ve bölüm başkanı Sayın Prof. Dr. Mirela BLAGA'ya tez konumun belirlenmesinde verdikleri fikir ve öneriler için ve literatür araştırma sürecinde okulun mevcut imkânlarına erişebilmem konusunda sağlamış oldukları her türlü yardım ve destekleri için en derin saygı ve şükranlarımı sunarım.

Yüksek lisans öğrenim sürem boyunca ve bu zorlu tez sürecimde beni destekleyen, her zaman yanımda varlığını ve sevgisini hissettiren ve bana olan güven ve inancını hiçbir zaman yitirmeyen sevgili eşim İpek SARI'ya ve son olarak sevgi, saygı, hoşgörü, insanlık, emek ve disiplin kelimelerinin anlamlarını bilecek şekilde beni büyük bir özveri ve emekle yetiştiren ve bu günlere gelmemi sağlayan, benden hayatım boyunca hiçbir zaman inancını ve desteğini esirgemeyen ve destekleri sayesinde 25'ten fazla ülke gezerek dünyayı daha yakından tanıma fırsatı yakaladığım bu hayattaki en büyük şansım olan başta sevgili annem Zülfiye SARI ile sevgili babam Hamza SARI'ya ve bütün aileme en içten sevgilerimi, saygılarımı ve sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

# 1. GİRİŞ

Tekstil ürünleri uzun zamandır bakteri ve mantar gibi mikroorganizmaların büyümesini ve üremesini destekleyen ortamlar olarak bilinmektedir. Bu mikroorganizmalar, ortamın hemen hemen her yerinde bulunmakta ve nem, besin maddeleri ve sıcaklık gibi temel gereksinimler karşılandığında hızla çoğalabilmektedir (Gao ve Cranston 2008).

Pamuklu kumaşlara antibakteriyel özelliklerin kazandırılması amacıyla uygulanan kimyasal bitim işlemlerinde, antibakteriyel ajanlar olarak kitosan, triklosan, mikanazol nitrat gibi kimyasal maddeler ve gümüş, bakır gibi metal iyonları kullanılmaktadır. Bu kimyasal bitim işlemiyle elde edilen antibakteriyel özelliğe sahip kumaşların yıkama dayanımında süreklilik elde edilememektedir.

Antibakteriyel ajanların tekstil yüzeyine daha kuvvetli bağlanmaları, yardımcı kimyasallar / moleküller ile mümkün olmaktadır. Yardımcı moleküllerden olan halka molekülleri sınıfında bulunan siklodekstrinler nişastanın glukano transferaz enzimiyle hidrolizi sonucunda meydana gelen oligosakkaritlerdir. Siklodekstrinlerin kavite boşluklu yapısı farklı moleküller ile inklüzyon kompleksi oluşturmasını mümkün kılmaktadır. Konuk molekül olarak antibakteriyel ajanlar, siklodekstrinlerin iç boşluklarına yerleşmekte ve ev sahibi – misafir formunda kompleksleşme meydana gelmektedir.  $\beta$ -siklodekstrin molekülleri antibakteriyel ajanların tekstil yüzeylerine daha kuvvetli bağlanmasını ve dış kuvvetlere karşı direncinin artırılmasını sağlamaktadır.

$\beta$ -siklodekstrinlerin tek dezavantajı sudaki çözünürlüklerinin düşük olmasıdır.  $\beta$ -siklodekstrinlerin uç gruplarına çeşitli moleküller bağlamak suretiyle yapılan modifiye uygulamaları sayesinde  $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin hem sudaki çözünürlüğünün artırılması hem de  $\beta$ -siklodekstrinler ile misafir moleküllerin etkileşimini kuvvetlendirerek daha kolay bağ yapması ve dayanıklı inklüzyon komplekslerinin oluşturulması sağlanmaktadır.  $\beta$ -siklodekstrinlere göre türevlendirilmiş  $\beta$ -siklodekstrinlerin daha yüksek çözünürlükte olması ve daha kararlı bir kompleksleşme sağlaması sonucunda antibakteriyel ajanların tekstil yüzeyine daha

sağlam tutunması ve antibakteriyel etkinliğin fiziksel aşınmalar ile yıkamaya karşı dayanımının artırılması sağlanmaktadır.

Bu çalışmada antibakteriyel ajan olarak gümüş nanopartiküller (AgNP) kullanılmış ve standart antibakteriyel bitim işlemlerinden farklı olarak,  $\beta$ -siklodekstrin ( $\beta$ -CD) ve türevi olan Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin (S- $\beta$ -CD) ile gümüş nanopartiküller (AgNP) arasında kompleks bir yapı oluşturularak selülozik yapıya katılımları sağlanmıştır.  $\beta$ -CD + AgNP ile S- $\beta$ -CD + AgNP inklüzyon komplekslerin bitim işlemleri ve EDTA çapraz bağlayıcı kimyasallar ile kumaşlara bağlanarak, antibakteriyel özellik kazandırılması ve yıkama dayanımının artırılması amaçlanmıştır. Bu sayede kullanıma yönelik fiziksel dayanımının artırılması ve mikroorganizmalara karşı etkinliğinin daha yüksek olması açısından önem taşımaktadır.

## 1.1 Antibakteriyel Tekstiller

Günlük hayatta insanlar çok çeşitli bakteri, mantar ve diğer mikroorganizmalarla temas kurmaktadır. Bu mikroorganizmalar uygun bir ortam sağlandığında hızlı bir şekilde üreyerek insanları kolay bir şekilde enfekte etmektedir.

Tekstil ve hijyen ürünlerinin antibakteriyel özelliğinin geliştirilmesi, oluşan kötü kokulara ve mikroorganizmalara karşı koruma sağlaması, istenmeyen tepkimelere girmemesi ve bu ürünlerde toksik olmayan malzeme kullanılması önemlidir. Ayrıca hidrofilitik, yeterli mukavemet, esneklik, yumuşaklık, konfor ve nefes alabilirlik de bu ürünlerde sahip olması beklenen özelliklerdendir.

Modern çağda insanoğlunun yaşam koşulları ile çalışma ortamları mikroorganizmaların hızlıca çoğalabilmesi adına uygun ortamlar sunmaktadır. Mikroorganizmalar vücutta, havada, toprakta ve tüm yüzeylerde bulunmakta, uygun şartlar sağlandığı takdirde hızlıca üreyip çoğalmaktadırlar. Mikroorganizmalar, çoğalabilmeleri için yeterli nem, sıcaklık ve besin maddesine ihtiyaç duymaktadır. Tekstil materyallerinde, bakterilerin bu gereksinimlerini sağlayabilecek uygun ortamlar bulunabilmektedir. Genel olarak bu mikroorganizmalar kötü koku oluşumu, ürünün bozulması, leke oluşumu vs. gibi sonuçlar doğurmaktadır.

Birçok bakteri 30-37°C arasında en uygun şekilde gelişim gösterirken, birçok mantar için en uygun sıcaklık 25-30 °C'dir. İnsan vücudu üzerinde yer yer bölgesel sıcaklık değişimleri söz konusu olmakta ve bu unsur da mikroorganizmaların rahatlıkla çoğalmasını sağlayan bir etken oluşturmaktadır. Üzerinde besin kaynağı (çeşitli gıda artıkları ve kirlilikleri, yağ, protein, şeker ve deri kalıntıları) mevcut olan tekstil ürünleri mikroorganizmaların hızlıca çoğalmasına etki etmektedir. Tablo 1.1'de mikroorganizmaların patojenik durumları ve sebep oldukları etkiler yer almaktadır.

**Tablo 1.1:** Bazı mikroorganizmaların patojenik durumu ve etkileri (Akaydın ve Kalkancı 2014)

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

Neredeyse tüm antibakteriyel tekstil ürünleri *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) olarak bilinen gram pozitif bakterilere karşı antibakteriyel etkinliklere sahiptir. *S. aureus* bakterisi her zaman patojenik olmamasına rağmen, apse, sinüzit gibi solunum yolu enfeksiyonları ve gıda zehirlenmeleri gibi cilt enfeksiyonlarının yaygın bir nedenidir. Birçok gram pozitif bakteride görüldüğü gibi, hücre duvarının kalın ve yoğun elektron tabakasına sahiptir. Öte yandan, kısaca *E. coli* olarak adlandırılan *Escherichia coli* bakterisi, antibakteriyel tekstil alanında yaygın olarak incelenen çubuk şeklinde bir gram negatif bakteridir. Son derece basit bir hücre yapısına sahip olan *E. coli* bakterisinde, yalnızca bir kromozomal DNA bulunmakta ve bir plazmit ile hücrenin büyümesini ve bölünmesini sağlamaktadır.



Antibakteriyel madde, bakteri, küf, maya, mantar vb. mikroorganizmaları öldüren, üremelerini engelleyen doğal, sentetik veya yarı sentetik bir madde olarak tanımlanmaktadır. Mikroorganizmaların yüzeye tutunması, taşınması ve bunların neden olduğu hastalıkların iletilmesi gibi istenmeyen durumların önlenmesi için özellikle tıbbi ve hijyenik alanda kullanılan tekstil ürünlerinde, antibakteriyel özelliklerin olması istenmektedir.

Mikroorganizmaları öldüren çok sayıda kimyasal madde bulunmaktadır. Bunlardan birçoğu, bitki ve hayvansal özler, kurşun, titanyum, çinko, kalay, cıva, gümüş gibi doğal metallerdir. Ancak bu maddelerden çoğu uygulama sırasında insan ve çevreye karşı toksik olabilmektedirler. Bu nedenle tekstil endüstrisinde kullanılacak antibakteriyel madde, sadece mikroorganizmaları öldürmekle kalmamalı, aynı zamanda insan ve çevreye karşı güvenli olmalı ve tekstil materyalinin diğer özelliklerini olumsuz yönde etkilememelidir.

Kimyasal maddelerin dışında doğal olarak antibakteriyel etki sağladığı bilinen lifler de mevcuttur. Bunlar arasında soya, alginat, kitosan lifleri bulunmaktadır.

Pamuk, yün ve keten gibi doğal lifler, gözenekli hidrofilik yapıları nedeniyle genellikle bakteriyel saldırılara karşı sentetik liflerden daha hassastır. Bu nedenle, antibakteriyel aktivite, selülozik fonksiyonel kumaşlar için önemli bir özelliktir. Temel olarak antibakteriyel kumaş terbiyesi kimyasal apre maddeleri ile yapılmaktadır. Tekstil materyallerindeki antibakteriyel ajanların yıkama ile fonksiyonel özellikleri kademeli olarak azalmaktadır. Bu nedenle tekstil ürünlerinin tekrar tekrar yıkanması antibakteriyel etkinin verimli kullanımını ve uygulanabilirliğini kısıtlamaktadır. Bu bağlamda tekstilde antibakteriyel etkinin devamlılığının arttırılabilmesi için yüksek konsantrasyonlarda bitim aprelerinin uygulanması gerekmektedir. İdeal antibakteriyel bitim işlemlerinin en önemli faydası ihtiyaç duyulan şartları karşılamasıdır.

Bitim işlemlerinde kullanılacak antibakteriyel kimyasalların tekstil endüstrisinde uygulanabilmesi için bir takım şartlar mevcuttur. Bunlar;

1. Mikroorganizmalara karşı geniş aralıkta etkili olmalı,
2. İnsanlar ve diğer canlılar için alerjik etkiye ve tahrişlere neden olmamalı, toksik olmamalı
3. Çevre dostu olmalı
4. Antibakteriyel ajan verilen tekstil ürünü yıkama, kurutma veya ütüleme gibi işlemlere karşı dayanıklı olmalı,
5. Kumaş kalitesini (tuşe, mukavemet vb. gibi) olumsuz etkilememeli,
6. Tekstil endüstrisinde kullanılan diğer yardımcı kimyasallara karşı uyumlu olmalı,
7. Ucuz olmalı

gibi şartlardır. İdeal antibakteriyel bitim aprelerinin bu şartları karşılaması kullanım açısından çok önemlidir.

Farklı apre kimyasalları ve bitim yöntemleri kullanılarak üretimi yapılmakta olan antibakteriyel tekstil ürünlerinin, antibakteriyel aktiviteleri genellikle yıkama sayısı ve kullanım şartlarına bağlı olarak zamanla azalmasına rağmen tüketiciler için yine de tercih edilen ve kullanım alanı sürekli genişleyen ürün çeşitleridir. Antibakteriyel tekstillerin ilk kullanılmaya başladığı 1990'lı yıllarda sadece toplu yaşam alanlarında yaygın olarak kullanılmaktaydı. Günümüzde ise antibakteriyel tekstil ürünlerinin kullanımı, kişisel kullanım, giysiler, ev tekstilleri, bebek tekstil ürünleri ve ev hayvanları için kullanılmakta ve her geçen gün kullanım alanı ve miktarı artmaktadır (Akaydın ve Kalkancı 2014; Alay ve diğ. 2014; Altınay 2017; Bozaci ve diğ. 2017; Montazer ve Harifi 2018; Wu ve diğ. 2013).

## **1.2 Antibakteriyel Tekstillerin Üretim Yöntemleri**

Antibakteriyel tekstil ürünleri esas olarak iki şekilde elde edilmektedir. Bunlardan biri lif çekimi aşamasındadır. Antibakteriyel nanopartiküllerin life katılımı, lif çekimi esnasında yapılmaktadır. Böylece antibakteriyel özelliğe sahip liflerden iplik oluşumu sağlanmış olmaktadır. Bu yöntemin avantajı bitim işlemine ve antibakteriyel kimyasal kullanımına ihtiyaç duyulmadığından ötürü, düşük maliyetli olmasıdır. Ayrıca bu yolla kazanılan antibakteriyel etki, çeşitli antibakteriyel

kimyasallarla yapılan bitim işlemleri ile sağlanan etkiye göre çok daha iyi ve kalıcı olmaktadır (Wu ve diğ. 2013).

Antibakteriyel lifler bugün sadece tıp alanında değil çoraplarda, iç giyimde, spor giyimde, ayakkabı iç astarlarında, halı ve kilimlerde ve ayrıca banyo keselerinde de kullanılmaktadır. Bazı sentetik lif esaslı antibakteriyel liflerin ticari isimleri ve üreticileri Tablo 1.2’de verilmiştir.

**Tablo 1.2:** Ticari olarak bulunabilen antibakteriyel lifler (Balcı 2006)

<b>Lif Cinsi</b>	<b>Üretici Firma</b>	<b>Ticari İsmi</b>
<b>Poliester</b>	Trevira	Trevira Bioactive
	Montefibre	Terital saniwear
	Brilen	Bacterbril
	Dupont	Coolmax Fresh FX
<b>Poliakrilonitril</b>	Accordis	Amicor
	Sterling	Biofresh
<b>Poliamid</b>	Kaneba	Livefresh
	R-stat	R-stat
	Nylstar	Meryl Skinlife
<b>Polipropilen</b>	Asota	Asota AM Sanitary
<b>Polivinilklorid</b>	Rhovyl	Rhovyls Antibacterial
<b>Rejenere Selüloz</b>	Zimmer AG	Sea Cell Activated
<b>Asetat</b>	Novaceta	Silfresh

Tablo 1.2’de görüldüğü gibi birçok üretici, hemen hemen bütün sentetik esaslı liflerden farklı ticari isimler kullanarak antibakteriyel lifler üretmektedir.

Liflere antibakteriyel özellikler, farklı üretim aşamalarında (polimerizasyon reaksiyonu aşamasında polimer modifikasyonu sırasında, lif çekme işlemi sırasında veya bitim işlemlerinde gibi) çeşitli kimyasalların eklenmesi ile verilebilmektedir.

Lif elde edilirken, çözücü içerisine antibakteriyel madde eklenmektedir. Kullanılan maddenin çözülmesi sağlandıktan sonra, sürekli karıştırılarak homojenliği sağlanmaktadır. Çözelti, oda sıcaklığında düzelerden püskürtüldüğünde, çözücü

buharlařmakta ve lif elde edilmektedir. Kullanılacak olan antibakteriyel madde miktarı, hedeflenen mikroorganizmaya, ürünün kullanım yerine, ürünün kullanım süresine ve ürünün kompozisyonuna göre deęişmektedir. Genelde 300 ppm'den daha az konsantrasyonlar gram pozitif bakterilerinin etkisiz hale getirilmesine yöneliktir. Hem gram pozitif hem de gram negatif bakterilerin her ikisine de etki etmesi istendięinde en az 750-1000 ppm konsantrasyon deęerinde çalıřmalıdır. 3000-5000 ppm gibi yüksek konsantrasyonlar ise, kalın hücre duvarına sahip mantar ve maya hücrelerinin büyümelerine ve çoęalmalarına engel olmaları içindir.

Polimer modifikasyonu yöntemi antibakteriyel lif eldesinde uygulanabilmektedir, ancak bu yöntem özel polimerizasyon tesisleri gerektirdięi için pahalıdır. Antibakteriyel işlemin etkinlięi ve dayanıklılıęı, antibakteriyel kimyasalın lif yüzeyi ile arasındaki baęın stabilitesine baęlıdır. Eklenen kimyasalın antibakteriyel etkinlięi ise pek çok faktöre baęlı olarak deęişmektedir. Bunlardan en önemlileri;

- Çözünürlüęe veya dispers olabilirlięe baęlı olarak, lif içerisinde kalan aditif konsantrasyonu,
- Adisyon fazı veya lifin termofiksaj adımı sırasında aditifin termal stabilitesi,
- Lif ve aditif arasındaki kimyasal baęların stabilitesi,
- Solvent ve deterjanlara dayanımı,
- Lifin içerisinde yüzeye migrasyon kapasitesi,
- Toksikite ve işlem maliyetidir.

Kimyasal maddelerin lif içerisinde veya üzerinde çözünmez hale getirilmesi uygulanan dięer yöntemlerden biridir. Bu işlem, sentetik ya da rejenere lifler için lif çekim banyosuna kimyasal maddelerin eklenmesiyle ya da doęal ve sentetik liflerin çözelti ile emdirilmesiyle yapılmaktadır. Böylece lif üzerinde suda çözünmeyen veya az çözünen kimyasal madde eldesi saęlanmış olmaktadır.

Geniş spektrumlu antibakteriyel etkinlik, akrilik, poliamid, polivinilklorür, selüloz asetat, polipropilen ve polietilen liflerine çeřitli azot bileşiklerinin yař ya da kuru lif çekim banyolarında % 0,5-2'lik insolübalizasyonu ile saęlanmaktadır. Bu amaçla 5-Nitrofurfural, 5-Nitro, 2-Furfuriliden, 3-Amino, 2-Okzalidon gibi kimyasallar kullanılmaktadır.

Antibakteriyel tekstil üretim yöntemlerinden diğeri ise bitim işlemlerinde antibakteriyel kimyasallar kullanılmasıdır. Günümüzde üretilen antibakteriyel tekstil ürünleri toplamının % 80'ini oluşturan kısmı bu yöntem ile üretilmektedir.

Antibakteriyel kimyasallar tekstil materyaline çektirme, emdirme, kaplama, aktarma, sprey veya köpükle aplikasyon yöntemleri ile uygulanabilmektedir. Temel olarak antibakteriyel kumaş terbiyesi kimyasal apre maddeleri ile yapılmaktadır. Özellikle antibakteriyel aprelerin tekstil ürününe aktarılabilmesi için suda çözünür olması, bu işlemin yıkama dayanımını azaltmaktadır. Burada önemli olan husus, kumaşa aktarılan bu kimyasalların yıkamaya olan dayanımlarıdır. Yapılan çalışmaların çoğu, bu antibakteriyel ürünlerin yıkama dayanımlarını artırmaya yöneliktir.

Antibakteriyel apreler yüzey ile bağ yapabilenler ve yapamayanlar olmak üzere başlıca iki kategoride değerlendirilebilmektedir. Bu terimler, antibakteriyel aprenin uygulandığı tekstil materyali yüzeyine kimyasal olarak bağlanabilme kapasitesi ile ilgilidir.

Yüzey ile bağ yapamayan antibakteriyel apreler tekstil materyali üzerine kimyasal olarak bağlanamazlar. Bu apreler, bir tekne içinden kumaş yüzeyine yavaş bir şekilde salıverilmektedir. Mikroorganizmalar üzerinde etkili olabilmeleri için yüzeyden yayılmakta, mikroorganizmaların içine girmekte ve metabolizmalarına etki ederek öldürmektedirler. Cilt ile temasa geçebilir, cilde ve sağlığa faydalı bakterileri etkileyebilir ve cilt tahrişlerine de neden olabilirler. Antibakteriyel aktiviteleri birkaç yıkamadan sonra kaybolmaktadır.

Yıkama dayanımları çok düşük olduklarından belli uygulamalardan sonra yüzeyde kalan kimyasalların miktarı azalmakta ve etkin olamayacak seviyeye inmektedir. Bu durumda mikroorganizmalar, kullanılan bu antibakteriyel kimyasallara karşı direnç kazanmaktadırlar. Bu tür antibakteriyel apre maddeleri genellikle belirli organizmalara karşı etkilidir ve geniş bir spektruma sahip değildirler. Küf, maya ve mantarlara karşı etkili değildirler.

Güvenlik ve toksiklik açısından bağ yapmayan antibakteriyel aprelerin kimyasal yapısı önemlidir. Örneğin, pek çok organokalay içeren kimyasal apreler,

uygulamayı yapan işçinin ve tüketicinin sağlığına olumsuz etki etmekte ve çevreye de önemli zararlar vermektedir.

Yüzey ile bağ yapmayan antibakteriyel aprelerin kumaşa uygulanması genelde üç farklı yöntemle yapılmaktadır;

- Mikrokapsüller: Antibakteriyel madde bir difüzyon bariyeri ile sarılmaktadır
- Mikrosferler: Antibakteriyel madde inert bir polimer içerisinde çözülmemektedir
- Halka molekülleri: Antibakteriyel madde, ev sahibi bir molekül boşluğu içerisine hapsedilmektedir. Hapsedilen antibakteriyel maddenin etkisi daha uzun ve yıkama dayanımı daha fazla olmaktadır.

Yüzey ile bağ yapabilen antibakteriyel apreler ise tekstil materyali üzerine kimyasal bağ yaparak tutunmaktadırlar. Mikroorganizmaların hücre zarını delerek metabolizmalarına etki etmekte ve ölmelerine neden olmaktadır. Bu olay, hücrenin büyüme ve çoğalma gibi yaşamsal faaliyetlerini devam ettirmesini önlemektedir. Bu tip antibakteriyel maddeler mikroorganizmalara temas ederek öldürmektedir. Yüzeğe tutundukları yani migrasyona uğramadıklarından dolayı uygulamadan sonra tekstil yüzeyi üzerindeki antibakteriyel madde miktarı zamanla azalma göstermemekte ve böylece mikroorganizmaların bağışıklık yapması söz konusu olmamaktadır. Kimyasal bağ yaptıklarından dolayı, yıkama dayanımları yüksektir.

Yüzey ile bağ yapabilen antibakteriyel maddeler geniş bir spektruma sahiptir. Pek çok bakteri, küf, maya, mantar bu tür antibakteriyeller ile kontrol altına alınabilmektedir. Bu tür maddelerin güvenlik ve toksikolojik açıdan kullanımları oldukça uygundur. Piyasada en çok kullanılan kuarterner amonyum bileşikleri, EPA tarafından incelenmiş ve ticari kullanım için kabul görmüştür (Balcı 2006; Ünal 2009; Wu ve diğ. 2013).

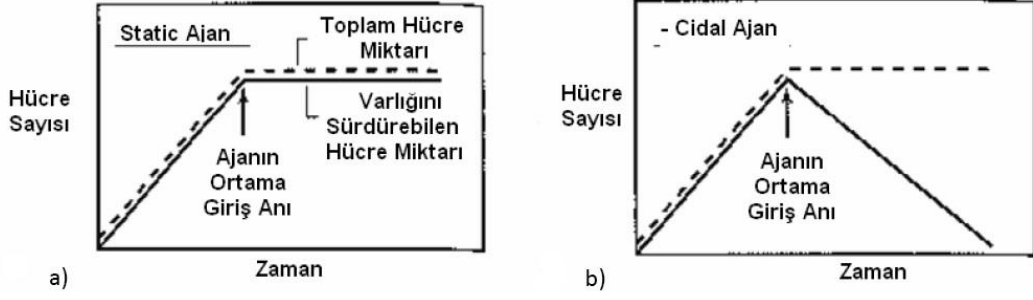
### 1.3 Antibakteriyel Ajanların Etki Mekanizması

Antibakteriyel bitim işlemlerinde, tekstil yüzeyleri antibakteriyel ajanlarla muamele edilmektedir. Bitim işlemlerinde kullanılan iki tip antibakteriyel ajan vardır. Bunlar “-static” veya kısa adıyla “-stat” ve “-cidal” veya kısa adıyla “sid” olarak adlandırılmaktadır. Antibakteriyel malzemeler eğer mikroorganizmaların büyümesini ve üremesini yavaşlatıcı özellik gösteriyorsa bunlar “stat” antibakteriyel ajanlardır. Örneğin bakteriostat, fungistat gibi. Fakat bu ajanlar tekstil üzerindeki mikroorganizmaları tamamen öldürüyorsa bunlar da “sid” antibakteriyel ajanlardır. Örneğin bakteriosid, fungisid gibi. “sid” ajanlar hem çevrecidir hem de “stat” ajanlara göre daha sağlıklıdır. Enfeksiyondan korunmak için mikroorganizmaların tamamen yok edilmesi gerekmektedir.

Aşağıda Tablo 1.3’te “static” ve “cidal” ajanların etki alanları ve farkları gösterilmektedir ve Şekil 1.1’de ise “static” ve “cidal” ajanların ortama eklendikten sonra bakteriler üzerindeki etkilerini şematik olarak gösteren diyagram bulunmaktadır.

**Tablo 1.3:** “static” ve “cidal” ajanların özelliklerinin kıyaslanması (Altınok 2008)

<b>Mantar / Bakteri – static Ajanlar</b>	<b>Mantar / Bakteri – cidal Ajanlar</b>
Mikroorganizmaların büyüme ve çoğalmalarına uygun olmayan yüzey yapıları oluşturur	Kumaş yüzeyine yayılmış mevcut bazı mikroorganizmaların çoğalmalarını engeller ve öldürülmesini sağlar
Mikroorganizmaların büyümelerinin ve çoğalmalarının engellemesinde etkisini yavaş gösterir	Etkisi oldukça hızlıdır. Bu da mikroorganizmaların daha kısa sürede yok edilmesini sağlar.
Çevresel etkisi vardır. Çok sağlıklı olmamakla beraber, oldukça dayanıklıdır. Ayrıca mikrobik direnç fazladır.	Daha sağlıklı ve çevresel risk daha azdır. Fakat daha zayıf mikrobik dayanıklılığa sahiptir.
Gümüş esaslı bileşikler kullanılır.	Kloroksinol kullanılır.



**Şekil 1.1:** Antibakteriyel ajanlarla muamele sonrasındaki bakteri miktarlarının değişimi a) static ajan, b) cidal ajan (Altınok 2008)

Şekil 1.1 a'da, “-static” ajanların ortama sokulmasından önce mikroorganizmaların sayısının zamanla arttığı görülmektedir. “-static” ajanların ortama giriş anından itibaren mikroorganizmaların artışı frenlenmiş ve çoğalması engellenmiştir. Fakat mikroorganizmaların varlığı hala sürmektedir.

Şekil 1.1 b'de ise aynı şekilde artan mikroorganizmaların sayısı, ortama “-cidal” ajanların girmesiyle birlikte durmakta ve mikroorganizmaların yok edilerek ortamdaki sayısının zamanla azaldığı görülmektedir.

Antibakteriyel ajanların mikroorganizmalar üzerinde temelde iki şekilde etkisi vardır:

**Temas ile:** Lif üzerindeki antibakteriyel ajanlar difüzyona uğramazlar ve mikroorganizmalar üzerinde etkili olabilmeleri için onlara temas etmeleri gerekir

**Difüzyon ile:** Lif üzerinde veya içerisinde bulunan antibakteriyel ajanlar, mikroorganizmalara ulaşmak, büyümelerini ve çoğalmalarını frenlemek için, nemli bir dış ortam bulunduğu, değişken bir hızda dışarıya doğru yayılırlar.

Bu antibakteriyel ajanların, mikroorganizmaların gelişimi üzerindeki etki mekanizmaları oldukça farklıdır. Antibakteriyel ajanların mikroorganizmaların üzerindeki etkisi ve çalışma prensibi daha çok hücre zarını parçalama, DNA'ya hasar verme ve hücreyi öldürme üzerine kuruludur ve genellikle mikroorganizmaları öldürme yöntemleri;



- Hücre duvarı sentezinin inhibisyonu
- Protein sentezinin inhibisyonu
- Enzim etkisinin inhibisyonu
- Nükleik asit sentezinin inhibisyonu
- DNA hasarı
- Metabolik yolların inhibisyonu
- Hücre zarı bütünlüğüne müdahale
- Hücre zarı geçirgenliğine müdahale
- Hücre duvarı hasarı

şeklindedir. Böylece mikroorganizmaların daha fazla büyümesini ve çoğalmasını engellemiş olmaktadır. Aşağıda çeşitli antibakteriyel ajanların farklı etkilerinden bahsedilmektedir.

- Aktif maddeler içeren antibakteriyel ajanlar mikroorganizmanın hücre duvarına veya metabolizmasına etki ederler.
- Aldehitler ve halojenler gibi maddeler hücre zarına saldırarak ve stoplazmanın içine girerek mikroorganizmaların enzim sistemlerini inhibe ederler.
- Koagülantlar ve primer alkoller doğrudan doğruya mikroorganizmanın protein sistemlerini yok ederler.
- En çok tercih edilen antibakteriyel ajanlardan biri olan triklosan, hücre zarını delerek mikroorganizmanın çoğalmasını engeller.
- Kuarterner amonyum bileşikleri, biguanidler, aminler ve glukoprotamin gibi maddeler mikroorganizmaların hücre duvarına saldırarak lipo polisakkarid yapılarını yıkarlar ve hücreyi imha ederler.
- Kadmiyum, gümüş, bakır gibi metal bazlı kompleks metalik bileşikler mikroorganizmaların aktif enzim yapılarını pasifize ederler.
- Kitinden elde edilen kitosan ise açık yaraların tedavisinde kullanılan, hızlı iyileşme sağlayan, nemli ortamda bakteriler ile reaksiyona girip inhibe eden, doğal yolla elde edilen bir antibakteriyel ajandır.

Bununla birlikte antibakteriyel özellik dört farklı faktörle birlikte belirlenmektedir. Bunlar;

- Antibakteriyel etkisinin kalıcılığı
- İstenmeyen mikroorganizmalara karşı seçici davranması
- Kumaşlarda nem geçirgenliğini kabul edilir derecede sağlaması
- Bitim işlemleri ile uyumluluk göstermesi

gibi faktörlerdir. Antibakteriyel ajanların bu özellikleri taşıması oldukça önemlidir (Altınok 2008; Montazer ve Harifi 2018; Ünal 2009).

#### 1.4 Antibakteriyel Ajan Olarak Kullanılan Maddeler

İnsanoğlu, Mısır mumyalarında ve diğer kültürlerdeki benzer uygulamalarda kullanılmasının gösterdiği bir gerçek olan antibakteriyel ve antimikrobiyal maddeleri antik çağlardan beri benimsemiştir. Bu bağlamda, kumaşların koruma kalkanı oluşturması ve her türlü mikroorganizma ataklarından korunması da çok büyük önem taşımaktadır. Günümüzde birçok tekstil ürünlerinde koruma ve korunma ihtiyacı hala temeldir (Shahidi ve Wiener 2012).

Son yıllarda tekstil alanında kullanılabilecek pek çok antibakteriyel ürün geliştirilmiştir. Bu ürünler kimyasal yapılarına, insan ve çevreye olan etkilerine, çalışma prensiplerine, uygulandıkları tekstil ürününe tutunma karakteristiklerine, çeşitli dış etkilere dayanıklılıklarına ve fiyatlarına göre çok farklılık göstermektedirler (Akaydın ve Kalkancı 2014). Aşağıdaki Tablo 1.4'te tekstil sektöründe en çok kullanılan bazı antibakteriyel maddeler görülmektedir.

**Tablo 1.4:** Tekstilde kullanılan bazı antibakteriyel maddeler (Altınok 2008)

Organik Bileşikler	Metal İyonları	Diğer Anorganik Bileşikler
Halojenlenmiş Difenil Eterler	Gümüş	Zeolitler
Fenol Bileşikleri	Çinko	NaAl-Silikat
Halofenoikler ve Bisfenolikler	Bakır	
Rezorsinol ve Türevleri		
Benzoik Esterler		
Kuaterner Amonyum Bileşikleri		

Antibakteriyel tekstil ürünlerinin üretiminde en çok kullanılan maddeler; kitin, kitosan, triklosan veya gümüş, bakır gibi metal iyonlardır (Altınok 2008).

En fazla kullanılan farklı antibakteriyel ajanları ve bu ajanların farklı özellikleri Tablo 1.5'te kıyaslanmaktadır.

**Tablo 1.5:** Bazı antibakteriyel ajanların kıyaslaması (Wu ve diğ. 2013)

<b>Antibakteriyel Ajanlar</b>	<b>Gram Pozitif Bakteri</b>	<b>Gram Negatif Bakteri</b>	<b>Mantar</b>	<b>İlaç Direnci</b>	<b>Vücut Emilimi</b>	<b>Toksisite</b>
Triklosan	+	-	+	Var	Var	Çok az ya da Yok
Gümüş	+++	+++	+++	Yok	Düşük	Çok az ya da Yok
Amonyum Tuzu	+	-	-	Var	Var	Orta ya da Yüksek
Kitosan	+	+	+	Yok	Yok	Yok
Bakır	+	+	+	Var	Var	Dozuna Bağlı

+: Etkili, +++: Çok Etkili, -: Etkisiz

Gümüş, Tablo 1.5'te gösterilen diğer antibakteriyel ajanlara göre daha iyi bir genel performans sergilemektedir (Wu ve diğ. 2013).

Tablo 1.6 ve Tablo 1.7’de gösterilen antibakteriyel kimyasalları ve antibakteriyel tekstil ürünleri en çok kullanılan ve tercih edilen ayrıca piyasada en kolay bulunabilen ürünlerdir (Morais ve diğ. 2016).

**Tablo 1.6:** Ticari olarak temin edilebilir antibakteriyel kimyasalları (Morais ve diğ. 2016)

<b>Ürünün Adı</b>	<b>Üretici Firma</b>	<b>Kimyasal İçeriği</b>
<b>Agion®</b>	Sciessent	Gümüş ve Zeolit esaslı katkı maddesi
<b>AlphaSan®</b>	Milliken Chemical	Gümüş bazlı katkı maddesi
<b>BioGuard®</b>	AEGIS Microbe Shield™	3-trimetoksisilil propilidimetiloktadesil amonyum klorür bazlı bitim ajanı
<b>Biozac ZS</b>	Zschimmer & Schwarz Mohsdorf GmbH & CoKG	PHMB bazlı bitim ajanı
<b>Cosmocil CQ™</b>	Lonza	Poliaminopropil biguanide dayalı katkı maddesi
<b>Eosy®</b>	Unitika	Kitosan bazlı bitim ajanı
<b>Irgaguard®</b>	BASF	Triklosan bazlı bitim ajanı
<b>Irgasan</b>	Sigma Aldrich	Triklosan bazlı bitim ajanı
<b>Microban®</b>	Microban International	Triklosan ajanı
<b>Reputex™</b>	Lonza	PHMB bazlı bitim ajanı
<b>Sanigard KC</b>	L.N. Chemical Industries	QAC grubuna ait bitim işlem ajanı
<b>Sanitized®</b>	SANITIZED	3-trimetoksisilil propil dimetil tetradecil amonyum klorür bazlı bitim maddesi
<b>Silpure®</b>	Thomson Research Associates	İnce gümüş parçacıklı bitim maddesi
<b>Silvador™</b>	The Dow Chemical Company	Gümüş iyonları ile iç içe geçen polimer ağ
<b>SmartSilver®</b>	Nanohorizon Inc.	Gümüş nanopartiküllü ajan
<b>Silvérion 2400</b>	PURE Bioscience, Inc	Stabilize gümüş kompleksi bazlı ajan

**Tablo 1.7:** Ticari olarak temin edilebilir antibakteriyel tekstil ürünleri (Morais ve diğ. 2016)

<b>Ürünün Adı</b>	<b>Üretici Firma</b>	<b>Ürün Tanımı</b>
<b>ACTICOAT™</b>	Smith & Nephew	2 katmanlı gümüş nanopartikülleri ile kaplanmış polietilen meş, 1 katmanlı viskon ve poliester liflerinden oluşan 3 katmanlı tekstil ürünü
<b>Amicor / Amicor Plus</b>	Acordis, Ltd.	Triklosan veya triklosan ile tolnaftat kombinasyonu içeren akrilik elyaf
<b>Bactekiller®</b>	Fuji Chemical Industries, Ltd.	Metal iyonları içeren lifler
<b>Bactershield®</b>	Sinterama	Bakteriyostatik ajan içeren poliester iplik
<b>Bioactive®</b>	Trevira	Gümüş içeren poliester elyaflar
<b>BiofresH™</b>	Sterling Fibers	Triklosan içeren akrilik lifler
<b>Chitopoly®</b>	Fuji-Spinning	Kitosanın polinosik lif haline getirilmesiyle elde edilen elyaf
<b>Crabyon®</b>	SWICOFIL AG	Kompozit kitin / kitosan ve selüloz viskon elyafı
<b>FeelFresh®</b>	Toyobo	Antibakteriyel metal iyonlarına sahip akrilik elyaf
<b>Microfresh®</b>	O'Mara, Inc.	Gümüş partiküller içeren poliester iplikler
<b>Rhovyl'As®</b>	Rhovyl	Triklosan içeren lifler
<b>SeaCell® active</b>	Smartfiber AG	Gümüş iyonları içeren selüloz esaslı elyaflar
<b>Silfresh®</b>	Novaceta	Triklosan içeren selüloz asetat ipliği
<b>SoleFresh®</b>	O'Mara, Inc.	Gümüş partiküller içeren PES iplikler
<b>Thunderon®</b>	Nihon Sanmo Dyeing Company	Bakır iyonları içeren akrilik elyaflar

### 1.4.1 Metalik Bileşikler

Metallerin, metal iyonlarının ve metal oksitlerin antibakteriyel özellikleri uzun zamandır bilinmektedir. Bakır (Cu) veya bakır bileşikleri, Yunanlılar, Romalılar, Aztekler ve diğer uygarlıklar tarafından baş ağrısı, yanıklar, bağırsak kurtları, kulak enfeksiyonları ve genel olarak hijyen tedavisinde kullanılmıştır. Çinko (Zn) göz ve yaraların tedavisi ve cilt hastalıklarının tedavisi ile ilişkilendirilmiştir. Gümüş (Ag), eski Yunanlılar, Romalılar ve Mısırlılar gibi pek çok kültürde, tıp alanında uzun bir kullanım geçmişine sahiptir ve bu dönemlerde su ve diğer sıvıları bozulmadan depolamak için gümüş kaplar kullanılmıştır. Çinko oksit (ZnO), antibakteriyel kremler, losyonlar ve merhemlerde aktif bir bileşen olarak kullanılmıştır. ZnO nanopartiküllerin uygulanması, patojenlerde yayılma ve kolonizasyonun kontrolünde çok umut verici olsa da, ZnO nanopartiküllerin kullanımı hala sınırlıdır. Çünkü nanopartikül sentezinin kontrolünü gerektirir ve ayrıca küçük ölçekli üretim ile sınırlıdır.

Gümüş (Ag) ve bakır (Cu) nanopartikülleri bir çok ilaca karşı dirençli organizmalar da dahil olmak üzere çok çeşitli mikroorganizmalara karşı güçlü antibakteriyel özellik sergilediklerinden antibakteriyel ajanlar olarak önem kazanmıştır. Gümüş ile karşılaştırıldığında, bakır daha ucuzdur ve bakır nanopartiküllerin sentezi daha düşük maliyetlidir. Bununla birlikte, gümüş (Ag) ve altın (Au) gibi metallerle karşılaştırıldığında, bakırın mikroorganizmalar üzerindeki toksik etki oranı daha azdır (Paladini ve diğ. 2015).

Nano boyutlu metallerin ve metal oksitlerin, özellikle gümüş (Ag), titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>), çinko oksit (ZnO) hazırlanması, yeni nesil biyositlerin gelişmesini sağlamıştır. Ek olarak, nano boyuta indirgenmiş inorganik parçacıklar yüksek yüzey alanına / hacim oranına sahiptir ve benzersiz fiziksel ve kimyasal özellikler göstermektedirler (Shahidi ve Wiener 2012).

In vitro çalışmalar, metal nanopartiküllerin birçok bakteri türünü inhibe ettiğini göstermiştir. Metal nanopartiküllerin sentezi için kullanılan başlatıcılar, hazırlama yöntemleri, nanopartiküllerin büyüklüğü ve şekli, antibakteriyel aktiviteyi etkileyen ana parametrelerdir (Montazer ve Harifi 2018).

Metal oksit nanopartiküllerden olan  $TiO_2$ ,  $SiO_2$  ve  $ZnO$ , tekstil malzemelerinin antibakteriyel bitiminde kullanılan yaygın olarak bilinen metal oksitler arasındadır. Kristal yapısı, şekli ve büyüklüğü ile ilgili olan metal oksit nanopartiküllerin antibakteriyel özelliği, esas olarak DNA hasarına neden olduğundan kaynaklanmaktadır. Tüm bu metal oksit nanopartikülleri arasında,  $TiO_2$  nanopartiküllerinin olağanüstü fotokatalitik aktivitesi, toksik olmaması durumu, yüksek kullanılabilirlik özelliği ve biyouyumluluk gösterdiği iyi bilinmektedir. Bununla birlikte, ilgili bakteri hücresi ölümünde  $TiO_2$  nanopartiküllerinin etkisini anlamak için birkaç yaklaşım kullanılmaktadır. Yapılan bir araştırmada  $TiO_2$  nanopartiküllerine dayanan tekstil malzemelerinin işlevselliğini geliştirmek için enzimatik bir ön işlem uygulanmış ve  $TiO_2$ 'nin kendi kendini temizleme, antibakteriyel ve UV koruması olarak harika sonuçlar verdiği görülmüştür (Rivero ve diğ. 2015).

Metalik bileşikler arasında gümüş, güçlü antibakteriyel etkisi ve toksik etki yaratmaması sayesinde diğer bileşiklerden daha fazla tercih edilmektedir. Gümüşün antibakteriyel özelliği, gümüş miktarı ve salınan gümüş oranının hedef bakteri ve mantar hücrelerini etkisizleştirme kabiliyeti ile doğrudan ilişkilidir. Metalik durumundaki gümüş durağandır. Ancak ciltteki nem ve yaranın sıvısı ile reaksiyona girerek iyonize olmaktadır. İyonize gümüş, doku proteinlerine bağlandığından, bakteriyel hücre duvarı ile hücre zarında yapısal bozulmalar meydana getirdiğinden ve hücre bozulmasına ve hatta ölümüne neden olduğundan antibakteriyel anlamda oldukça etkilidir (Can ve Körlü 2011; Cansız ve Kırmusaoğlu 2018; Rai ve diğ. 2009).

Çözelti halinde gümüş, her biri inorganik ve organik bileşikler ve kimyasal kompleksler oluşturabilen üç oksidasyon durumu, yani  $Ag^+$ ,  $Ag^{++}$  ve  $Ag^{+++}$  şeklinde kendini göstermektedir.  $Ag^{++}$  veya  $Ag^{+++}$  içeren bileşikler kararsızdır ve suda çözünmemektedir. Antibakteriyel olarak kullanılan gümüş bileşikleri üç gruba ayrılabilir;

1. Elementel gümüş (gümüş nanopartiküller)
2. İnorganik bileşikler / kompleksler (gümüş nitrat, gümüş sülfadiazin, gümüş oksit, gümüş fosfat veya gümüş klorür gibi)
3. Organik kompleksler (gümüş preparatları, gümüş-çinko allantoinat veya gümüş proteinleri gibi)

Gümüş iyonları çözeltide stabiliteyi arttırmak için AgCl, AgNO<sub>3</sub> ve AgSO<sub>4</sub> olarak kompleksleştirmede daha kararlı hale gelmektedirler. Gümüş nitrat en yaygın kullanılan bileşiktir. Ancak % 2'yi aşan konsantrasyonlarda kullanılması tehlike yaratmaktadır. Yanıkları ve enfekte olmuş yaraları tedavi etmek için % 0,5 sulu gümüş nitrat çözeltisi standart çözeltidir. Çeşitli çalışmalar, saf gümüş iyonlarının en iyi antibakteriyel aktivite gösterdiğini ve yara iyileşme ortamını optimize ettiğini göstermektedir. Sonuç olarak, günümüzde kullanılan gümüş tuzları ve kompleksleri, gümüş iyonlarının sürekli salımını hedeflemektedir (Qin 2019).

Gümüş iyonlarının tekstil üzerine doğrudan katılması, gümüş tuzları ve bazı yardımcı kimyasallar kullanılarak kolayca sağlanabilmektedir. Örneğin, pamuklu kumaşa önce siklodekstrin katılması ve daha sonrasında aynı kumaşa gümüş iyonu dahil edilmesi, bu kumaşın uygun ve dayanıklı bir antibakteriyel özellik göstermesini sağlamaktadır (Sun 2011).

Geetha ve diğ. 2013, yaptıkları çalışmada 5, 10 ve 15 mM olmak üzere üç farklı β-siklodekstrin çözeltisi ile gümüş nitrat çözeltisinden kimyasal yöntemlerle elde etmiş oldukları gümüş nanopartikülleri (AgNP) ile inklüzyon kompleksi oluşturmuş, kompleksin XRD ve SEM analizlerini yapmış ve AATCC test yöntemleri ile hazırlanan kompleksin *Staphylococcus aureus* bakterisi üzerindeki antibakteriyel etkisi incelemiştir. Sonuç olarak gümüş nanopartiküller ile kompleksleşen β-siklodekstrinlerin antibakteriyel etkisinin, kompleks oluşturulmamış gümüş nanopartiküller ile karşılaştırıldığında daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.

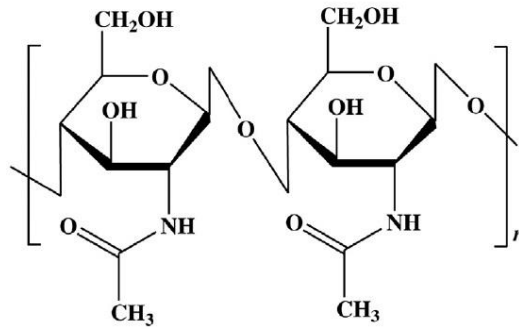
Gümüş nanopartikülleri, bakterilerin hücre duvarı ve hücre zarından geçerek DNA'sını inhibe etmektedir. Gümüşün etkisiyle ortaya çıkan elektronlar, hücre zarını ve duvarını yırtarak, bakterilerin DNA'sının kendini kopyalayarak çoğalmasını engellemektedir. Bakteri ve mantarlar, zarları bölünerek çoğalabilen mikroorganizmalar oldukları için gümüş etkisi ile ortaya çıkan elektronlar sayesinde zarları yırtılmakta ve çoğalmaları engellenmiş olmaktadır. Böylelikle bakterilerin büyümesi, üremesi ve bakteriyel aktiviteleri etkisiz hale getirilmiş olmaktadır (Cansız ve Kirmusaoğlu 2018).



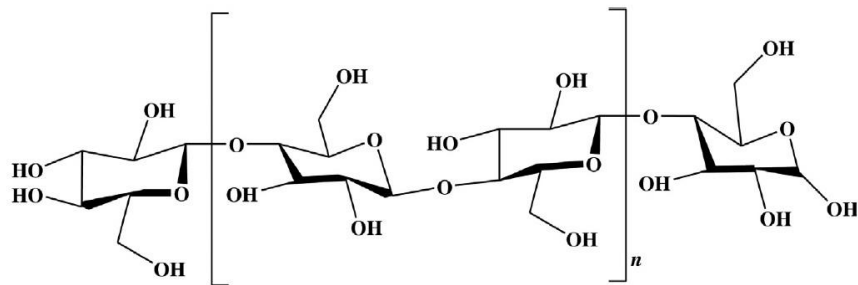
## 1.4.2 Kitin

Kitin, yengeç, karides ve ıstakoz gibi kabuklu deniz hayvanlarının kabuklarında, böcek ve yumuşakçaların dış iskeletlerinde ve belirli mantarların hücre duvarlarında bulunan bir polimerdir. Polimerlerin çoğu yapay olarak üretilse de kitinin doğal olarak bulunabilir olması en büyük avantajlarından. Her yıl doğal olarak üretilen kitin miktarı  $10^{10}$  tondur ve bunun % 70'i okyanuslardan gelmektedir. Kitin kullanmanın temel avantajları biyolojik olarak parçalanabilir olması, biyoyumlu olması ve toksik olmaması gibi özellikleridir (Roy ve diğ. 2017).

Kitin, dünyada selülozdan sonra en yaygın ikinci polimerdir. Selüloz ile benzer yapıya sahip olsalar da aralarındaki tek fark, selüloz hidroksil grubu içerirken kitinin amid grubu içermesidir. Şekil 1.2 ve Şekil 1.3'te kitin ile selülozun kimyasal yapıları gösterilmektedir.



Şekil 1.2: Kitinin kimyasal yapısı (Deshmukh ve diğ. 2018)



Şekil 1.3: Selülozün kimyasal yapısı (Deshmukh ve diğ. 2018)

Eklem bacaklı kabukları, kuru halde yaklaşık % 50'lik bir kitin içerir ve en kolay erişilebilir kitin kaynağıdır. Deniz mahsulleri atıkları da ticari kitin üretiminde kullanılmaktadır (Deshmukh ve diğ. 2018).

Kitinin elde edildiği deniz hayvanlarında bulunan dış iskelet kabuklarının, % 30-50 kalsiyum karbonat, % 30-40 protein ve % 20-30 kitin içerdiği bildirilmektedir (Moattari ve diğ. 2018).

Bir asit çözücü içinde, kitinin amin bileşenleri mikropların büyümesini engelleyen bir yapıya dönüşmektedir. Bu yapı, hücrenin büyümesini ve üremesini engellemek için hücre zarını parçalamakta ve sonuç olarak bakterilerin ölümüne yol açmaktadır. Kitinin antibakteriyel aktivitesi birçok çalışma sonucu görülmüştür ve bu nedenle kitin yaygın olarak kullanılan antibakteriyel ajandır (Afraz ve diğ. 2019).

Kitin yaralı dokuda kullanıldığında yarayla aktif hale gelmekte, alerjik ve istenmeyen reaksiyonlar göstermemektedir. Kitin iyileşme derecesini hızlandıran ve ağrıyı azaltan, yeni deri oluşumunu canlandıran bir polimerdir. Bu sebeple tekstil endüstrisinde yara örtüleri alanında kullanımı oldukça fazladır. Kitin birçok farklı formda üretilebilmektedir. Bunlardan en önemlisi, kitinin deasetilasyonu ile elde edilen kitosandır (Altınok 2008).

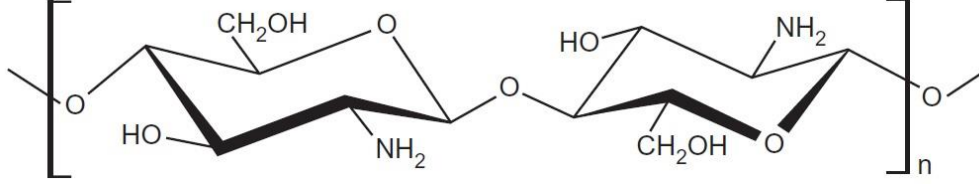
### **1.4.3 Kitosan**

Katyonik bir polisakkarit olan kitosan, yengeç, karides ve diğer kabuklu deniz hayvanlarının temel dış iskelet bileşeni olan kitinin alkalın deasetilasyonu ile elde edilmektedir. Su bağlama kapasitesi, yağ bağlama kapasitesi, biyoçözünür olması, toksik olmaması, biyouyumlu olması, yara iyileşmesini hızlandırması gibi özelliklerinin olması kitosanın, tıp, kozmetik, tarım, biyokimyasal ve tekstil alanlarında kullanılmasını sağlamaktadır.

Polikatyonik yapısından dolayı kitosan, bir hücre yüzeyindeki iyonik etkileşimle, sonunda hücreyi imha edebilen etkisi ile çeşitli bakteri ve mantarlara karşı iyi bir antibakteriyel özelliğe sahiptir. Önceki çalışmalar, antibakteriyel aktivitesinin moleküler ağırlık, deasetilasyon derecesi, sıcaklık, pH ve çözeltideki katyonlardan

etkilendiğini göstermiştir. Kitosan, en güvenli ve en etkili antibakteriyel maddelerden biri olmasından dolayı tekstil sektöründe antibakteriyel bitim işlemleri için yaygın olarak kullanılmaktadır (Shahidi ve Wiener 2012).

Şekil 1.4'te kitosanın kimyasal yapısı gösterilmektedir.



**Şekil 1.4:** Kitosanın kimyasal yapısı (Rouhani ve diğ. 2019)

Kitosan, kitinde bulunan asetil gruplarının uzaklaştırılması anlamına gelen deasetilasyon işlemi ile elde edilmektedir. Bu nedenle kitin ve kitosan arasındaki asıl fark, kimyasal ve biyolojik özellikler üzerinde birçok etkisi olan polimerin asetil içeriğidir. Kitosanın bu kimyasal ve biyolojik özellikleri Tablo 1.8'de gösterilmektedir.

**Tablo 1.8:** Kitosanın kimyasal ve biyolojik özellikleri (Rouhani ve diğ. 2019)

<b>Biyolojik Özellikleri</b>	<b>Kimyasal özellikleri</b>
Biyoçözünür olması, biyoyumlu olması ve toksik olmaması	Doğrusal poliamin
Bakterilerin büyüme inhibisyonu	Reaktif amino gruplarına sahip olması
Dişeti dokusu üzerinde yenileyici etkisi olması	Reaktif hidroksil gruplarının mevcut olması
Hemostatik, fungistatik, spermisit, antitümör oluşu	Birçok metal iyonunu şelatlaması

Kitosanın bu biyolojik özellikleri ve alerjilere ve enfeksiyon hastalıklarına karşı koruma sağlama kabiliyeti nedeniyle antibakteriyel bir ajan olarak tekstil endüstrisinde kullanımı oldukça yaygındır (Rouhani ve diğ. 2019).

Kitin ve kitosanın kimyasal yapıları, birçok benzerlik göstermelerine rağmen oldukça farklıdır. Asetamid grubunun varlığından dolayı kitin, çoğunlukla inert bir

davranış gösterirken, kitosan serbest aktif amin gruplarına sahip olduğu için oldukça reaktiftir. Aynı zamanda bu aktiflik, kristallik derecesine de bağlıdır. Kitosanın, kitine kıyasla daha az kristal yapıda olması da, daha çok reaktif olma sebeplerinden biridir. Ayrıca, kitinin çözülmesine izin veren çok az sayıda çözücü bulunurken, kitosan hemen hemen tüm seyreltik asit çözeltilerinde çözünmektedir. Kitosanda bulunan serbest amino grupları asitle etkileşime girdikten sonra pozitif yüklerle yüklenmekte ve  $\text{pH} \leq 6$ 'da çözünmektedir.  $\text{pH} 6$  üzerinde ise, çözülmüş kitosan moleküllerinin % 50'sinden fazlası pozitif yüklerini kaybetmekte ve çözünmez hale gelmektedir (Roy ve diğ. 2017).

Kitosan, antibakteriyel özelliği, biyouyumlu olması ve yara iyileşmesi sürecini hızlandırması sayesinde biyomedikal uygulamalar için umut verici doğal bir malzemedir. Kitosan, yara örtüleri, cilt doku mühendisliği, kıkırdak doku mühendisliği vb. gibi çeşitli uygulamalarda yoğun olarak çalışılan bir biyopolimerdir. Birçok araştırmacı, biyomedikal uygulamalar için selüloz ve kitosan bazlı malzemeler üretmeye çalışmıştır (Ummu Habeeba ve diğ. 2017).

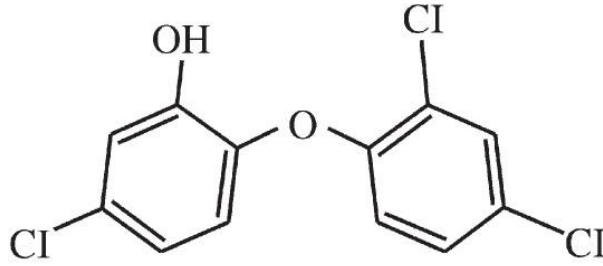
Kitosan, tekstilde antibakteriyel etki sağlamak için, lifleri eğirirken katkı maddesi olarak ve ayrıca selüloz, selüloz / poliester ve yün liflerinden yüzey modifikasyonu için bir terbiye maddesi olarak kullanılabilir. Kitosanın pozitif yüklü amino grupları, negatif yüklü bakteri yüzeyine bağlanmakta ve bu da hücre zarının bozulmasına ve geçirgenliğinin artmasına neden olmaktadır. Kitosan, protein sentezini önlemek için mikroorganizmaların DNA'sı ile etkileşime girebilir. Ayrıca düşük moleküler ağırlıklı bir kitosanın daha aktif antibakteriyel olduğu düşünülmektedir.

Kitosanın sadece asidik ortamda çözünmesi bir dezavantaj yaratabilmektedir. Kitosanın bir diğer önemli dezavantajı ise selüloz liflerine zayıf bağlanmasıdır ve bunun sonucunda tekrar tekrar yıkama ile lif yüzeyinden kademeli bir şekilde ayrılmasıdır. Kitosanın selüloz liflerine güçlü bir şekilde bağlanmasını sağlamak için çoğunlukla polikarboksilik asitler ve türevleri dahil olmak üzere çeşitli çapraz bağlama ajanları kullanılmaktadır. Bu işlem dayanıklılığı ve yıkama dayanımını büyük ölçüde artırmaktadır (Simoncic ve Tomsic 2010).

Yapılan bir arařtırmada, kitosanın tekstil ürünlerinde kullanılmak üzere daha verimli ve dayanıklı antibakteriyel aktivitesini geliřtirmek için, Cu, Zn ve Fe gibi metal iyonlarına sahip kitosan-metal kompleksleri üzerinde incelemeler yapılmıř ve komplekslerin Gram-pozitif bakterilere (*S. aureus* ve *S. epidermidis*), iki Gram-negatif bakteriye (*E. coli* ve *P. aeruginosa*) ve iki mantara (*Candida albicans* ve *Candida parapsilosis*) karřı geniř bir antibakteriyel ve antifungal aktivite gösterdiđi saptanmıřtır (Morais ve diđ. 2016).

#### 1.4.4 Triklosan

Halojenlenmiř fenoller arasında triklosan, en yaygın kullanılan biyosittir ve bařta antibakteriyel tekstil ürünleri olmak üzere çeřitli endüstrilerde geniř kullanım alanına sahiptir. Triklosanın kimyasal yapısı Őekil 1.5'te gösterilmektedir.



Őekil 1.5: Triklosanın kimyasal yapısı (Allmyr ve diđ. 2006)

Triklosan, antibiyotiđe dirençli bakteriler de dahil olmak üzere birçok mikroorganizmaya karřı çok etkili bir antibakteriyel ajandır (Simoncic ve Tomsic 2010).

Elveriřli güvenlik profilinden dolayı uzun yıllardır çeřitli dermatolojik preparatlarda ve oral hijyen ürünlerinde triklosan kullanılmaktadır. Toksikoloji çalıřmalarından elde edilen sonuçlar, triklosanın ve metabolitlerinin insanlar dahil çeřitli türler tarafından iyi tolere edildiđini göstermektedir. Triklosan kanserojen, mutajen veya teratojen deđildir ve antibakteriyel çalıřmalarda güvenli olduđu görölmüřtür (Sharma ve diđ. 2003).

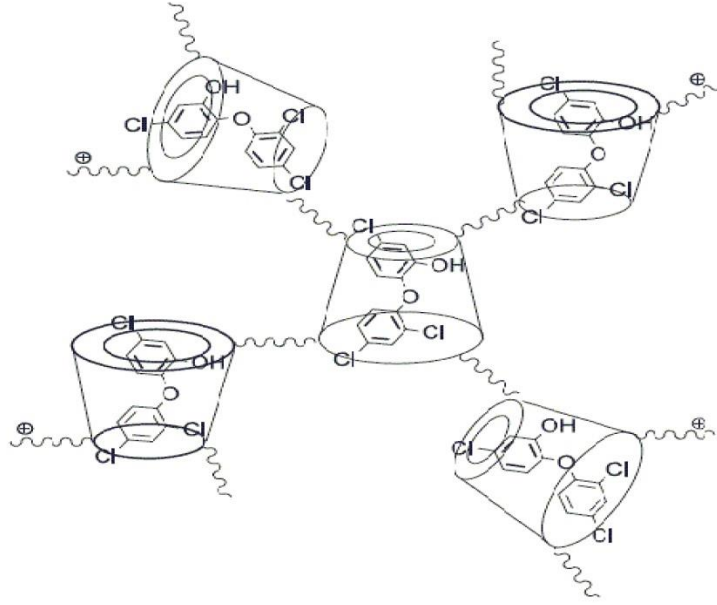
Triklosan çoğu katyonik biyositin aksine, yıkama dayanıklılığını artıran, çözeltilerde iyonize edilmeyen, kokusuz, klorlu bir bisfenoldür. Gram negatif ve gram pozitif bakterilere karşı geniş bir etki alanına sahip olmasının yanı sıra, aynı zamanda bazı antifungal ve antiviral özellikler de sunmaktadır. Bu antibakteriyel ajan temel olarak, hücre zarlarının bütünlüğünü etkileyen fosfolipitler, lipopolisakkaritler ve lipoproteinler gibi lipit biyosentezini bloke ederek etki göstermektedir.

Triklosan esas olarak poliester, poliamid, polipropilen, selüloz asetat ve akrilik liflerle birlikte kullanılmaktadır (Morais ve diğ. 2016).

Triklosan, kontrollü salım modeli ile çalışmakta ve bir öldürme alanı veya inhibisyon bölgesi sağlamaktadır. Bu inhibisyon bölgesi, antibakteriyel ajanın içine sızdığı veya hareket ettiği, mikroorganizmaları öldürdüğü veya inhibe ettiği kumaşın etrafındaki alandır. Triklosan ile bitmiş kumaşların antibakteriyel testlerin durumuna bakıldığında, triklosanın tüm numunelerde daha iyi aktivite gösterdiği açıkça görülmektedir. Ayrıca işlem görmemiş kumaşın antibakteriyel özelliği, triklosan ile işlem görmesinden sonra önemli ölçüde iyileşmektedir. Triklosan, prokaryotik ve ökaryotik hücrelere karşı farmakolojik etkiler göstermekte, özellikle prokaryotlara karşı, çok düşük bir konsantrasyonda bile geniş spektrumlu bir antibakteriyel aktivite sergilemektedir.

Triklosan, sabunlar, losyonlar, kremler, diş macunları, gargaralar ve deodorantlar dahil olmak üzere birçok tüketici ve profesyonel sağlık ve kozmetik ürünlerinde kullanılmakta ve ayrıca kumaş ve plastiklere de dahil edilebilmektedir (Orhan ve diğ. 2007).

Şekil 1.6'da  $\beta$ -siklodekstrin ile inklüzyon kompleksi oluşturan triklosan moleküllerinin kompleksleşme görseli yer almaktadır.



**Şekil 1.6:**  $\beta$ -siklodekstrin / triklosan kompleksinin şematik gösterimi (Fouda 2012)

Triklosanın yüzeylere güçlü bağlanması daha etkili olabilmesi için önemlidir. Bu nedenle triklosan, selüloz liflerine çapraz bağlama maddeleri olarak polikarboksilik asitlerle kombinasyon halinde uygulanabilmektedir. Ayrıca, polikarboksilik asitin triklosan ile birlikte uygulanması, antibakteriyel etkinin yıkama dayanımını da artırmaktadır (Fouda 2012).

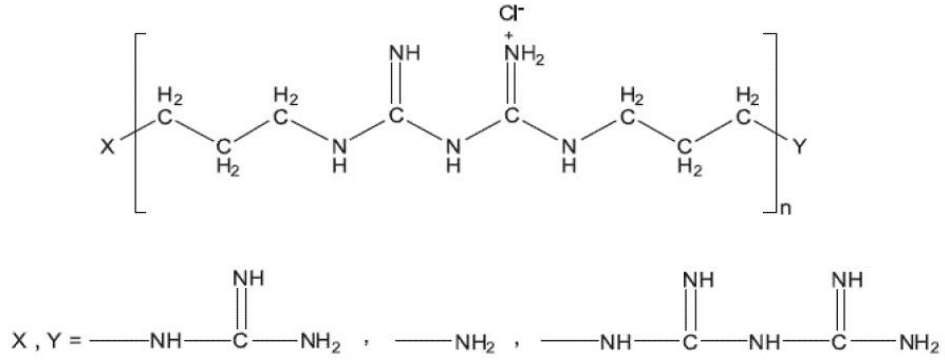
## 1.4.5 Diğer Bileşikler

### 1.4.5.1 Polibiguanidler

Polibiguanidler aynı veya farklı uzunluktaki hidrokarbon zincir bağlayıcıları ile ayrılmış katyonik biguanid birimlerini içeren polimerik aminlerdir. Bunlar arasında en önemli antibakteriyel ajanlardan biri, ortalama 11 biguanid birimi olan poliheksametilen biguanid (PHMB)'dir. PHMB, karşılık gelen monomerik veya dimerik biguanidlerden çok daha büyük antibakteriyel aktivite sergilemektedir. PHMB, tıpta antiseptik bir ajan olarak, özellikle antibiyotiğe dirençli bakterilerin yara enfeksiyonunu önlemek için yaygın olarak kullanılmaktadır. Yüksek biyosidal

aktivitesi ve düşük toksisitesi nedeniyle tekstil endüstrisinde özellikle selüloz liflerine katılarak antibakteriyel bitim işlemlerinde kullanılmaktadır (Fouda 2012).

Şekil 1.7’de poliheksametilen biguanid moleküllerinin kimyasal yapısı gösterilmektedir.



**Şekil 1.7:** PHMB'nin kimyasal yapısı (Fouda 2012)

Polibiguanidler, düşük toksisiteye sahip, güçlü ve geniş spektrumlu bir antibakteriyel ajanlar olmaları sayesinde gıda endüstrisinde, yüzme havuzlarının temizliğinde, deodorantlar, böcek kovucuları ve gargaralarda dezenfektan olarak başarıyla kullanılmaktadır. Tekstil endüstrisinde de yara örtüleri içerisinde biyosit olarak uygulanmaktadır.

PHMB, hücre zarının bütünlüğünü bozmakta ve artan polimerizasyon seviyeleri ile ağırlık bazında aktivitesi daha da artmaktadır. Bugüne kadar PHMB'ye karşı bakteriyel direnç nadir olarak görülmüştür.

Katyonik yapısından dolayı, PHMB'nin pamuğa bağlanmasının, hidrojen bağlanmasının yanı sıra iyonik olduğu düşünülmektedir. Kimyasal terbiye işleminden kaynaklanan pamuklu kumaşlardaki karboksil grupları bu etkileşimlerde etkin rol oynamaktadır (Gao ve Cranston 2008; Tessier 2013).



### 1.4.5.2 N-Halaminler

N-halaminler, heterosiklik azot (N) ve bir halojen arasında oluşturulmuş bir veya iki kovalent bağ içeren bileşiklerdir. Buradaki halojen genellikle klor (Cl)'dur. Seyreltik sodyum hipoklorit içindeki amin, amid veya imid gruplarının klorlanması ile farklı stabiliteye sahip N-Cl bağları oluşabilmektedir. N-halaminler, mikroorganizmalara karşı geniş spektrumlu bir etkin madde içermektedir. Antibakteriyel özellikleri, hidrojen (H)'in, N-Cl bağındaki Cl iyonlarının su etkisiyle elektrofilik değişim transferine dayanmaktadır. Bu reaksiyon Cl iyonunun N-Cl bileşiğinden ayrılarak hidrojen (H) iyonu ile yer değiştirmesiyle gerçekleşmekte ve sonuç olarak serbest kalan Cl iyonları mikroorganizmaları yok etmektedir (Simoncic ve Tomsic 2010).

N-halaminler, selüloz, poliamid ve poliester lifleri dahil olmak üzere çeşitli tekstil yüzeylerine uygulanabilmektedir. Antibakteriyel etkilerini görmek ve antibakteriyel yüzeyin dayanıklılığını artırmak için yapılan bir araştırmada, selüloza polimerize olabilen bir vinil reaktif grup ile N-halamid monomerlerinin sentezi üzerine çalışmalar yapılmış ve liflerin yıkamadan sonra hala çok iyi antibakteriyel etkiye sahip olduğu gözlemlenmiştir (Fouda 2012).

## 1.5 Antibakteriyel Özelliğin Test Ölçüm Metotları

Antibakteriyel tekstillerin etkinliğini belirlemek için bir takım test yöntemleri geliştirilmektedir. Bu yöntemler kantitatif analiz yöntemi ve kalitatif analiz yöntemi olmak üzere genellikle iki kategoriye ayrılmaktadır. Bunlara sırasıyla süspansiyon testi ve agar difüzyon testi de denilmektedir. Bu testlerde genellikle Gram pozitif bakteri olan *S. aureus* ve Gram negatif bakteri olan *K. pneumoniae* bakteri türleri kullanılmaktadır. Bu bakterilere ek olarak da Gram negatif bakteri olan *E. coli* bakterileri sağlık açısından daha elverişli olması nedeniyle tercih edilebilmektedir (Altınay 2017).

Kalitatif ve kantitatif test yöntemleri aşağıdaki Tablo 1.9’da gösterilmektedir

**Tablo 1.9:** Kalitatif ve kantitatif antibakteriyel test yöntemleri (Balcı 2006)

<b>Kalitatif (Nitel) Yöntem</b>	<b>Kantitatif (Nitel) Yöntem</b>
AATCC 147-1998 (Antibakteriyel)	AATCC 100 (Newyork City Protokolü) (Antibakteriyel)
AATCC 30-1998 (Antifungal)	ASTM E2149-01 (Antibakteriyel, Antifungal)
NCCLS M100-S9:1999 (Disk Difüzyon Metodu) (Antibakteriyel, Antifungal)	

Tekstil ürünlerinin antibakteriyel etkinliğinin belirlenmesi için birçok farklı test standartları kullanılmaktadır.

Çeşitli ülkelerin tekstil ürünlerinde antibakteriyel etkinlik özelliğini belirlemek için kullandıkları standartlar Tablo 1.10’da gösterilmektedir.

**Tablo 1.10:** Antibakteriyel etkinlik test yöntemleri (Palamutçu ve diğ. 2009<sup>b</sup>)

<b>Standart No</b>	<b>Standardın Orijinal İsmi</b>
SN 195920-1992	Textile fabrics: Determination of the antibacterial activity: Agar diffusion plate test
SN 195921-1992	Textile fabrics: Determination of the antimycotic activity: Agar diffusion plate test
AATCC 30-1993	Antifungal activity, assessment of textile materials: Mildew and rot resistance of textile materials
AATCC 147-1993	Antibacterial finishes on textile materials: assessment of textile materials: parallel streak method
AATCC 90-1982	Antibacterial activity of fabrics, detection of: Agar plate method
AATCC 174-1993	Antimicrobial activity assessment of carpets
JIS L 1902-1998	Testing method for antibacterial of textiles
AATCC 100-1993	Antibacterial finishes on textile materials: assessment of textile materials: parallel streak method
SN 195924-1983	Textile fabrics: Determination of the antibacterial activity: Germ count method
XP G39-010-2000	Properties of textiles-Textiles and polimeric surfaces having antibacterial properties. Characterization and measurement of antibacterial activity
JIS Z 2911-1992	Methods of test for fungus resistance
ISO 846-1997	Plastics-Evaluation of the action of microorganisms
ISO 11721-1-2001	Textiles-Determination of resistance of cellulose containing
ASTM E2149-01	Standard Test Method for Determining the Antimicrobial Activity of Immobilized Antimicrobial Agents Under Dynamic Contact Conditions
ISO 20743	Textiles-Determination of The Antibacterial Activity of Antibacterial Finished Products

Bu yöntemlerin arasından en yaygın olarak kullanılanları AATCC 147 kalitatif (agar difüzyon) yöntemi ve AATCC 100 kantitatif (süspansiyon) analiz yöntemidir. Uluslararası alanda tekstil ürünlerinde antibakteriyel etkinliğin belirlenmesi için kabul

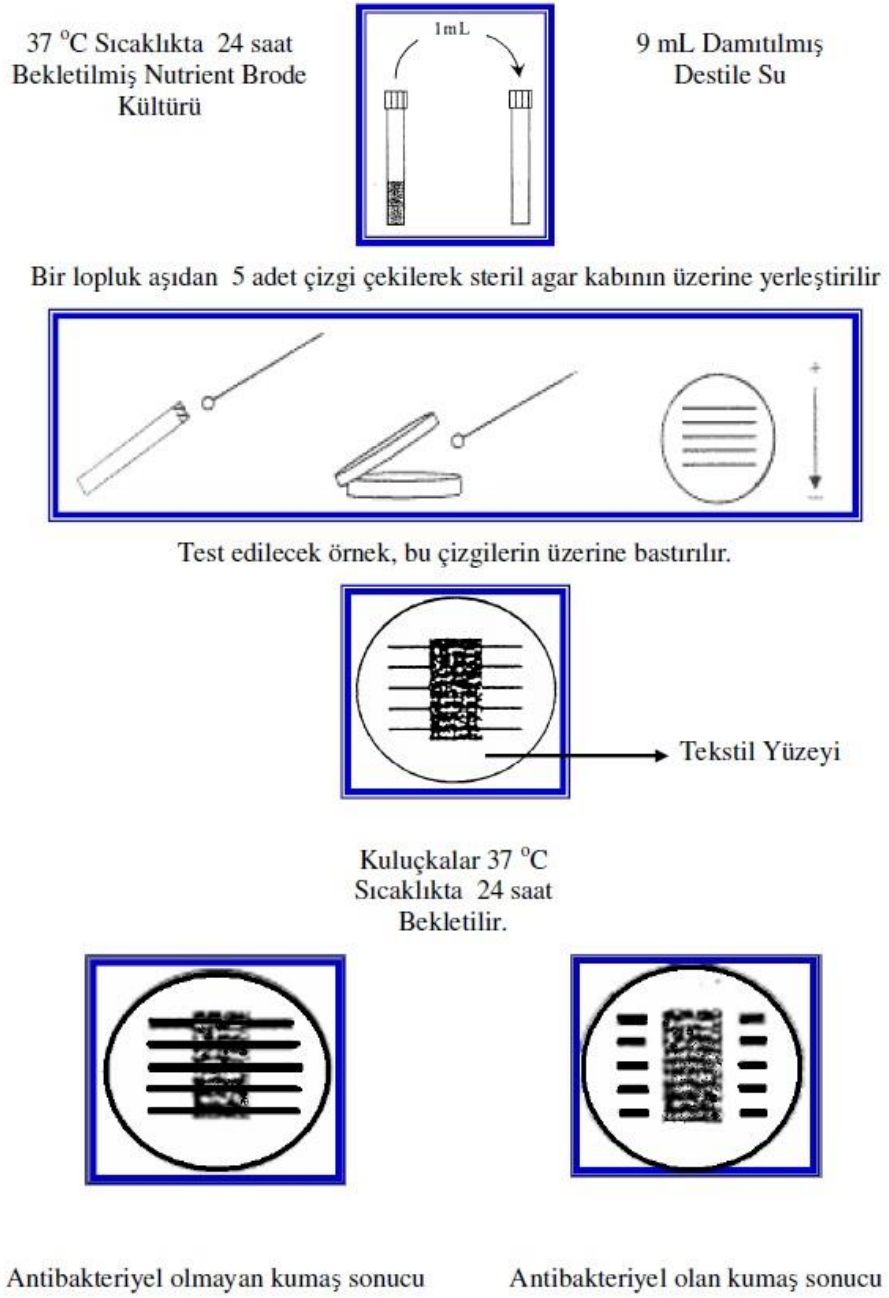
görmüş olan standart ISO 20743 standardıdır. Bu standart, mevcut yöntemlerin ve standartların yetersiz kaldığı durumlarda kullanılan standarttır (Palamutçu ve diğ. 2009<sup>a</sup>).

### 1.5.1 AATCC 147 Antibakteriyel Test Metodu

Bu test metodunun diğeri adı agar difüzyon testidir ve diğeri test metodlarına göre daha basit bir yöntemdir. Bu yöntem kullanılarak yapılan testlerde kalitatif yani nitel sonuçlara ulaşılmaktadır. Bu testin prensibi bitim işlemi uygulanmış kumaşlar ile bitim işlemi uygulanmamış kumaşların antibakteriyel aktivitelerinin kıyaslanmasına dayanmaktadır. Bu test yöntemi, çeşitli tekstil numunelerinin antibakteriyel etkisinin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. Gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı antibakteriyel aktivitenin kısa süre içerisinde belirlenmesi için kullanılan etkili bir yöntem olsa da kantitatif (nicel) olarak antibakteriyel etkinin belirlenmesinde yetersiz kalmaktadır (Altınay 2017).

Bu test yönteminin uygulanmasında gram pozitif *S. aureus* bakterisi ve gram negatif *K. pneumoniae* bakterileri ile hazırlanan bakteri konsantrasyonu, içerisinde agar plakaları bulunan bir kaba paralel çizgiler halinde aşılacaktır. Antibakteriyel etkisi ölçülmek istenen kumaş 25 mm x 50 mm ebatlarında kesilerek, bakteri kolonileri ile temas edecek şekilde bu plakaya yerleştirilmektedir. Plaka daha sonra bakterilerin rahatça üreyebilmeleri için 37 °C'de 24 sa bekletilmekte, 24 sa sonunda plakada bulunan kumaşın hemen altında ve kenarlarında bir inhibisyon bölgesi oluşup oluşmadığı incelenmektedir. Doğrudan kumaş numunesinin altında bakteri üremesi olmaması, antibakteriyel aktivitenin varlığını göstermektedir. Eğer kumaşta bulunan antibakteriyel ajan agarın içine yayılabilirse, bir inhibisyon bölgesi görünür hale gelmekte ve bu inhibisyon bölgesinin büyüklüğü / çapı, antibakteriyel etkinin kuvvetinin veya aktif ajanın salım hızının bir göstergesi olarak kabul edilmektedir (Gao ve Cranston 2008).

Bu test yönteminin uygulama şeması Şekil 1.8'de kısaca özetlenmektedir;



**Şekil 1.8:** AATCC 147 test standardı uygulama şeması (Altınok 2008)

Ancak bu test metodu, kumaşın bakterilere karşı hangi miktarda etkili olduğunu göstermekte yetersiz kalmaktadır. Antibakteriyel etkinin daha iyi anlaşılabilmesi adına önce AATCC 147 yöntemi uygulanıp, antibakteriyel aktivitenin varlığı nitel olarak gözlemlendikten sonra, antibakteriyel aktivitenin hangi oranda

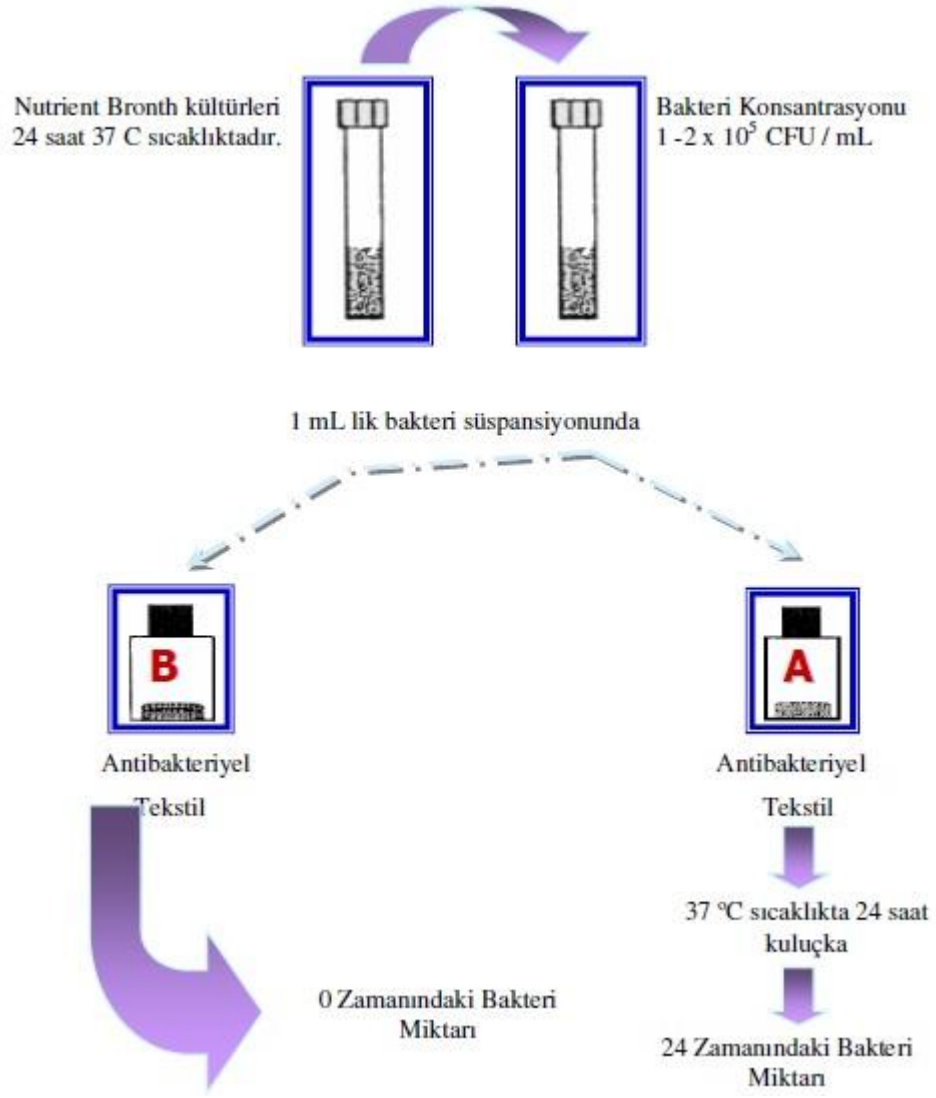
etkin olduğunu belirlemek için AATCC 100 test metodunu uygulamak gerekmektedir (Altınok 2008).

### **1.5.2 AATCC 100 Antibakteriyel Test Metodu**

Bu test metodu süspansiyon test metodu olarak da bilinmektedir. Süspansiyon test metodu AATCC 100-2004, JIS L 1902-2002 ve SN 195924-1992 standartlarına dayalı bir testtir. Bu test metodu, antibakteriyel işlemlerde kantitatif değerler sağlamaktadır. Ancak agar difüzyon testlerinden daha fazla zaman almaktadır. Ayrıca pahalı bir test yöntemidir. Bu test metodu, antibakteriyel bitim işlemi yapılmış iki kumaş numunesi üzerindeki bakteri miktarlarını oranlamaya ve bakteri miktarlarını saymaya dayanan bir yöntemdir (Fouda 2012).

Bu test yönteminin uygulanmasında 24 mm yarıçaplı olan ve antibakteriyel bitim işlemi uygulanmış iki adet numune test kumaşı kullanılmaktadır. Kumaşlar, gram pozitif ve gram negatif bakteri içeren 1 ml'lik çözeltiliye batırılmaktadır. Bakterilerin emdirildiği kumaş numunelerinden bir tanesine hiç bekletilmeden, hemen 100 ml steril destile su eklenerek 1 dk boyunca çalkalanmaktadır. Bakteri konsantrasyonunun sıvıya geçmesi sağlanmaktadır. Bu ilk kumaş numunesinden elde edilen sıvıdan 1 mikro litre alınarak petri kabına ekim yapılmakta ve ilk kumaş numunesinden bakteriler bu şekilde elde edilmektedir. Elde edilen bu bakteriye “0. temas süresi bakterisi”, bakteri sayısına ise “0. temas süresi bakteri sayısı” denilmektedir. Diğer bakteri emdirilmiş kumaş numunesi ise 37 °C’de 24 sa etüvde bekletilmektedir. 24 sa sürenin sonunda etüvden çıkarılan kumaş numunesine de ilk numunede olduğu gibi sırasıyla aynı işlemler uygulanmaktadır. İkinci numune de 100 ml steril destile su ilave edilerek 1 dk boyunca çalkalanmaktadır. Bakterilerin sıvıya geçmesi sağlanmakta, bu sıvıdan 1 mikro litrelik sıvı alınarak petri kabına ekim yapılmakta ve ikinci numuneden de bakteriler elde edilmektedir. Elde edilen bu bakteriye “24. temas süresi bakterisi” ve bu bakterilerin sayısına ise “24. temas süresi bakteri sayısı” denilmektedir. İlk numunedeki bakteri sayısının, ikinci numunedeki bakteri sayısına oranından hareketle bakterilerdeki azalma miktarı % değer olarak tespit edilmektedir.

Bu test standardına ait uygulama şeması Şekil 1.9’da gösterilmektedir.



**Şekil 1.9:** AATCC 100 test standardı uygulama şeması (Altınok 2008)

Bu çalışma sonucunda bakterilerdeki % azalma değeri aşağıdaki denklemde verilen (1.1) eşitlik ile hesaplanmaktadır;

$$\% \text{ Azalma} = \frac{B-A}{B} \times 100 \quad (1.1)$$

Bu denklemde;

A: 24. temas süresi sonunda üreyen bakteri sayısı (İkinci numune)

B: 0. temas süresi sonunda üreyen bakteri sayısı (İlk numune) (Altınok 2008).

### 1.5.3 AATCC 30 Antifungal Test Metodu

Antifungal madde ile işlem görmüş tekstil materyalinin, *Chaetomium globosum*, *Aspergillus niger* gibi çeşitli fungal organizması kullanılarak antifungal aktivitesinin değerlendirilmesi esasına dayanmaktadır. Test, fungi organizmalarının en kolay ve maksimum seviyede çoğalabildikleri optimum ortam koşulları altında gerçekleştirilmektedir (Balcı 2006).

Bu test metodunun uygulanmasında 4 farklı yöntem mevcuttur. Bunlardan;

1. metot toprağa gömme yöntemidir. 4 cm x 15 cm ebatlarındaki test numunesi, fungi içeren bir toprakta 28 °C’de 2-16 hafta kadar süre ile bekletilmektedir.

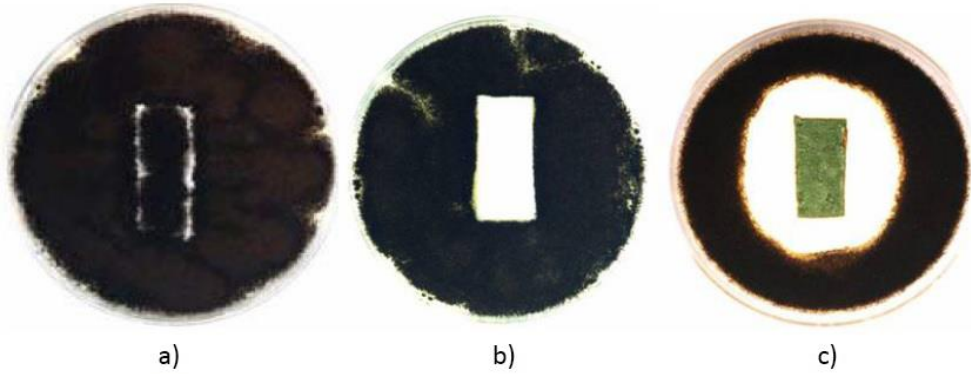
2. metotta ise 4 cm çapında dairesel veya 4 cm x 15 cm ebatlarında numune *Chaetomium globosum* fungi çözeltisine daldırılmakta ve standart agar plakaları içeren kaplarda bekletilmektedir.

3. metot ise 2. metoda benzerdir. Yalnız çözeltide kullanılan *Chaetomium globosum* fungi yerine *Aspergillus niger* fungidir.

4. metot ise doymuş atmosferde bekletme yöntemidir. 25 mm x 76 mm ebadındaki test numunesi, 3 farklı fungi türü içeren bir çözeltiye daldırıldıktan sonra yüksek nem içeren bir kapaklı tüp içerisinde 14-28 gün kadar bekletilmektedir. Süreç sonunda fungal çoğalma gözle analiz edilmekte ve “çoğalma yok”, “mikro ölçüde çoğalma” veya makro ölçüde çoğalma” şeklinde değerlendirilmektedir (Ünal 2009).



Aşağıda Şekil 1.10'da 2. veya 3. metotta uygulandığı gibi agar plakalarına yerleştirilen antifungal kumaşın etkisini gösteren görseller yer almaktadır.



**Şekil 1.10:** Antifungal testinde kullanılan numune görselleri a) etkisiz ajan, b) yetersiz ajan c) yeterli ajan (Balcı 2006)

Şekil 1.10 a) kumaşın antifungal ajan ile işlem görmediği ya da az işlem gördüğü anlaşılmaktadır. İşlem görmemiş kumaş üzerinde ve plakada küflenme meydana gelmektedir.

Şekil 1.10 b) kumaş üzerinde yeteri kadar antifungal ajan olmadığı görülmektedir. Antibakteriyel etkinin oluştuğu alan sınırlıdır.

Şekil 1.10 c) antifungal ajan ile etkili bir şekilde işlem görmüş olan kumaşın üzerinde ve etrafında inhibisyon bölgesi oluştuğu görülmektedir (Balcı 2006).

#### **1.5.4 ASTM E2149-01 Antibakteriyel Test Metodu**

Bu standartta AATCC 100 standardında olduğu gibi antibakteriyel aktivite, çözeltilerde yaşayan mikroorganizma sayısına ve oranlamaya göre değerlendirilmektedir. Bu test yöntemi, antibakteriyel ürünlerle işlem görmüş kumaşın, dinamik koşullar altında mikropların büyümesine karşı gösterdikleri dirençleri ölçmek için tasarlanmıştır (Palamutcu ve diğ. 2009<sup>a</sup>).

Bu test yönteminin uygulanması için aynı özelliklere sahip iki adet test numunesi gerekmektedir. Bakteri konsantrasyonu çözeltilisine her iki numune de

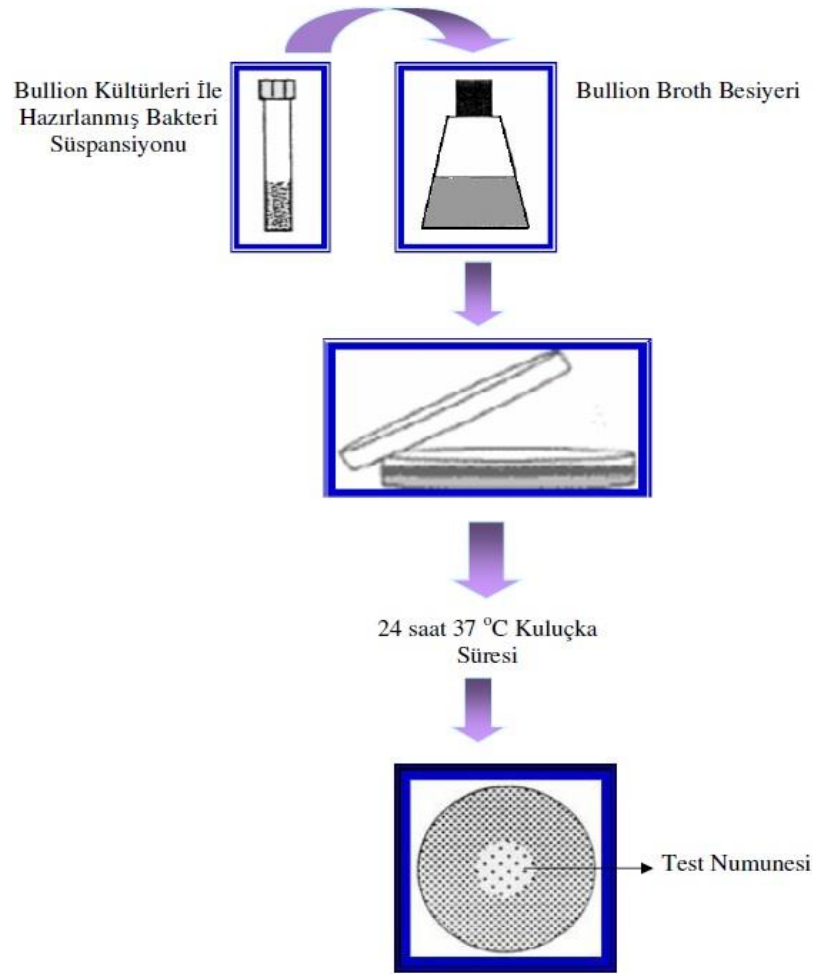
daldırılmaktadır. İlk numune daldırılma işleminden sonra hemen çıkarılırken, diğer numune çözelti içerisinde tutularak 1 sa boyunca çalkalanmaktadır. Bu testin daldırılıp çıkarılan ilk numune üzerinde bulunan bakteri sayıları ile çözültide 1 sa çalkalama işlemine maruz bırakılan ikinci numune üzerindeki bakteri sayıları oranlanmaktadır. 1 sa çalkalama sonunda bakteriler ile test numunesi kumaş arasında iyi bir temas gerçekleşmiş olmaktadır. Elde edilen oranın azalma yönünde olması, 1 sa çalkalama işleminin çözelti içindeki bakteri sayısında azalmaya neden olduğunu göstermektedir. İlk numune üzerindeki ortalama bakteri miktarı ile çalkalama işleminden geçmiş ikinci numune üzerindeki ortalama bakteri miktarı oranlanmaktadır (Paladini ve diğ. 2015).

### **1.5.5 JIS 1902 Antibakteriyel Test Metodu**

Bu test metodu AATCC 147 ile benzerlik göstermektedir. Fakat AATCC testlerinin gerçekleştirilebilmesi için örme ya da dokuma bir tekstil kumaşına ihtiyaç duyulurken, Japon Standartları Enstitüsünce geliştirilmiş bu test yöntemine göre kumaşa gereksinim yoktur ve liflerin antibakteriyel aktiviteleri direkt olarak tespit edilebilmektedir.

Bu test metodunun uygulanmasında hazırlanan bakteri konsantrasyonunun, AATCC 147 yönteminden farklı olarak petri kabına aşılacak şekilde homojen bir şekilde dağılması sağlanmakta ve homojen bir şekilde dağıldıktan sonra katılaşması için beklenmektedir. Katılaşma işlemi gerçekleştikten sonra, 1 g ağırlığında elyaf alınarak, 24 mm çapında dokusuz yüzey haline getirilmekte ve bakteri aşılacak petri kabının üzerine konulmaktadır. Sonrasında 24 sa 37 °C'de etüvde beklemeye bırakılmaktadır. 24 sa sürenin ardından tekstil yüzeyi üzerinde bakteri bulunmuyorsa tekstil yüzeyinin antibakteriyel aktivite sergilemiş olduğu anlaşılmaktadır.

Bu test standardına ait uygulama şeması Şekil 1.11’de gösterilmektedir.



**Şekil 1.11:** JIS 1902 test standardı uygulama şeması (Altınok 2008)

Bu test yöntemi ile AATCC 147 test yöntemi arasında iki temel fark mevcuttur;

1. AATCC 147 test yönteminde, testin uygulanacağı belirli ebatlarda, örme ya da dokuma numune kumaş numunesinin olması gerekirken, Japon test standartında ise dokuma ya da örme kumaş numunesinin yanı sıra elyaf halindeki tekstillerin de antibakteriyel testi yapılabilir.
2. AATCC 147 test yönteminde bakteri konsantrasyonu petri kabına çizgiler halinde aşılacaktır ve numune kumaş bu bakteri çizgilerinin üzerine konduktan sonra etüve kaldırılmaktadır. Bu standartta ise bakteriler, petri kabının içerisine homojen bir şekilde dağıtılarak konmaktadır (Altınok 2008).

### **1.5.6 ISO 20743 Antibakteriyel Test Metodu**

ISO 20743 Uluslararası Standart Organizasyonu ISO tarafından 2007 yılı Haziran ayında yürürlüğe konan bir antibakteriyel test ölçüm yöntemidir. Bu yöntemde göre antibakteriyel bitim işlemi görmüş olan tekstil materyallerinde (kumaş, dolgu malzemesi, iplik ve dokusuz yüzeyler dahil) nicel olarak antibakteriyel etkinlik belirlenmektedir.

Bu yöntemin uygulanmasında, tekstil materyali üzerindeki antibakteriyel etkinliğin belirlenmesi için üç ayrı metot önerilmektedir.

- Absorbsiyon metodu: bakteri süspansiyonu numune üzerine doğrudan aktarılarak kumaşa emdirilmektedir.
- Transfer metodu: agar plakaları üzerine yerleştirilen bakteriler numune üzerine transfer edilmektedir.
- Baskı metodu: test edilecek bakteriler bir filtre üzerine aktarılmakta ve daha sonra numune üzerine baskı yöntemi ile aktarılmaktadır

Testlerde kullanılan mikro organizmalar *Staphylococcus aureus* ve *Klebsiella pneumoniae* olarak tanımlanmaktadır (Palamutcu ve diğ. 2009<sup>a</sup>).

## **1.6 Siklodekstrinler Hakkında Genel Bilgi**

### **1.6.1 Siklodekstrinlerin Tarihi**

Siklodekstrinler üzerine ilk temel inceleme, 1957'de Fransızlar tarafından yapılmıştır. 1965 yılında Thoma ve Stewart tarafından yapılan bir monografi, 1968'de Sezar tarafından takip edilmiştir. 1960'lı yılların sonunda, siklodekstrinlerin laboratuvar ölçeğinde hazırlanmasına yönelik yöntemler, kimyasal yapıları, fiziksel ve kimyasal özellikleri ile kompleks oluşturucu özellikleri açıklanmıştır. Yeterli toksikolojik çalışmalar siklodekstrinlere atfedilen herhangi bir toksisitenin olmadığını kanıtlamıştır.

Eskiden beri bilinmekte olan siklodekstrinlerin önemleri ve kullanımları özellikle son 25 yılda daha iyi anlaşılmıştır. Farmasötik teknolojide kullanımları ise gün geçtikçe artmakta ve bu konu ile ilgili çok sayıda araştırma yapılmaktadır.

1970'li yıllarda siklodekstrin ve türevleri nadir üretilirken ve 1 kg  $\beta$ -siklodekstrin fiyatı 2000 \$ civarındayken, 30 yıl sonra dünya genelinde yarım düzineden fazla şirket siklodekstrin üretir duruma gelmiştir. Toplam ürettikleri siklodekstrin ürünü yılda 10.000 tondan fazladır. Günümüzde  $\beta$ -siklodekstrin fiyatı yüz dolar / kg civarındadır.

Son yıllarda ise Amerika Birleşik Devletleri, Almanya, Japonya, Macaristan ve Fransa gibi ülkelerde siklodekstrin üretim fabrikaları kurulmuş ve üretim miktarları yıldan yıla artmaktadır (Çelebi 1987; Szejtli 2004).

### 1.6.2 Siklodekstrinlerin Eldesi

Siklodekstrinler, nişastanın basit bir fermantasyonu ile elde edilmektedirler. Öncelikle *Bacillus macerans*, *Klebsiella pneumonia* veya *Alcalophile bacillus* mikroorganizmalarından siklodekstrin transglikozilaz (CTG) enzimi üretilmektedir. Kültür ortamının hücre içermeyen filtratı ham olarak enzimi içermekte olup, daha sonra konsantre edilerek saflaştırılmaktadır.

Elde edilme yöntemleri kademeli olarak aşağıda anlatılmaktadır;

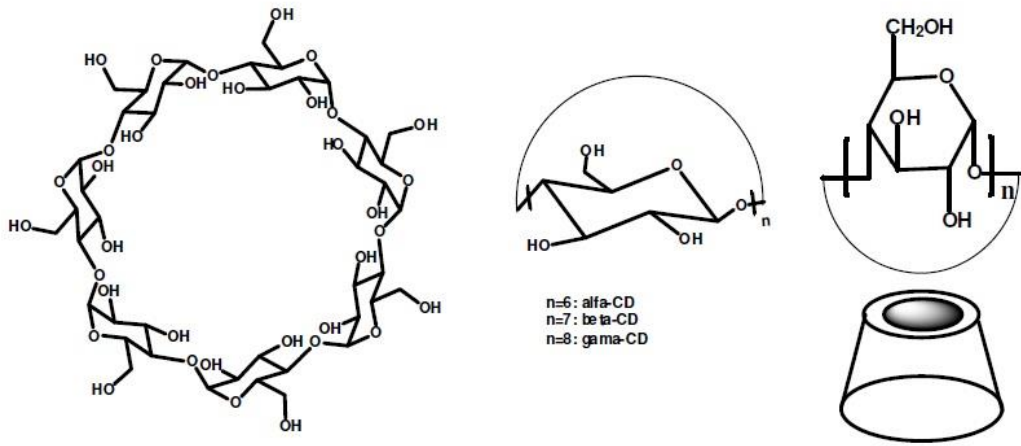
- Siklodekstrin transglikozilaz (CTG) enzimi üreten mikroorganizma kültürlerinin hazırlanması,
- Üretilen enzimin ayrıştırılması, saflaştırılması ve konsantrasyonunun saptanması
- Hidroliz olmuş nişastanın enzimatik dönüşümünün sağlanması
- Nişastadan siklodekstrinlerin ayrılması, saflaştırılması ve kristalizasyonu

Hidrolize olmuş nişastanın bu CTG enzimi ile parçalanması sonucunda  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ -siklodekstrinler ve asiklik dekstrinlerin bir karışımı meydana gelmektedir. Nişastanın enzimatik degradasyonu ile oluşan siklik ve asiklik ürünler değişik yöntemlerle birbirlerinden ayrılmaktadırlar (Çelebi 1987; Taneri 2004).

## 1.6.3 Siklodekstrinlerin Moleküler Yapısı ve Özellikleri

### 1.6.3.1 Siklodekstrinlerin Moleküler Yapısı

Siklodekstrinler (CD),  $\alpha$ -1,4 glikopiranoz bağlarla bağlanmış glikoz birimlerinden oluşan, nişastanın siklodekstrin glukanotransferaz enzimiyle hidrolizi sonucunda meydana gelen oligosakkaritlerdir. Siklodekstrinler, tepesi kesilmiş bir koni görünümündedir ve halkalı bir yapıya sahiptir. C<sub>6</sub> karbon atomunun C<sub>2</sub> ve C<sub>3</sub> hidroksil gruplarına göre rotasyon yapabilmesinden ötürü siklodekstrin boşluğu alta doğru daralmaktadır. Bütün hidroksil grupları, bu halkanın alt ve üst kısmına yerleşmiş durumdadır ve siklodekstrin iç boşluğu sekonder C-H bağları nedeniyle hidrofobik karaktere sahiptir. Dış kısmı ise hidrofilik yapıdadır. Şekil 1.12'de siklodekstrinin kimyasal yapısı gösterilmektedir.

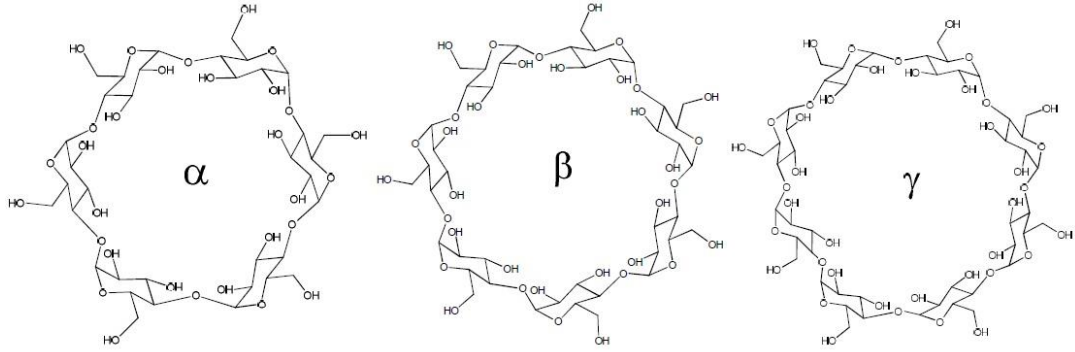


Şekil 1.12: Siklodekstrinin kimyasal yapısı (Arslan 2012)

Siklodekstrinlerin, glikopiranoz bağlarının sayısına göre, alfa ( $\alpha$ ) siklodekstrin, beta ( $\beta$ ) siklodekstrin ve gama ( $\gamma$ ) siklodekstrin olmak üzere üç türü vardır.  $\alpha$ -siklodekstrin 6,  $\beta$ -siklodekstrin 7 ve  $\gamma$ -siklodekstrin 8 adet  $\alpha$ -1,4-glikopiranoz bağlarından oluşmaktadır ve her siklodekstrin birimi, bir konuk misafir için konak olarak işlev görebilen bir oyuğa sahiptir. Teorik olarak sekizden fazla glikopiranoz bağ yapısına sahip siklodekstrinler üretmek de mümkündür. 10, 11, 12, 13 glikopiranoz bağ yapısına sahip  $\epsilon$ - (epsilon),  $\zeta$ - (zeta),  $\eta$ - (eta) ve  $\theta$ - (teta) siklodekstrinler de bilinmektedir. Fakat suda çözünürlüklerinin yüksek olması ve düşük kompleks

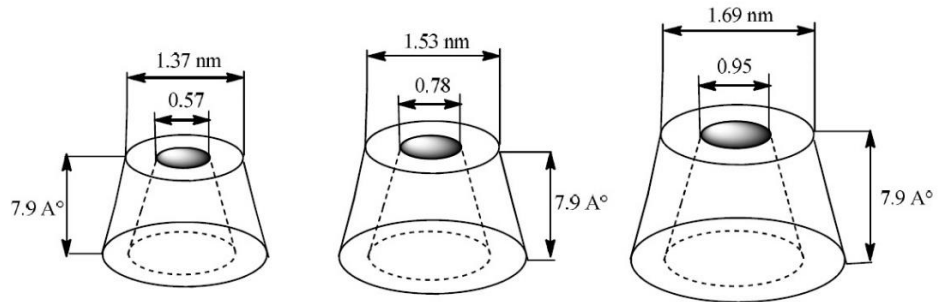
oluşturma yeteneklerine sahip olmaları gibi özellikleri sebebiyle fazla tercih edilmemektedirler.

Şekil 1.13'te  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$ -siklodekstrinlerin yapıları görülmektedir. Bu özellik, su gibi çözücüler içinde yüksek derecede hidrofobik moleküllerin çözündürülmesi ve dengelenmesi için faydalıdır. Bu gibi konuk-konak misafir komplekslerinin oluşumu sırasında hiçbir hidrojen bağı oluşmamakta veya kırılmamaktadır.



**Şekil 1.13:**  $\alpha$ -,  $\beta$ - ve  $\gamma$ -siklodekstrinlerin kimyasal yapıları (Arslan 2012)

Siklodekstrinlerin halkalarının dış yapısında bulunan hidroksil grupları bu bileşiğin sudaki çözünürlüğünden sorumludur. Siklodekstrinin iç kısmındaki hidrofobik boşluğun çaplarına  $4.7\text{-}5.3 \text{ \AA}$  ( $\alpha$ -CD),  $6.0\text{-}6.5 \text{ \AA}$  ( $\beta$ -CD) ve  $7.5\text{-}8.3 \text{ \AA}$  ( $\gamma$ -CD) bağlı olarak siklodekstrinler aromatik bileşiklerle veya çeşitli antibakteriyel ajanlarla inklüzyon kompleksi (konuk-konak yapı) oluşturabilmektedir. Şekil 1.14'te siklodekstrinlerin moleküler boyutları gösterilmektedir.

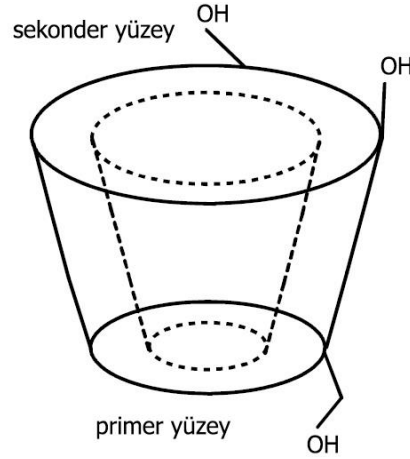


**Şekil 1.14:** Siklodekstrinlerin moleküler boyutları (Arslan 2012)

Doğal siklodekstrinlerin boyutları aynı iken boşluk çapları değişmektedir. Buna göre misafir molekül ile oluşturdukları inklüzyon komplekslerinin kapasitesi de

değişmektedir. İç boşluklara giren misafir molekülünün polimer büyüklüğü ile iç boşluk çap oranı, oluşan kompleksin sağlamlığı için son derece önemlidir.

Siklodekstrinlerin boşluklarının içi hidrojen atomları ve oksijen köprüleriyle kaplıdır. C<sub>1</sub> sandalye formu gösteren β-siklodekstrinin glukopiranoz ünitelerinin hidroksil grupları dış yüzeye hidrofilik bir özellik kazandırmaktadır. C<sub>2</sub> ve C<sub>3</sub>' e bağlı tüm sekonder hidroksil grupları, siklodekstrin boşluğunun geniş olan tarafında yer almaktadırlar.



**Şekil 1.15:** Siklodekstrin molekülünün üç boyutlu yapısı (Arslan 2012)

Şekil 1.15'te görüldüğü üzere C<sub>2</sub>'ye bağlı hidroksiller iç boşluğa doğru, C<sub>3</sub>'e bağlı hidroksiller ise iç boşluktan dışarı doğru yönelmişlerdir. C<sub>2</sub> ve C<sub>3</sub> atomlarındaki sekonder hidroksil grupları arasında hidrojen bağlarının bulunması ve boşluğun glikozidik oksijen köprüleri ile sıralanması sonucunda ise boşluk hidrofobik bir özellik kazanmaktadır. Bu özellikler siklodekstrinlere, boşluğuna uyum sağlayan misafir molekülleri çevreleyebilecek yapıyı kazandırmaktadır. Boşluğun daha dar olan kısmında bulunan C<sub>6</sub>'ya bağlı primer hidroksil grupları ise doğal siklodekstrinler için suda çözünürlük sağlamaktadır (Arslan 2012; Bhaskara-Amrit ve diğ. 2011; Çelen 2015; Taneri 2004).

### 1.6.3.2 Siklodekstrinlerin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Siklodekstrinler, beyaz renkli, kokusuz, tatlı, kristal toz yapısında olan ve nem çekmeyen maddelerdir. Ayrıca nişasta veya şeker kadar kararlı olup, bozulmadan

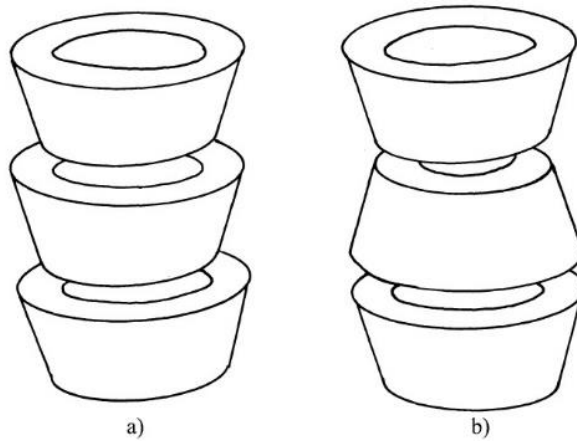


yıllarca saklanabilmektedirler. Sıklıkla kullanılan doğal siklodekstrinlerin fizikokimyasal özellikleri Tablo 1.11’de verilmiştir.

**Tablo 1.11:** Temel siklodekstrinlerin karakteristik özellikleri (Arslan 2012)

Özellikleri	$\alpha$ -CD	$\beta$ -CD	$\gamma$ -CD
Glikoz sayısı	6	7	8
Boşluk çapı (Å°)	5	6	8
Yükseklik (Å°)	7,9	7,9	7,9
Çap (Å°)	14,6	15,4	17,5
Yaklaşık boşluk hacmi (Å°)	174	262	427
Molekül ağırlığı	973	1135	1297
Sudaki çözünürlük (mg/10 ml)	14,5	1,85	23,2
Erime noktası (°C)	275	280	275
Kristal suyu % ağırlık	10,2	13,2 – 14,5	8,13 – 17,7

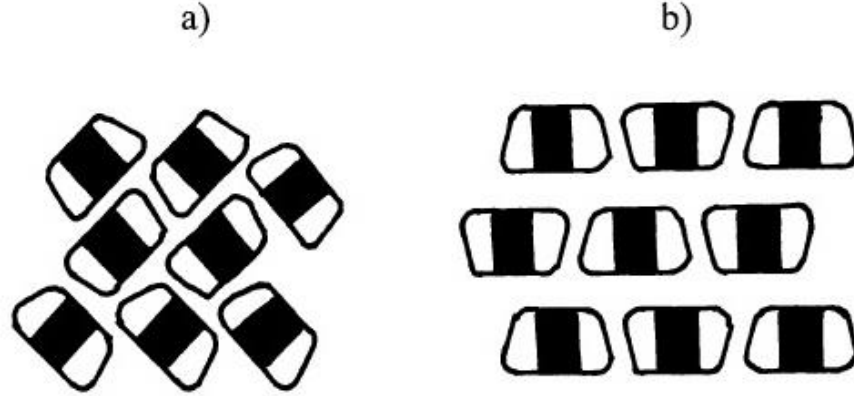
Siklodekstrinler kristal haldeyken kanal ve kafes formu olmak üzere iki farklı formda bulunmaktadır. Siklodekstrinler kanal formunda, kafa-kuyruk veya kafa-kafa formunda bulunurken, birbirleri üzerine dizilip, iç boşlukları kanal halini almaktadır. Kompleks oluşturacak olan misafir moleküller de bu kanal içerisine girmektedir. Şekil 1.16’da kafa-kafa ya da kafa-kuyruk formları görülmektedir.



**Şekil 1.16:** Siklodekstrinlerin formları a) kafa-kuyruk, b) kafa-kafa (Szejtli 2013)

Kafes formunda ise bir siklodekstrin molekülünün boşluğu her iki taraftan diğer siklodekstrinlerle kapatılmakta ve siklodekstrin molekülleri, çapraz veya briket duvar formu halinde bulunmaktadır (Arslan 2012).

Siklodekstrinlerin kafes formu Şekil 17’de gösterilmektedir.



**Şekil 1.17:** Siklodekstrinlerin formları a) çapraz form, b) duvar formu (Szejtli 2013)

Siklodekstrinlerin sabit bir erime noktaları bulunmamaktadır. Kristal yapılarına bağlı olarak  $\alpha$ -,  $\beta$ - ve  $\gamma$ -siklodekstrinlerin erime dereceleri, 240 °C ile 265 °C arasında değişebilmektedir. Bu yüksek sıcaklıklardaki bozunmalar, moleküldeki su miktarına, kristal yapılarına ve atmosferik koşullara bağlı olarak değişebilmektedir. Siklodekstrinlerin çözelti halindeki yapısal özellikleri ile kristal haldeki yapısal özellikleri hemen hemen aynıdır. Bu özellik ile birlikte primer ve sekonder hidroksil gruplarının suda çözünmüş veya kristal halde iken benzer özellik gösterdikleri anlaşılmaktadır. Siklodekstrinlerin sudaki çözünürlüklerinin birbirlerinden farklı olması, moleküler yapısında farklı hidroksil grupları barındırmalarından kaynaklanmaktadır.  $\alpha$ -siklodekstrin ve  $\gamma$ -siklodekstrinlerin sudaki çözünürlüğü,  $\beta$ -siklodekstrine göre sırasıyla 7 ve 14 kat daha yüksektir.  $\beta$ -siklodekstrinin molekül içindeki hidrojen bağları siklodekstrin molekülünün yapısını daha kararlı kılmakta ve siklodekstrin molekülünün sabit bir yapı almasına neden olmaktadır. Bu sebeple  $\beta$ -siklodekstrin, esnek olmayan bir yapıya sahiptir.  $\alpha$ -Siklodekstrindeki tamamlanmış olan hidrojen bağı köprüsü  $\beta$ -siklodekstrinde açık şekildedir.  $\beta$ -siklodekstrinde bulunan bu hidrojen bağları, siklodekstrin molekülünün su ile etkileşimini engelleyerek  $\beta$ -siklodekstrinin sudaki çözünürlüğünün düşük olmasına sebep olmaktadır.  $\gamma$ -siklodekstrin ise diğer siklodekstrinlere göre daha esnektir (Arslan

2012). Siklodekstrinlerin farklı sıcaklıkta sulardaki çözünürlükleri Tablo 1.12’de gösterilmektedir.

**Tablo 1.12:** Siklodekstrinlerin farklı sıcaklıkta sulardaki çözünürlükleri (Arslan 2012)

Sudaki Çözünürlük (mg CD/g su)			
T (°C)	$\alpha$ -CD	$\beta$ -CD	$\gamma$ -CD
20	90	16,4	185
25	127	18,8	256
30	165	22,8	320
35	204	28,3	390
40	242	34,3	460
45	285	44	585
50	347	52,7	-

$\alpha$ -,  $\beta$ - ve  $\gamma$ -siklodekstrinlerin nem kapasiteleri ise sırasıyla % 10.2, % 14.5 ve % 17.7’dir. Bu nem seviyeleri, yaklaşık olarak tipik bir nişastada bulunan nem seviyelerine karşılık gelmektedir. Siklodekstrinler, bu nem seviyelerinde dahi dökülebilir kuru toz halde kalabilmektedir.

Siklodekstrinler, asit hidrolizine karşı nişastadan daha fazla dirençlidir. Siklodekstrinler, tipik olarak zayıf asitler tarafından hidrolize edilememektedir. Ancak sülfürik veya hidroklorik asit gibi güçlü asitler siklodekstrinleri hidrolize edebilmektedir. Hidroliz oranı, sıcaklığa, konsantrasyona ve asit tipine bağlı olarak değişebilmektedir. Siklodekstrinler, bazlara karşı kararlıdır. Yapılan bir çalışmada, 6 sa boyunca 70 °C’de 0.35 N NaOH çözeltisinde siklodekstrinlerin saptanabilir hidrolizi görülmemiştir (Qi ve Sikorski 1999).

Siklodekstrinler, alkali çözeltilerde kararlıdır. Bununla birlikte, asit hidrolizine karşı hassastırlar. Siklodekstrinlerin kısmi asit hidrolizi, glikoz ve bir dizi asiklik maltosakkarit üretmektedir. Siklodekstrinlerin asit hidrolizine karşı stabilitesi, sıcaklığa ve asitlik derecesine bağlıdır. Normal deneysel koşullar altında (pH 3.5’ten yüksek ve 60 °C’den düşük sıcaklık altında), siklodekstrinler oldukça stabildir (Li ve Purdy 1992).

Yükseltgenler ile muamelede siklodekstrinler, oksidatif reaksiyon vermektedir.  $\beta$ -siklodekstrin, hipoklorit ve hidrojen peroksit çözeltileriyle muamele edildiğinde hızla ve tamamen yükseltgenmektedir. Fakat bakteriyel gelişimi engellemek amacıyla kullanılan düşük yükseltgen madde konsantrasyonlarında ise herhangi bir reaksiyon tespit edilmemektedir.

Tekstil materyallerinin insan vücuduyla yakın temasta olduğu bilinen bir gerçektir. Bu sebeple tekstil yüzeylerinde kullanılacak siklodekstrinlerin toksikolojik özelliklerinin bilinmesi son derece önemlidir. Siklodekstrinler ve türevleri ile ilgili olarak yapılan tüm toksisite çalışmaları, siklodekstrinlerin toksik olmadığını göstermektedir

Tekstil alanında siklodekstrin kullanımı ile ilgili bir diğer önemli faktör ise çevresel faktörlerdir. Siklodekstrinlerin biyolojik olarak parçalanabilir olmaları, atık suda herhangi bir çevresel probleme yol açmamasını sağlamaktadır (Şengöz ve Öztanır 2016).

### **1.7 Siklodekstrin Türevleri**

Doğal siklodekstrinler, yaygın olarak kullanılan çözücülerin çoğunda sınırlı bir çözünürlüğe sahiptir. Bunun nedeni, siklodekstrin molekülündeki hidroksil gruplarının kendi aralarında yaptıkları hidrojen bağlarıdır. Ayrıca sadece bir tip fonksiyonel grup içermektedirler. Kullanım olanaklarını en üst düzeye çıkarmak için bir veya daha fazla hidroksil grubunun kimyasal modifikasyonu gerekmektedir. Ne tür bir reaksiyonun kullanılması gerektiği, ürünün amacına bağlı olarak değişmektedir. Örneğin, farmasötik uygulama için daha çözünür bir siklodekstrin türevi gerekmede bu da hidroksil gruplarının rastgele sülfat (veya başka bir hidrofilik) grubu ile ikame etmesi ile oluşmaktadır.

$\beta$ -siklodekstrinin moleküllerinin çözünürlüklerinin artırılması için modifiye edilerek türevlendirilmesi gerekmektedir. Siklodekstrin moleküllerinin türevlendirilmesinin birden fazla amacı bulunmaktadır. Bunlar;

- Doğal siklodekstrinlerin özellikle  $\beta$ -siklodekstrinler ve inklüzyon komplekslerinin sudaki çözünürlüğünü artırmak,
- Siklodekstrinlerin misafir molekül ile etkileşimini artırmak ve sonucunda daha dayanıklı inklüzyon kompleksler oluşturmak,
- Bazı grupları siklodekstrin molekülüne bağlamak ve yeni türevler sentezlemek,
- Siklodekstrinlerin kimyasal ve biyolojik membranlardan geçişini artırmaktır.

Siklodekstrinlerin her bir glikopiranoz ünitesinde fonksiyonları birbirinden farklı olan hidroksil grupları bulunmaktadır. Glikopiranoz birim sayısının artması, molekül ağırlığını da artırmakta ve molekül ağırlığındaki bu artış, siklodekstrinlerin boşluk yüksekliği aynı olduğu için merkez boşluklarında genişlemeye neden olmaktadır. Boşluk çapında görülen bu artış, konuk molekül ile yapılan inklüzyon komplekslerinde siklodekstrin boşluğunun daha iyi etkileşimine olanak sağlayacağından siklodekstrinin inklüzyon kompleksi oluşturma yeteneğini arttırmaktadır.

Siklodekstrinler, çok sayıda fonksiyonel gruplara sahiptir. Bu fonksiyonel gruplar,  $\alpha$ -CD'de 18,  $\beta$ -CD'de 21 ve  $\gamma$ -CD'de ise 24 adet bulunan hidroksil gruplarıdır. Hidroksil gruplarının bu denli fazla olması, siklodekstrinlere çok fazla türevlendirilme imkânı sunmaktadır. Örneğin bir bazik çözelti içerisinde çözündürülmüş  $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin propilen oksitle reaksiyonu sonucunda, 2-hidroksipropil- $\beta$ -siklodekstrinler oluşmakta ve böylece yeni modifiyeli siklodekstrin molekülünün sudaki çözünürlüğü, % 1.85'ten % 60'lara kadar çıkarılabilmektedir.

Siklodekstrinler üzerindeki modifikasyon reaksiyonları hidroksil gruplarında gerçekleşmektedir. Bir glikoz birimi, 2, 3 ve 6 pozisyonlarında ikame bölgelerine sahiptir. Siklodekstrinlerin sahip olduğu birçok glikopiranoz birimi de modifikasyon işlemini oldukça zorlaştırmaktadır. 2, 3 ve 6. konumlardaki hidroksil grupları, reaksiyon sırasında birbirlerine karşı yarışmaktadır. Aralarında bazı farklılıklar bulunması, siklodekstrin moleküllerinin modifiyelendirilmesini biraz daha kolaylaştırmaktadır. 6. pozisyonlardaki hidroksil grupları primerdir ve 2. ve 3. pozisyonlarda sekonderdir. 6. pozisyonlardaki hidroksil grupları, en az asidik ve en erişilebilir olanlardır, 2. Pozisyonlarda bulunan hidroksil grupları, en asidiktir ve 3. pozisyonlarda bulunan hidroksil grupları ise en az erişilebilir olanlardır.

Tüm bu hidroksil grupları, bir bazik kimyasal yardımı ile protondan arındırılmakta ve elektrofilik bir reaktif, en erişilebilir grup olan 6. pozisyondaki hidroksil grupları ile reaksiyona girmektedir. Daha güçlü reaktif maddeler, 6. pozisyondaki hidroksil gruplarına daha az seçici olarak saldırmakta fakat daha düşük reaktif maddeler, 6. pozisyondaki hidroksil grupları ile daha kolay bir şekilde reaksiyona girebilmektedir.

Bazik kimyasallar önce 2. pozisyondaki hidroksil gruplarını protondan arındırmaktadır, çünkü en asidik gruplardır. Oluşan oksianyon, proton giderilmemiş diğer hidroksil gruplarından daha fazla nükleofildir. Böylece, karşılık gelen miktarda sodyum hidrür (NaH) gibi güçlü bir bazik kimyasalın kullanılması, genel olarak 2. pozisyondaki hidroksil gruplarının ikamesine yol açmaktadır.

3. pozisyonda hidroksil gruplarının ikamesi en zor olanıdır. Fakat bazı reaktifler, siklodekstrinlerin boşluğuna müdahale ederek bu işlemi çok daha kolay hale getirebilmektedir. Öte yandan, bir reaktifin boşluğa bu şekilde karışması, siklodekstrinlerin diğer modifikasyonlarında olumsuz etki yaratabilmektedir.

Siklodekstrin moleküllerinde bulunan hidroksil grupları ile ikame aşağıda belirtilen şekillerde değiştirilebilmektedir;

- Primer ve / veya sekonder hidroksil gruplarında bulunan bir veya daha fazla hidrojen atomunun esterler, eterler ve glikosil ile ikamesi,
- Bir veya daha fazla primer ve / veya sekonder hidroksil grubunun deoksi, halojen ve amino grupları ile ikame etmesi,
- Bir veya daha fazla C<sub>2</sub> C<sub>3</sub> bağının periodat oksidasyonu ile bölünmesi,
- CH<sub>2</sub>OH grubundaki hidrojen atomunun ortadan kaldırılması ve oluşan karboksil grubu ile ikame etmesi.

Siklodekstrinlerin türevleri 3 grup altında incelenebilmektedir. Bu gruplar Tablo 1.13'te gösterilmiştir.

1. Hidrofilik Siklodekstrinler: Sudaki çözünürlüğü düşük olan moleküllerin çözünürlüğünü ve çözünme hızını arttırmaları.

2. Hidrofobik Siklodekstrinler: Suda çözünebilen moleküllerin çözünme hızını geciktirir, salımlarını değiştirirler.

3. İyonize Siklodekstrinler: İnküzyon kompleksi oluşturma kapasitesini ve çözünme hızını arttırmaları.

Siklodekstrin türevlerinden önemli olanlar Tablo 1.13'te gösterilmektedir.

**Tablo 1.13:**  $\beta$ -siklodekstrin türevlerinden bazı önemli olanlar (Taneri 2004)

Hidrofilik Türevler	Hidrofobik Türevler	İyonize Türevler
Metillenmiş $\beta$ -CD	Etilenmiş $\beta$ -CD	Karboksialkilenmiş $\beta$ -CD
Hidroksialkilenmiş $\beta$ -CD	Perasetillenmiş $\beta$ -CD	Karboksimetiletillenmiş $\beta$ -CD
Dallanmış $\beta$ -CD		Sülfatlanmış $\beta$ -CD

Metillenmiş siklodekstrinler, siklodekstrin moleküllerinin karşılık gelen bir siklodekstrinin dimetil formamid, dimetil sülfoksit, sodyum hidrür (NaH) veya metil iyodit ile reaksiyonu sonucunda,

Benzillenmiş siklodekstrinler, siklodekstrin moleküllerinin benzil halojenit ile reaksiyonu sonucunda,

Trimetilsilatlanmış siklodekstrinler, siklodekstrin moleküllerinin trimetilsilil klorür veya imidazol ile reaksiyonu sonucunda,

2-hidroksipropil-siklodekstrinler, siklodekstrin moleküllerinin propilen karbonat ile reaksiyonu sonucunda,

Asetillenmiş siklodekstrinler, siklodekstrin moleküllerinin asetanhidrit ile reaksiyona girmesi sonucu oluşmaktadır. Reaksiyonlar, asidik veya bazik kimyasallar tarafından desteklenmektedir.

$\beta$ -siklodekstrinlerin rastgele ikame edilmiş türevleri ve bu türevlerin oluşumda hidroksil grupları ile ikame eden moleküller Tablo 1.14'te gösterilmektedir.

**Tablo 1.14:**  $\beta$ -siklodekstrinlerin rastgele ikame edilmiş türevleri ve oluşum sentezleri (Řezanka 2018)

<b>Siklodekstrin Rastgele İkamelili Türevleri</b>	<b>Hidroksil Grupları ile İkame Eden Moleküller</b>
Karboksimetillenmiş $\beta$ -CD	Kloroasetik asit veya Sodyum Kloroasetat
2-Hidroksibütillenmiş $\beta$ -CD	Bütillen Oksit
2-Hidroksipropillenmiş $\beta$ -CD	Propilen Oksit
Metillenmiş $\beta$ -CD	Dimetil Karbonat, Metil Klorid, Metil Oksit veya Dimetil İyodür
Fosfatlanmış $\beta$ -CD	Fosforil Klorid
Sülfatlanmış $\beta$ -CD	Sülfür Trioksit
Sülfobütillenmiş $\beta$ -CD	Sodyum 2-Boromoetansülfanat
Sülfoetillenmiş $\beta$ -CD	1,4-Bütan Sülfon
Sülfopropillenmiş $\beta$ -CD	1,3-Propan Sülfon

Siklodekstrinlerin türevlendirilmesi sonucu elde edilen modifiyeli siklodekstrinlerin çözünürlüklerinin artmasının yanı sıra ışık ve oksijene ve çeşitli çevresel faktörlere dayanıklılığı da artmakta ve misafir molekülün kimyasal aktivitesi daha iyi kontrol edilebilmektedir. Günümüzde, çeşitli modifikasyonlar neticesinde 1500 farklı siklodekstrin türevi elde edilmiş ve bunların 100'den fazlası ticari ürün olarak pazarlanmaktadır (Arslan 2012; Avcı 2010; Popr 2016; Řezanka 2018; Szejtli 2013; Taneri 2004; Topal 2015).



### 1.7.1 Metillenmiş Siklodekstrinler

$\beta$ -siklodekstrinlerin iç boşluklarının dar kısmında 7 adet primer hidroksil grubu, geniş kısmında ise 14 adet sekonder hidroksil grubu bulunmaktadır. Bütün bu hidroksil grupları yapısal modifikasyonları mümkün kılmakta ve pek çok misafir (konuk) molekül halkaya yerleştirilebilmektedir.  $\beta$ -siklodekstrinin sudaki çözünürlüğünün düşük olması sahip olduğu hidroksil grupları arasında ve moleküller arasında oluşabilecek hidrojen bağlarına bağlı olabilmektedir. Bu nedenle  $C_2$ ,  $C_3$  ve  $C_6$  primer ve sekonder hidroksil gruplarına metil grubunun bağlanmasıyla, hidrojen bağları engellenmekte ve bunun sonucunda  $\beta$ -siklodekstrinin fizikokimyasal özellikleri önemli bir şekilde değişmektedir.

Rastgele metillenmiş heterojen Met- $\beta$ -CD'nin (RM- $\beta$ -CD ya da RAMEB) yanı sıra iki adet iyi tanımlanmış metillenmiş siklodekstrinler olan  $C_2$  sekonder ile  $C_6$  primer hidroksil gruplarının metillenmesi sonucunda Dimetil- $\beta$ -siklodekstrin (DİMEB) ve  $C_2$ ,  $C_3$  ve  $C_6$  hidroksil gruplarının metillenmesi sonucunda ise trimetil- $\beta$ -siklodekstrin (TRİMEB) elde edilmektedir. Oluşan bu modifiyeli  $\beta$ -siklodekstrinlerin sudaki çözünürlüğü çok yüksektir.  $\beta$ -siklodekstrin ve metillenmiş türevlerinin fizikokimyasal özellikleri Tablo 1.15'te gösterilmiştir.

**Tablo 1.15:**  $\beta$ -siklodekstrin ve metillenmiş türevlerinin 25 °C'de fizikokimyasal özellikleri (Taneri 2004)

CD Tipi	$\beta$ -CD	DİMEB	TRİMEB
Erime derecesi (°C)	280	295-300	157
Spesifik rotasyon $[\alpha]_D$ (°)	163	160	158
Sudaki çözünürlük (g/100 ml)	2	57	31
Su içeriği (%)	13	1	>1
0.1 mM çözeltinin yüzey gerilimi (mN m <sup>-1</sup> )	71	62	56

DİMEB, suda ve organik çözücülerde çok iyi çözünmektedir. Metillenmiş siklodekstrinlerin en önemli dezavantajı, doğal siklodekstrinlerin sudaki çözünürlükleri artarken, metillenmiş siklodekstrinlerin azalmasıdır (Taneri 2004).

### **1.7.2 Hidroksialkillenmiş Siklodekstrinler**

Alkali ortamda  $\beta$ -siklodekstrin propilen oksit ile kondenzasyonu sonucu  $\beta$ -siklodekstrinin bir veya birkaç hidroksil grubuna 2-hidroksipropil grubunun bağlanması sonucunda oluşturulmaktadır. Bu gruptaki siklodekstrin türevlerine 2-hidroksipropil- $\beta$ -siklodekstrin (HP- $\beta$ -CD) ve hidroksietil- $\beta$ -siklodekstrin (HE- $\beta$ -CD) örnek olarak verilebilmektedir. HP- $\beta$ -CD kompleksinin kristalize olmaya olan eğilimi,  $\beta$ -siklodekstrin kompleksine oranla çok daha düşüktür. Hidroksialkillenmiş  $\beta$ -siklodekstrinlerin sudaki çözünürlükleri, doğal siklodekstrinlerden çok daha yüksektir (Taneri 2004).

### **1.7.3 Dallanmış Siklodekstrinler**

Dallanmış siklodekstrinler, siklodekstrinlerin bir veya iki primer hidroksil grubuna, enzimatik olarak  $\alpha$ -1,6 glikozidik bağlar ile glikoz veya maltoz moleküllerinin bağlanması sonucunda oluşmaktadır. Glikozil- $\beta$ -siklodekstrin, maltozil- $\beta$ -siklodekstrin ve dimaltozil- $\beta$ -siklodekstrin gibi dallanmış siklodekstrinlerin inklüzyon kompleksleri oluşturma yetenekleri, doğal siklodekstrinler ile hemen hemen aynı olmasına rağmen, sudaki çözünürlükleri modifiyelenmemiş  $\beta$ -siklodekstrine göre % 50 oranında daha yüksektir (Okada ve diğ. 1999).

### **1.7.4 Etilenmiş Siklodekstrinler**

Hidrofobik siklodekstrinler grubu altında bulunan etillenmiş siklodekstrinler,  $\beta$ -siklodekstrin üzerinde bulunan hidroksil grupları ile etil gruplarının birleşmesi sonucunda oluşmaktadır. Doğal  $\beta$ -siklodekstrine oranla 2, 6-dietil ve 2, 3, 6-trietil- $\beta$ -siklodekstrinin sudaki çözünürlükleri daha düşük olup, yüzey aktiviteleri daha

yüksektir. Sudaki çözünürlüğünün daha az olması sebebi ile pek tercih edilmemektedir (Lemesle-Lamache ve diğ. 1997).

### **1.7.5 Sülfobütiler Gruplu $\beta$ -Siklodekstrinler**

Sülfobütiler gruplu  $\beta$ -siklodekstrinler, suda çok iyi çözünmektedir, zayıf çözünen birçok ilaç ile inklüzyon kompleksi oluşturduklarında ilaç için iyi çözüdürücü olmaktadır ve tüm siklodekstrinler arasında en az toksik olanıdır. Ayrıca hidroksipropil siklodekstrine kıyasla kompleksleşme kapasitesi daha yüksektir. En sık kullanılan  $\beta$ -siklodekstrin sülfobutil eter, 7 sülfobutil grubu /  $\beta$ -siklodekstrin ünitesi içermektedir (Szejtli 2005).

### **1.7.6 Sülfatlanmış Siklodekstrinler**

Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin (S- $\beta$ -CD), doğal  $\beta$ -siklodekstrinin 0-5 °C'de 2 sa süreyle % 90'lık sülfirik asitle sülfatlanması sonucu elde edilmektedir. Bu reaksiyon sonucu,  $\beta$ -siklodekstrinlerin hidroksil grupları ile sülfirik asit gruplarının birleşmesi sağlanmaktadır. Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrinlerin sudaki çözünürlüğü, doğal  $\beta$ -siklodekstrinlere göre çok daha fazladır ve ayrıca sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrinler misafir molekül ile daha sağlam kompleks oluşturmaktadır (Yang 2009).

Modifiye edilmiş çeşitli siklodekstrinlerin fizikokimyasal özellikleri ile fonksiyonel grupları Tablo 1.16’da karşılaştırılmaktadır.

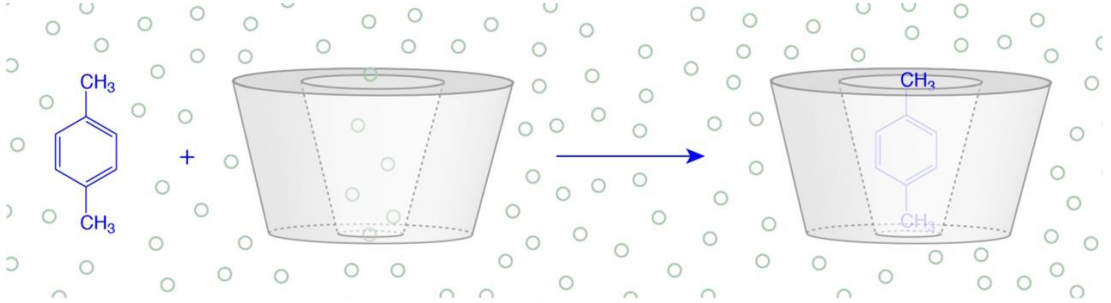
**Tablo 1.16:** Modifiye edilmiş siklodekstrinlerin karakteristik özellikleri (Topal 2015)

CD	Molar Yer Değiştirme Derecesi	Molekül Ağırlığı	Oda Sıcaklığında Sudaki Çözünürlüğü (mg/ml)	Fonksiyonel Grup
2-Hidroksipropil- $\beta$ -CD (HP $\beta$ CD)	0,65	1400	> 600	CH <sub>2</sub> CHOHCH <sub>3</sub>
Sülfobütileter- $\beta$ -CD (SBECD)	0,9	2163	> 500	((CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> SO <sub>3</sub> )
Metillenmiş- $\beta$ -CD (Me $\beta$ CD)	1,8	1312	> 500	CH <sub>3</sub>
2-Hidroksipropil- $\gamma$ -CD (HP $\gamma$ CD)	0,6	1576	> 500	-

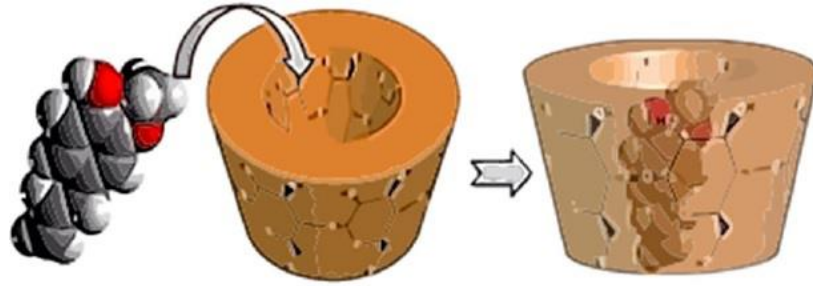
### 1.8 Siklodekstrinlerin İnküzyon Kompleksleri

Siklodekstrin molekülünün (ev sahibi) boşluğunun başka moleküller (misafir) ile doldurulması ile oluşan komplekse “*inklüzyon kompleksi*” denilmektedir. Misafir ya da konuk molekül, ev sahibi ya da konak çerçeve yapısını önemli ölçüde etkilemeden konağın boşluğuna yerleştirilmektedir. Hafif bir deformasyonun yanı sıra mevcut boşluğun boyutunun ve şeklinin pratikte değişmeden kalması, karakteristik bir özelliktir. Siklodekstrinler, çeşitli iyonik ve moleküler bileşiklerle etkileşime girebilmektedir. Elde edilen inküzyon kompleksleri “*konuk-konak*” tipi bir komplekse ait olup, konuk-konak ilişkisinin oluşması için konak ve konuk moleküllerinin bağlanma bölgelerinin stereoelektronik olarak tamamlayıcı olması gereklidir.

Ev sahibi ile misafir arasında hiçbir kovalent bağ kurulmadığı düşünüldüğünde çözümdeki ayrışma-birleşme dengesi, ev sahibi-misafir birliğinin en karakteristik özelliklerinden birisidir (Szejtli 2013). Bu birleşme kompleksinin şeması ve üç boyutlu gösterimi aşağıda Şekil 1.18’de ve Şekil 1.19’da verilmektedir.



**Şekil 1.18:** İnküzyon kompleks oluşumunun şematik görseli (Crini 2014)



**Şekil 1.19:** İnküzyon kompleks oluşumunun üç boyutlu gösterimi (Carneiro ve diğ. 2019)

Bir konuk misafir molekülü ile oluşturulan inklüzyon kompleksleri, yalnızca konuk moleküle kıyasla gelişmiş kimyasal veya biyolojik özellikler sergileyebilmektedir. Siklodekstrinlerin boşluğuna girebilecek konuk molekülleri ile oluşturulan inklüzyon komplekslerin kapasitesi kimyasal faktörlerden çok geometrik faktörlere bağlıdır. Konuk molekül siklodekstrinlerin boşluğuna kısmen veya tamamen girmiş olmalıdır. Boşluk, uygun boyuttaki misafir moleküllerinin içine girip yerleşebileceği lipofilik bir ortam sunmaktadır.

Konuk-konak komplekslerinde hiç bir kovalent bağ oluşmamaktadır. Sulu çözeltilerde kompleksler hemen ayrılmaktadır. Genellikle hidrofobik moleküller, siklodekstrinlerin boşluğuna, hidrofilik moleküllerden daha fazla ilgi göstermektedirler. Siklodekstrinlerin en önemli özelliği, çok çeşitli katı, sıvı ve gaz

molekülleri ile konuk-konak türü kompleks oluşturma yetenekleridir. Bu komplekslerde siklodekstrinler, katı, sıvı ve gaz misafir moleküllerle katı yapıda kompleksler oluşturmaktadır. Böylece sıvılar katı yapılara dönüşebilmektedir (Carneiro ve diğ. 2019; Crini 2014; Morina 2011).

Kompleksi oluşturmak için ilk denge çok hızlı olsa da (çoğu zaman dk'lar içinde), nihai dengeye ulaşmak çok daha uzun sürebilmektedir. Konuk molekül siklodekstrinlerin boşluğunun içine girdikten sonra, mevcut Van der Waals kuvvetlerinden maksimum faydalanmak için konformasyonel ayarlamalar yapmaktadır.

Siklodekstrinlerin kavite boşluğunun yüksekliği, her üç tip için aynı olsa da glikoz birimlerinin sayısı, boşluğun iç çapını ve hacmini belirlemektedir. Bu boyutlara dayanarak  $\alpha$ -siklodekstrin, tipik olarak düşük moleküler ağırlıklı moleküller ile veya alifatik yan zincirli bileşiklerle;  $\beta$ -siklodekstrin, aromatik ve heterosiklik bileşiklerle;  $\gamma$ -siklodekstrin ise makrosiklik ve steroidler gibi daha büyük moleküllerle kompleks oluşturabilmektedir (Del Valle 2004).

İnklüzyon kompleksleri oldukça stabildir ve kristalizasyon yöntemi ile ortamdan kolayca ayrılabilir. Misafir moleküllerin siklodekstrine bağlanması sabit veya kalıcı değildir, ancak, dinamik bir denge içerisinde. Bağlanma gücü, konuk-konak moleküllerin birbirlerine uygunluğuna ve yüzey atomları arasındaki etkileşime bağlıdır. Kompleksler, hem çözelti hem de kristal halde oluşabilmekte ve çözücü olarak genellikle su kullanılmaktadır (Avcı 2010).

Siklodekstrinler ile oluşturulan inklüzyon komplekslerinde ev sahibi molekül, misafir moleküllerin fizikokimyasal özellikleri üzerinde derin bir etkiye sahip olmaktadır.

Bu özellikler:

- Çözünmeyen konuk moleküllerin çözünürlüğünün artırılması,
- Farklı konukların oksidasyonun, UV ışığının ve yüksek ısının bozucu etkilerine karşı dengelenmesi,
- Uyumsuz bileşiklerin fiziksel izolasyonu,

- Hoş olmayan kokuların maskelenmesi ve tat modifikasyonu,
- İlaçların ve aromaların kontrollü salımı,
- Boya atıklarından boyaların ve kimyasal maddelerin temizlenmesi,
- Boyama ve terbiye işlemlerinde verimi artırma ve geciktirme gibi özelliklerdir (Voncina ve Vivo 2013).

### 1.8.1 İnküzyon Kompleksinin Oluşumu İçin Gerekli Şartlar

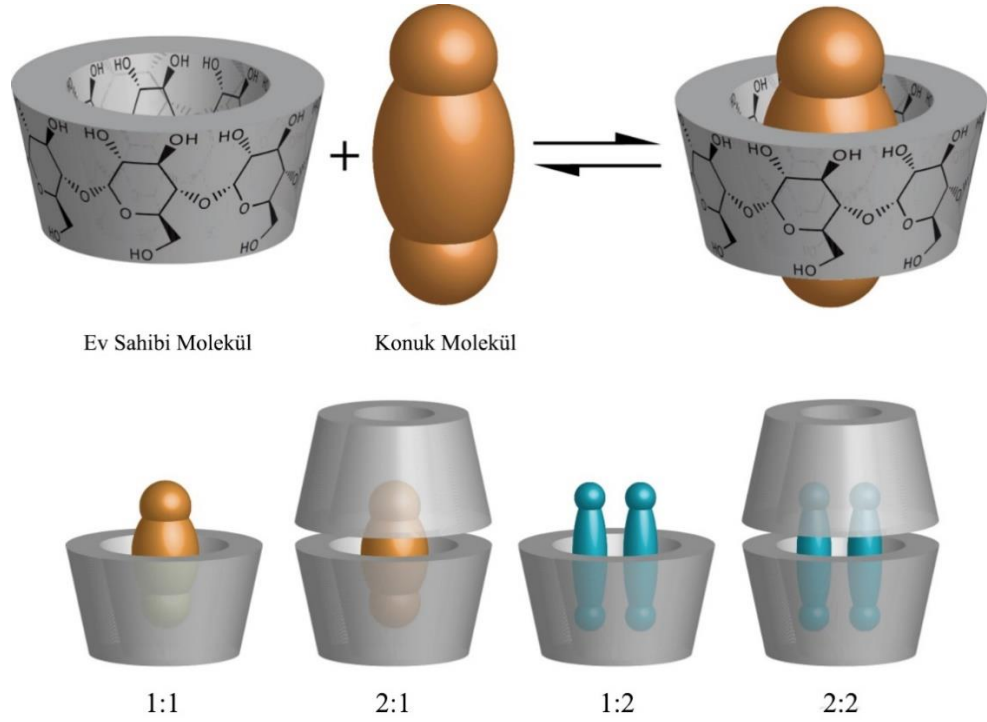
Siklodekstrin ile misafir molekülün meydana getirdiği inküzyon komplekslerinin oluşumu için gerekli şartlar aşağıda anlatılmaktadır.

#### *Geometrik Uyum ve Molar Oran*

Siklodekstrinler, boşluğun boyutları ile uyumlu bir boyuta sahip bileşiklerle inküzyon kompleksleri oluşturabilmektedirler. Siklodekstrinlerin boşluğuna nüfuz edebilecek konuk moleküllerin türünün belirlenmesinde, geometrik şeklin rolü kimyasal faktörlerden daha fazladır. Farklı iç çaplarda olan  $\alpha$ -,  $\beta$ - ve  $\gamma$ -siklodekstrinler, farklı büyüklükteki moleküller ile kompleks oluşturabilmektedir.

Çok küçük boyutlu misafir moleküllerinin siklodekstrin molekülleri tarafından kavranıp boşluğa yerleştirilmesi zordur. Çok büyük boyutlu moleküller ise boyutlarından dolayı siklodekstrin boşluğuna yerleşememekte ve sonuç olarak kompleks oluşturamamaktadırlar. Örneğin naftalin molekülü,  $\alpha$ -siklodekstrin boşluğu için çok büyük kalmakta ve sadece  $\gamma$ -siklodekstrin ile kompleks oluşturmaktadır. Propiyonik asit ise sadece  $\alpha$ -siklodekstrin ile uyumludur, daha büyük boşluklara sahip  $\beta$  ve  $\gamma$ -siklodekstrinler ile tatmin edici bir kompleks uyumu yoktur.

Siklodekstrinlerin boşluğuna uyumlu bir konuk molekül ile yapılan inküzyon komplekslerinin molar oranları 1:1 olarak isimlendirilmektedir. Fakat konuk molekül siklodekstrin boşluğuna sığamayacak kadar büyük veya boşluktan çok daha küçük boyutlarda olabilmektedir. Bu durumda 2:1, 1:2 veya 2:2 molar oranlı konuk-konak kompleksi oluşabilmektedir. Aşağıda Şekil 1.20'de farklı molar oranlarla yapılmış inküzyon kompleksleri şeması gösterilmektedir.



**Şekil 1.20:** Farklı molar oranına sahip inklüzyon kompleksleri (Crini 2014)

Kompleks oluşturan misafir molekül, siklodekstrin içinde etkileşimin en fazla olacağı şekilde yerleşmektedir. Konuk molekülün polar kısmı kompleksin dış yüzeyinde kalmaktadır (Szejtli 2013).

### ***Polarite ve Yük***

İnküzyon kompleksi oluşabilmesi için sadece stereokimya yeterli gelmemektedir. Aynı zamanda konuk moleküllerin polaritesi de bu kompleks için son derece önemlidir. Genel olarak, hidrofilik olan konuk moleküller yerine hidrofobik olan moleküller sulu çözeltilerdeki siklodekstrin boşluğunda daha yüksek afiniteye sahiptir. Bir siklodekstrin kompleksinin hidrofobik bir konuk molekül ile hidrasyonu, bileşenlerin ayrı hidrasyonu ile karşılaştırıldığında enerjik olarak tercih edilmektedir. Bu hidrofobik etkileşim, su moleküllerinin içsel birleşmesinden ve iki bileşenin karşılıklı çekiciliğinden kaynaklanmaktadır.

Genellikle iyonik bir bileşiğin kompleksi, iyonize olmayan bir bileşikten çok daha az kararlıdır. Hidrofobik siklodekstrin boşluğu yüksüz molekülleri tercih etmektedir. Konuk moleküller eğer sudan daha fazla hidrofilik özellik gösteriyorsa genellikle kompleks oluşturmamaktadırlar. Kompleks oluşması için konuk molekülün



sudan daha apolar olması gerekmektedir. Suda iyi çözünen hidrofilik moleküllerin ve kuvvetli iyonize olabilen grupların kompleks oluşturma kabiliyetleri, iyonize olmayan gruplara kıyasla hiç yoktur ya da çok daha zayıftır (Bekers ve diğ. 1991; Liu ve Guo 2002).

### 1.8.2 Kompleksleşme Mekanizması

Bir konuk molekülünün siklodekstrin boşluğuna dahil edilmesi, esas olarak boşluğun içerisindeki su molekülleri ile bu moleküllerden daha düşük polariteye sahip konuk molekülün yer değiştirmesi şeklinde gerçekleşmektedir. Bu işlem, enerji açısından apolar misafir molekülü ile hidrofobik boşluk arasında tercih edilen bir etkileşimdir. Yapılan birçok araştırmaya rağmen kompleksleşme mekanizması henüz tam olarak anlaşılammakta fakat çeşitli faktörlerin sonucunda olduğu bildirilmektedir. Bu faktörlerin katkısı, konuğa ve siklodekstrine bağlıdır. Bu etkiler:

- Siklodekstrin içerisindeki su molekülleri ile konuk molekül arasındaki polar-apolar etkileşiminin daha az polar konuk molekül ile yer değiştirmesinin tercih edilmesi
- Kompleksleşme sırasında siklodekstrin-halka geriliminin kopması
- Konuk molekül ile konak molekül arasında Van der Waals etkileşimleri ve bazı konuk moleküllerle oluşan hidrojen bağı etkileşimidir.

Kompleks oluşumu aşağıdaki temel basamaklardan oluşmaktadır.

1. Su molekülleri, siklodekstrin boşluğunu terk ederek gaz haline geline karşılık gelen bir enerji seviyesine ulaşmaktadır. Sonuç olarak, Van der Waals etkileşimleri ve hidrojen bağlarının sayısı düşerken, su moleküllerinin üç boyutlu dönme serbestlik dereceleri artmaktadır.
2. Rahatlama sonucu siklodekstrinlerin (özellikle  $\alpha$ - ile  $\beta$ -siklodekstrin) konformasyon enerjisi azalmaktadır.

3. Apolar konuk molekülü, hidrat kabuğunu hapsederek ideal gaz halini almaktadır. İdeal gaz halde olduğu kabul edilen konuk molekülü, siklodekstrin boşluğuna yerleşmekte ve kompleks, Van der Waals etkileşimleri ve bazen de hidrojen bağları ile dengelenmektedir. Konuk molekül, bir boyutlu dönme serbestliğini korumaktadır.
4. Yerinden edilmiş su molekülleri, gaz halden sıvı hale yoğunlaşmaktadır. Entalpi ve entropi içerisindeki değişiklikler, su yoğunlaşmasında görülen ile aynı olarak kabul edilebilmektedir.
5. Su molekülleri, konuk molekülün açığa kalan kısmını çevrelemekte ve siklodekstrin molekülünün hidrat kabuğu ile birleşmektedir (Dickinson diğ. 1967; Szejtli 2013).

### **1.8.3 İnküzyon Komplekslerini Etkileyen Faktörler**

İnküzyon kompleksi oluşumunu ve verimini etkileyen faktörler aşağıda özetlenmektedir.

#### ***Çözelti Dinamiğinin Etkisi***

Kristal formunda, siklodekstrin kristalinin sadece yüzey molekülleri kompleksleşmeye uygundur. Çözeltide ise daha fazla siklodekstrin molekülü kompleksleşmeye uygun hale gelmektedir. Kompleksleşme, konuk bileşik çözünebilir formda veya dağılmış ince partiküller halinde olduğunda daha hızlı meydana gelmektedir (Del Valle 2004).

#### ***Sıcaklık Etkisi***

Sıcaklık, siklodekstrin kompleksleri üzerinde birden fazla etkiye sahiptir. Sıcaklık artışı, kompleksin çözünürlüğünü artırmakta ancak aynı zamanda kompleksi de dengesizleştirmektedir. Bu komplekslerin çoğu zaman dengelenmesi gerekmektedir. Kompleksin sıcaklık dengesi konuktan konuğa değiştiğinden, çoğu kompleks 50-60 °C'de ayrışmaya başlamaktadır. Fakat konuk molekül çok kuvvetli bağlanmışsa veya kompleks yüksek oranda çözünmez ise bazı kompleksler yüksek sıcaklıklarda daha dengelidir (Del Valle 2004; Yáñez ve diğ. 2012).

### ***Çözücülerin Kullanımının Etkisi***

Su, kompleksleşme reaksiyonları için kullanılan en yaygın kullanılan çözücüdür. Siklodekstrin çözücü içerisinde ne kadar fazla çözünürse, kompleksleşme için de o kadar fazla molekül kullanılabilir hale gelmektedir. Fakat su miktarı çok fazla arttırılırsa siklodekstrin ve konuk molekülün çözeltisi daha fazla seyreltilmiş olacağından konsantre çözeltilerdeki kadar birbirlerine iyi temas edemeyeceklerdir. Kompleksleşmenin hızlı ve verimli bir şekilde oluşması için su miktarı oldukça düşük tutulmalıdır.

Çözücü, siklodekstrin boşluğu ile bir kompleks oluşturuyorsa konuk molekül, çözücüye siklodekstrin boşluğundan çıkarabilmeli ve onunla yer değiştirebilmelidir. Su, konuk moleküller ile çok kolay bir şekilde yer değiştirebilmektedir. Ancak tüm konuk moleküller suda kolayca çözünememektedirler. Bu durum da kompleksleşmeyi ya çok yavaş ya da imkânsız hale getirmektedir. Bu gibi durumlarda konuk molekülü çözmek için organik bir çözücü kullanılması gerekmektedir. Kullanılan çözücü, siklodekstrin ile kompleksleşmemeli ve kolayca buharlaştırılarak uzaklaştırılabilir olmalıdır. Bu nedenle etanol ve dietileter gibi çözücüler daha çok tercih edilmektedir (Akçakoca ve Atav 2006; Del Valle 2004).

#### **1.8.4 İnküzyon Komplekslerinin Karakterizasyon Analizi**

Siklodekstrin ile konuk molekül arasında gerçekleşen inküzyon kompleksleri her durumda oluşmayabilir. Bazı konuk moleküller katı halde değil de çözelti halinde kompleksleşmektedirler. Pek çok durumda elde edilen ürünler, kompleksleşmemiş konuk molekül ve boşluğuna yerleşilememiş siklodekstrinlerden oluşmaktadır. Bu sebeple inküzyon kompleksi oluşumunu sağlayan konuk molekül ile siklodekstrin arasındaki etkileşim, fizikokimyasal ve termodinamik teknikler kullanılarak incelenmektedir.

Bu incelemeler sayesinde;

- Oluşan üründeki konuk molekül içeriğinin belirlenmesi,
- Konuk moleküllerin kısmen ya da tamamen siklodekstrin boşluğuna katılıp katılmadığının belirlenmesi,
- Kompleks oluşturmuş veya oluşturamamış konuk molekülün miktarının veya oranının belirlenmesi sağlanmaktadır (Cheirsilp ve Rakmai 2017; Taneri 2004).

İnklüzyon komplekslerinin analizinde, X-Işını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM), Termogravimetri (TG), Diferansiyel Termal Analiz (DTA), Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi (DSC), Ultraviyole Spektroskopisi (UV), Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) ve Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi (NMR) yöntemleri kullanılabilir. Bu yöntemler aşağıda anlatılmaktadır.

#### ***X-Işını Kırınımı (XRD) Yöntemi***

X- Işını Kırınımı (X-Ray Diffraction, XRD) yöntemi, inklüzyon kompleks oluşumunun incelenmesinde sıklıkla kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntem, maddelerin kristal özelliklerinin değişimini incelemektedir. Bu yöntemde X-Işını, toz olan siklodekstrin ve konuk molekül karışımının üzerine düşürülmekte ve bir dedektör yardımıyla X-Işınlarının düştüğü noktadaki kırınımları algılanmaktadır. Maddenin kristal yapısına göre kırınımına uğrayan X-Işınları, kompleksleşmeye dair bilgiler vermektedir. Eğer kompleksleşme gerçekleştiyse X-Işını analiz sonuçlarında belirgin farklılıklar ve pikler görülmektedir (Akçakoca ve Atav 2006).

#### ***Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM)***

Taramalı Elektron Mikroskopu (Scanning Electron Microscope, SEM), siklodekstrin ve konuk moleküller arasında, genellikle birlikte çöktürme yöntemi ile elde edilen inklüzyon komplekslerinin yönlerini incelemek için kullanılmaktadır. Fakat bu yöntem, inklüzyon kompleksini analiz etmede yetersiz gelmektedir. Ancak yine de elde edilen bilgi ve görüntülerle tek bir bileşenin varlığı değerlendirilebilmektedir. Mikroskop altında her numunenin parçacık şekli ve boyutu gözlenmekte ve analiz edilmektedir (Bekers ve diğ. 1991; Syukri ve diğ. 2015).

## *Termoanalitik Yöntemler*

Termoanalitik yöntemler, Termogravimetri (TG), Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ve Diferansiyel Tarama Kalorimetrisi (DSC) yöntemleridir. Termoanalitik yöntemler, kompleksleşen ürünlerin gerçek bir kompleks oluşturup oluşturmadığını belirlemek için oldukça uygun olup, sıcaklık ile sistemin, kütle, reaksiyon ısısı veya hacim değişikliği gibi özelliklerin ölçümüne dayanmaktadır. Bu yöntemlerle konuk maddenin ve siklodekstrinin 250-300 °C termik bozunmasından önce bir miktar değişiklik gösterip göstermediği belirlenmektedir. Bu söz konusu değişiklikler, buharlaşma, ayrışma, oksidasyon, erime veya polimorfik geçişler olabilmektedir. Bazı durumlarda, uygulanan yöntemler nicel belirleme için uygun bulunmaktadır (Szejtli 2013).

Termogravimetri yönteminde artan sıcaklıkta kütle kaybı ölçülmektedir. Siklodekstrinler, 250 °C'nin üzerinde parçalanmaya başlamakta ve bu sıcaklığa maruz kalan uçucu maddelerin uzaklaşmasıyla beraber buharlaşan veya parçalanan tüm maddelerin kompleksleşmesi incelenmektedir. Sıcaklık artırıldığında kompleksleşme ürününün kütlesi sürekli olarak ölçülmekte ve sonrasında ise bu ölçüler grafiklenmektedir. Grafiğe geçirilen bilgiler (termogram) kompleks hakkında nicel veriler sunmaktadır (Szejtli 2013).

Diferansiyel Termal Analiz (DTA) yöntemi de Termogravimetri yöntemine benzerlik göstermektedir. Aynı termogravimetri yönteminde olduğu gibi karışımın sıcaklığı sabit bir hızda arttırılmaktadır. Siklodekstrinle oluşturulan komplekslerin termal analizi sayesinde standart bir ısıtma işlemi altında komplekse katılmaya bağlı olarak özel termal etkiler de karakterize edilmektedir (Taneri 2004).

Diferansiyel Taramalı Kalorimetri (DSC) yöntemi, siklodekstrin ile siklodekstrinin boşluğuna yerleşen konuk molekül arasındaki kompleksleşmenin başarılı olup olmadığını test etmektedir. Diferansiyel Tarama Kalorimetri yönteminin moleküler kompleksleşme işleminde başarılı olup olmadıklarının tespitinde kullanılan yöntemdir. Siklodekstrinler, 250 °C'nin üzerinde parçalanmaya başlamakta bu sebeple bu yöntem, konuk molekülün 250 °C'nin altında erimesi durumunda verimli olmaktadır. Termogramda test edilen kapsüllenmiş maddeler içeren inklüzyon komplekslerine ait pik noktasının tespit edilememesi, aktif konuk bileşiklerin

siklodekstrin boşluğu içinde korunduğunu ve kompleksleşmenin başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir.

Bu analizde karışımın erime noktası sıcaklığında, termogram üzerinde bir endotermik pik noktası olup olmadığı incelenmektedir (Cheirsilp ve Rakmai 2017).

### *Spektroskopi Yöntemleri*

Ultraviyole Spektroskopisi (UV) yöntemi, konuk molekülün spektrumunda kompleksleşmenin neden olduğu değişiklikleri belirlemek için kullanılan yararlı bir yöntemdir. Spektrumdaki değişikliklerin, konunun siklodekstrin ile kurduğu doğrudan etkileşimden ya da çözünen su moleküllerinin dışarı itilmesi sırasında oluşan enerji değişikliğinden veya bu iki etkinin de neden olduğu konuk molekülünün enerji seviyelerinin değişmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Her ne kadar konuk moleküllerin UV spektrumlarında sık sık küçük değişiklikler gözlemlense de yöntem genellikle inklüzyon kompleksini saptamak için kullanılmaktadır (Bekers ve diğ. 1991).

Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FTIR) Spektroskopisi, katı haldeki komplekslerin karakterizasyonunda yaygın olarak kullanılmaktadır. Siklodekstrine ait karakteristik bantlar kompleks oluşumu sonrasında nadiren değişmektedir. Fakat konuk moleküle ait bantların büyüklükleri değişmekte ve kompleksin içerisindeki konuk molekülün oranı % 25'ten daha az orana inmektedir. Konuk moleküle ait bantların kaybolması veya küçülmesi, ortamda bulunan serbest moleküllerin siklodekstrin molekülleri ile kompleks oluşturduğunu göstermektedir (Çelen 2015; Szejtli 2013).

Nükleer Manyetik Rezonans Spektroskopisi (NMR), inklüzyon komplekslerinin tayininde kullanılan en önemli yöntemlerdendir. Bu yöntem, nicel ve nitel bilgilerin yanında, konuk molekülün hangi bölümünden kompleks oluşturduğunu hakkında da bilgi vermektedir. Siklodekstrin ile kullanılan konuk moleküllerin kompleks oluşturduğu yerlerdeki manyetik alanda değişiklikler meydana gelmektedir. Oluşan yeni kompleks sonucunda siklodekstrin iç yüzeyindeki H<sub>3</sub> ile H<sub>5</sub> protonlarının sinyallerinde kayma yaşanırken dış yüzeyinde bulunan H<sub>2</sub>, H<sub>4</sub> ve H<sub>6</sub> hidrojen bağları ise genellikle kompleksleşmeden etkilenmemektedirler. Sonuç olarak, Nükleer Manyetik Rezonans (NMR) yöntemi ile konuk-konak kompleksinin bağlanma

yerlerinde kompleksleşmenin olup olmadığı saptanmaktadır (Çelen 2015; Taneri 2004).

## 1.9 Siklodekstrinlerin Tekstil Uygulamaları

Tekstil alanında kullanılan siklodekstrinler, birçok uygulamaya sahip olabilmektedirler. Hoş olmayan kokuları absorbe edebilmekte ve çeşitli biyoaktif moleküller (vitamin, aromaterapi ürünleri, biyosit ve böcek ilacı gibi) ile kompleks oluşturabilmektedirler. Ayrıca, siklodekstrinler ile işlemde geçirilmiş çeşitli tekstil materyalleri, atık sulardaki kirletici grupların absorbe edilebilmesi için nano-sünger formlarda hazırlanarak filtre görevinde de kullanılmaktadırlar (Voncina ve Vivo 2013).

$\beta$ -siklodekstrinler, atık sulardaki fazlalık boya moleküllerini absorbe etmesi, boya homojenliğini arttırması, yıkama sırasında boyaların akmasını önlemesi, boyaların alınabilirliğini arttırması gibi özelliklerinden dolayı tekstil endüstrisinde çok geniş alanlarda kullanılmaktadır (Bhaskara-Amrit ve diğ. 2011).

$\beta$ -siklodekstrinler, püskürtme, baskı, dolgu, aşılama, yüzey kaplama veya sol jel gibi işlemler vasıtasıyla tekstil materyallerine aktarılabilmektedir. Tablo 1.17’de,  $\beta$ -siklodekstrin ve bazı tekstil yüzeyleri arasındaki çeşitli uygulanabilir etkileşimleri gösterilmektedir.

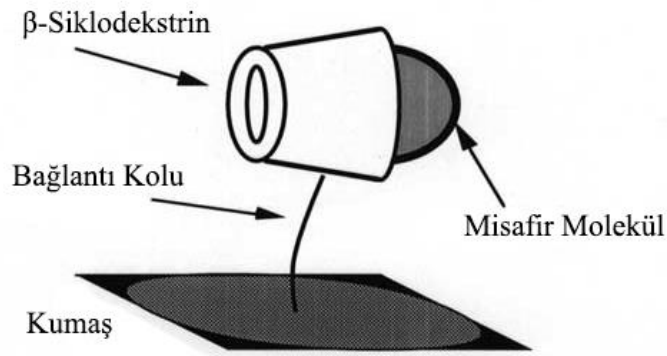
**Tablo 1.17:**  $\beta$ -siklodekstrin ve bazı tekstil yüzeyleri arasındaki etkileşimler (Bhaskara-Amrit ve diğ. 2011)

Parametre	Pamuk	Yün	PES	PA	PAN	PP
İyonik Bağ	-	+	-	+	+	-
Kovalent Bağ	+	+	-	+	-	-
Van der Waals	-	-	+	+	+	-
Çapraz Bağlar	+	+	+	-	-	-

+: Mümkün, -: Mümkün Değil, PES: Poliester, PA: Poliamid, PAN: Poliakrilnitrit, PP: Polipropilen

Siklodekstrin moleküllerinin tekstil materyallerinin üzerine eklenmesi, spesifik işlevsellik için çok çeşitli konuk molekülleri içerebilen inklüzyon kompleksleri ile mevcut olmaktadır. Kompleks oluşturmuş siklodekstrinlerin tekstil materyallerinin molekül yapısına kimyasal olarak kovalent bağlar ile bağlanması için iki yol bulunmaktadır. Bunlardan birincisi, lif çekim ünitesine siklodekstrin moleküllerinin eklenmesi ile lif çekiminin yapılması suretiyle lif yapısına katılması, ikincisi ise çeşitli yardımcı kimyasallar ile hazırlanan siklodekstrin çözeltisinin emdirme / çektirme yöntemleriyle kumaşın kimyasal yapısına katılmasının sağlanması şeklinde uygulanmaktadır (Buschmann ve diğ. 1998; Voncina ve Vivo 2013).

Misafir molekül ile  $\beta$ -siklodekstrinlerin oluşturduğu kompleksin kumaş yapısına bağlanmasının şematik gösterimi Şekil 1.21’de gösterilmektedir.



**Şekil 1.21:** Misafir molekül ile kompleks oluşturan  $\beta$ -siklodekstrinlerin kumaş yapısına bağlanmasının şematik gösterimi (Lo Nostro ve diğ. 2002)

### 1.9.1 Siklodekstrinlerin Bitim İşlemlerinde Kullanımı

Siklodekstrin ve türevlerinin tekstil materyallerine uygulanması baskı, çektirme ve emdirme yöntemleri ile yapılmakta ve bu işlem sırasında hiçbir yardımcı kimyasala veya maddeye gerek duyulmamaktadır. Lif yüzeyine bağlanmış siklodekstrin boşluklarına misafir moleküller girerek, lifin yapısal özellikleri değiştirilebilmektedir. Bu sayede bitim işleminden geçmiş olan tekstil materyali UV koruyucu, böcek öldürücü veya kovucu, antibakteriyel etkili, kötü koku yakalayıcı, güzel koku salan (parfüm etkisi) bir materyale dönüşmektedir (Grigoriu ve Popescu 2011; Szejtli 2003).



Aşağıda siklodekstrinlerin ve türevlerinin tekstil alanında kullanım amaçları anlatılmaktadır.

### ***UV Koruyuculuğu***

Ultraviyole (UV) radyasyonu insan sağlığına zararlıdır. Bu radyasyon, UV-A, UV-B ve UV-C olmak üzere üç tipten oluşmaktadır. UV-A ve UV-B, dünya yüzeyine ulaşmakta ve özellikle cilt kanseri, güneş yanığı ve yaşlanma gibi ciddi sağlık sorunlarına neden olabilmektedir. İnsan vücudu, tekstil materyali ile örtüldüğü için tekstil materyallerinin de UV radyasyonundan koruma özelliği olması istenmektedir. UV ışınlarının tekstil materyalleri üzerinde, boyalı kumaşlarda renk bozulması, ağartılmış kumaşların beyazlık derecesinde azalma gibi olumsuz etkileri bulunmaktadır. Bir tekstil materyalinin UV radyasyonundan koruma özelliği, içerdiği lifin yapısına, kumaşın yapısına, nem miktarına, boyarmaddesinin çeşidine ve koruyucu kimyasal maddeleri içerip içermediğine bağlıdır. Tekstil materyallerinin bakır asetat ile muamele edilmesinin, UV radyasyonuna karşı koruyuculuğu arttırdığı bilinmektedir. Bu sebeple, kumaşa aktarılan,  $\beta$ -siklodekstrinler ile bakır asetat moleküllerinin oluşturduğu inklüzyon kompleksleri, kumaşın UV koruyuculuğunda önemli derecede artış sağlamaktadır (Grigoriu ve diğ. 2008; Ibrahim ve El-Zairy 2009; Şengöz ve Öztanır 2016).

### ***Antibakteriyel Etki***

Sağlık ve hijyen uygulamaları için antibakteriyel ajanların tekstilde uygulanmasına ilgi artmaktadır. Tekstildeki antibakteriyel ajanlar, genellikle yüzeyde veya lif içinde bulunan ve onlarla temas ettiklerinde mikroorganizmaları inhibe eden aktif antibakteriyel bileşenlerden oluşmaktadır. Siklodekstrin yoluyla kumaşa dahil edilen antibakteriyel ajanlar da antibakteriyel etkileri önemli ölçüde geliştirmektedir (Bhaskara-Amrit ve diğ. 2011).

### ***Kontrollü İlaç Salımı***

Siklodekstrin boşluğuna ilaç molekülü verilerek, ilaç-siklodekstrin inklüzyon kompleksi oluşturulmakta ve oluşan kompleks medikal tekstil alanında kullanılan kumaşlara aktarılmaktadır. Böylece inklüzyon komplekslerinden kontrollü ilaç salımı ile çeşitli yara tedavileri yapılabilmektedir (Radu ve diğ. 2016).

## ***Koku Etkisi***

Aromaterapi halk tarafından tercih edilen doğal maddelerle iyileşme ve bireyin evde kendi kendine terapi girişimine girmesini mümkün kılan birçok yaklaşımdan biri olarak giderek daha popüler hale gelmektedir.  $\beta$ -siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin koku salma özelliklerine ilişkin çeşitli çalışmalar yapılmaktadır.  $\beta$ -siklodekstrinlerin aroma molekülleri ile kompleksleşmesi, buhar basıncını düşürmekte ve moleküllerin foto bozulmasına bağlı olarak parçalanmasını geciktirmektedir. Araştırmalar ayrıca, siklodekstrin kullanımının, koku moleküllerinin kumaşlara bir yıl kadar daha uzun süre tutulmasını sağladığını göstermektedir. Tekstil üzerindeki  $\beta$ -siklodekstrin boşlukları, kötü kokuları da yakalayabilmekte ve bu boşluklar yıkama işlemi sırasında boşaltılabilmektedir. Boşlukların, doldurma, daldırma veya püskürtme ile veya konuk moleküllerle birlikte birkaç sa 50-60 °C'de tutularak yeniden doldurulabilmesi mümkündür (Chauhan ve diğ. 2018).

## ***Böcek Kovuculuğu***

Esansiyel yağ iticilerin etkinlikleri uçucu yapıları nedeniyle kısa süreli olmaktadır. Uçucu yağların buharlaşmasını önlemek için siklodekstrinler ile kompleks oluşturulmakta ve tekstil materyalleri üzerine yerleştirebilmektedir. Böylece yapılan inklüzyon kompleksleri, hem doğal bir böcek kovucu olmakta hem de yavaş salım sebebi ile uzun süre etkili olabilmektedir. Sonuç olarak tekstil materyali üzerinde oluşturulan siklodekstrin-doğal böcek kovucu madde kompleksleşmesi, o materyal üzerinde güve oluşumuna ve böcek büyümesi ve çoğalmasına karşı bir böcek kovucu mekanizma haline gelmektedir (Voncina ve Vivo 2013).

### **1.9.2 Siklodekstrinlerin Boyama İşleminde Kullanımı**

Boya molekülü ile kompleks oluşturabilen siklodekstrinler, tekstil liflerinde boya alımında bir gelişme göstermektedir. Dispers boyalarla katı siklodekstrin kompleksleri, asetonda konsantre bir solüsyon çözeltisinin sıcak ve neredeyse doymuş bir sulu  $\beta$ -siklodekstrin çözeltisine eklenmesiyle hazırlanmaktadır. Fazlalık boya moleküllerini uzaklaştırmak için sıcak çözelti süzülmekte ve soğutulduktan sonra çöken kompleks süzülmekte, az miktarda etanol ve aseton ile yıkanmakta ve

kurutulmaktadır. Bu şekilde direkt, reaktif ve dispers boyalarla katı  $\beta$ -siklodekstrin kompleksleri hazırlanabilmektedir (Ammayappan ve Moses 2009).

### **1.9.3 Siklodekstrinlerin Atık Sularda Kullanımı**

Atık su içeren boyaların arıtılması, en önemli ekolojik sorunlardan biridir. Çünkü boyaları içeren atık sular sadece renkli değildir, aynı zamanda sudaki yaşam için toksik olmaktadır. Boyarmaddelerin düşük biyolojik olarak parçalanabilir olması nedeniyle, geleneksel biyolojik atık su arıtımı çok verimli olmamaktadır. Suda çözünmeyen bir organik destek üzerinde immobilize edilebilen siklodekstrinler kullanılarak aromatik organik kirleticilerin (fenoller, anilin, formaldehit gibi) miktarı ve atık sulardaki boyarmaddelerin varlığı azaltılabilmektedir. Konuk molekül olarak çeşitli organik moleküller ve bazı metal iyonları kullanılmaktadır. Tekstil malzemeleri üzerinde oluşan nanokapsüller çeşitli kirleticiler için seçici filtrasyon / adsorpsiyon ortamı olarak işlev görmektedir. Bir tekstil materyaline kovalent olarak bağlanmış siklodekstrin molekülleri, konuk-konak mekanizmasıyla kirletici moleküllerin hapsedilebilmesi için organik bileşikler içeren inklüzyon kompleksleri oluşturmaktadır. Filtreleme işleminden sonra, organik bileşikler içeren siklodekstrin inklüzyon kompleksleri, atık sulardaki boya moleküllerini absorbe edebilmekte ve böylece çevreye yayılan suyun daha temiz olması sağlanmaktadır (Voncina 2011).

### **1.9.4 Siklodekstrinlerin Yıkama İşlemlerinde Kullanımı**

Yüzey aktif maddeler tekstil yüzeylerine uygulandıklarında bir kısmı liflerin yüzeyinde kalmakta ve adsorbe olan bu yüzey aktif maddeler, diğer işlem adımlarında tekstillerin özelliklerini olumsuz etkilemektedirler. Aşırı miktarda adsorbe edilen yüzey aktif maddelerin bir sonucu olarak, tekstilin boya alımı, ıslanabilirliği ve tekstil yüzeylerinin emiciliği olumsuz olarak etkilenmektedir. Siklodekstrinler veya türevleri, sulu çözeltide yüzey aktif maddelerle kompleks oluşturabilmekte ve bunların yüzeyden uzaklaşmalarını sağlamaktadırlar. Böylece yıkama sonunda tekstil materyalinin boya alımı ve absorpsiyon kuvveti artmaktadır (Buschmann ve diğ. 1998).

## 2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Wang ve Cai (2008), yaptıkları araştırmada, aynı özellikte iki adet selülozik kumaştan birine antibakteriyel etkiye sahip mikanazol nitrat molekülleri aşılarken diğer kumaşa ise, mikanazol nitrat ile  $\beta$ -siklodekstrin türevi (MCT- $\beta$ -CD) arasında oluşturulan inklüzyon kompleksini dahil etmişler ve her iki kumaşın antibakteriyel etkisini araştırmışlardır. Öncelikle mikanazol nitrat ile  $\beta$ -siklodekstrin türevinin belirli şartlar altında kompleks oluşturması sağlanmıştır. Elde edilen kompleks, selülozik kumaşa uygun reaksiyon koşullarında aktarılmıştır. Diğer kumaşa ise sadece mikanazol nitrat aşılacaktır. Her iki kumaş UV Spektroskopisi ile karakterize edilmiş ve üzerindeki mikanazol nitrat oranları HPLC analizi ile tespit edilmiştir. HPLC analizine göre Monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin-mikanazol nitrat kompleksinin aşıldığı kumaşa daha yüksek oranda mikanazol nitrat bulunduğu görülmüştür. Her iki kumaşa yapılan antibakteriyel testler incelendiğinde, Monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin-mikanazol nitrat kompleksi bulunan kumaşın 10 yıkama sonunda dahi antibakteriyel etkisini % 70 oranında koruduğu, sadece mikanazol nitrat bulunan kumaşın antibakteriyel etkisinin ise kalmadığı belirlenmiştir.

George ve diğ. (2010), yaptıkları çalışmada, gümüş nanopartiküllerini suda çözünür hale getirmiş ve gümüş nanopartiküllerin  $\beta$ -siklodekstrin boşlukları içinde kompleksleşmesini sağlamıştır.  $\beta$ -siklodekstrin-gümüş nanopartikül kompleksinin oluşumu, spektroskopik ve mikroskopik analizlerle karakterize edilmiştir. Kompleksleşmiş gümüş nanopartiküllerin antibakteriyel etkinliği, *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Serratia marcescens*, *Escherichia coli* ve *Klebsiella pneumoniae* bakterilerine ve mantarlarına karşı test edilmiştir. Burada elde edilen sonuçlar, gümüş nanopartiküllerin  $\beta$ -siklodekstrin ile yaptığı kompleksleşmenin etkin antibakteriyel ve antifungal aktivitesini açıkça göstermiştir.

Jaiswal ve diğ. (2010), yaptığı bir çalışmada gümüş tuzlarından elde ettikleri gümüş nanopartikülleri (AgNP) ile  $\beta$ -siklodekstrinler arasında farklı konsantrasyonlarda inklüzyon kompleksi oluşturmuş ve oluşan kompleksleri fiziksel olarak karakterize etmiştir. Ayrıca oluşan komplekslerin *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* ve *Staphylococcus aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel

aktiviteleri, agar difüzyon yöntemleri ile test edilmiştir.  $\beta$ -siklodekstrinler ile gümüş nanopartiküllerin oluşturdukları kompleksler, UV, FTIR, DLS ve SEM ile analiz edilmiş ve kompleksleşme doğrulanmıştır. Antibakteriyel sonuçlara bakıldığında,  $\beta$ -siklodekstrin ile birlikte gümüş nanopartiküllerin kullanımının, sadece gümüş nanopartikül kullanımına göre daha fazla etkili olduğu görülmüş ve nanopartiküllerin boyutları ile konsantrasyon oranlarının bu antibakteriyel aktivitede etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Abdel-Halim ve diğ. (2011), yaptıkları çalışmada, glisidil metakrilat / monoklorotriazinil- $\beta$ -siklodekstrin (GMA / MCT- $\beta$ -CD) molekülleri arasında kompleks oluşumu sağlamış ve oluşturulan kompleksler doğrusal elektron ışını kullanılarak ışınlama tekniği ile pamuklu kumaşlara aktarılmıştır. Daha sonra bu kumaşlara kloroheksidin diasetat antibakteriyel ajanı verilerek antibakteriyel özellik kazandırılmıştır. Hazırlanan kumaşların antibakteriyel etkileri test edilmiştir. Antibakteriyel ajan verilen kumaşların, GMA / MCT- $\beta$ -CD kompleks molekülleri aktarılan kumaşlara ve sadece GMA molekülleri bulunan kontrol kumaşlarına göre çok daha iyi antibakteriyel aktivite gösterdiği bulunmuştur. Öte yandan, kumaş üzerine sabitlenmiş MCT- $\beta$ -CD moleküllerinin miktarı arttıkça, kumaşa bağlanan antibakteriyel ajanın miktarının ve buna bağlı olarak kumaşın antibakteriyel aktivitesinin arttığı bulunmuştur. Bu çalışmada bildirilen sonuçlar, antibakteriyel ajan ile yüklenmiş GMA / MCT- $\beta$ -CD kompleks moleküllerine sahip kumaşların, beş yıkamadan sonra bile antibakteriyel aktivitelerinin iyi bir şekilde korunduğunu göstermiştir.

Selvam ve diğ. (2012), yaptıkları çalışmada, doğal  $\beta$ -siklodekstrinlerin sülfürik asit ile kimyasal işlemi neticesinde sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin elde etmişlerdir. Elde edilen sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrinin pamuklu kumaşa çapraz bağlayıcı (EDTA) ile bağlanması sağlanmıştır. Daha sonra çinko nitrattan çinko oksit (ZnO) nanopartikülleri, titanyum izopropoksitten titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) nanopartikülleri ve gümüş nitrattan gümüş nanopartiküller (AgNP) elde edilerek, kumaşlara bağlanan sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrinler ile kompleks oluşturulmuştur. Kompleksleşme XRD, UV ve SEM analizleri ile karakterize edilmiş ve komplekslerin varlığı kanıtlanmıştır. Pamuklu kumaşlara sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrinlerin çapraz bağlama ve aynı kumaşları nanopartiküller ile kaplama işlemleri FTIR ve SEM analizi ile incelenmiştir.

Ardından gram pozitif (*S. aureus*) ve gram negatif (*E. coli*) bakterilere karşı kumaşın antibakteriyel etkisi test edilmiştir. Çalışma sonucunda sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrinlerin çapraz bağlandığı ve ZnO nanoparçacıkları kaplı kumaşın test edilen diğer kumaşlara göre daha iyi antibakteriyel etkiye sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

Sundrarajan ve Rukmani (2012), yaptıkları çalışmada, timol molekülleri ve monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin (MCT- $\beta$ -CD) molekülü ile oluşturulan inklüzyon kompleksini organik pamuklu kumaşa aşılama ve kumaşın antibakteriyel etkisini incelemiştir. Oluşan kompleksin karakterizasyonu, UV ve FTIR Spektroskopileri ile analiz edilmiş ve kumaş üzerinde  $\beta$ -siklodekstrin türevi ve timol moleküllerinin varlığı doğrulanmıştır. Kumaşa hapsedilen timol moleküllerinin seviyesi, HPLC analizi ile kantitatif olarak belirlenmiştir. Ardından gram pozitif (*S.aureus*) ve gram negatif (*E. coli*) bakterilere karşı kumaşın antibakteriyel etkisi ve yıkama sonrası dayanımı test edilmiştir. Çalışma sonucunda, monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin ile timol molekülleri arasında oluşan kompleksin aktarıldığı kumaşın 10 yıkama işleminden sonra bile antibakteriyel özelliğini koruduğu görülmüştür.

Wang ve diğ. (2012), yaptıkları çalışmada,  $\beta$ -siklodekstrin ve gümüş nanopartikülleri içeren poliakrilonitril (PAN) nanoliflerini, elektrospinleme yöntemi ile elde etmişlerdir. Nanoliflerin morfolojisi Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile karakterize edilmiştir. Antibakteriyel özellikler, Gram pozitif *Staphylococcus aureus* ve Gram negatif *Escherichia coli* bakterilerine karşı araştırılmıştır. Sonuç olarak, gümüş nanopartiküller ve  $\beta$ -siklodekstrin kompleksi içeren PAN nanoliflerinin, güçlü antibakteriyel aktivite gösterdiği belirtilmiştir.

Peila ve diğ. (2013), yaptıkları çalışmada,  $\beta$ -siklodekstrin ile triklosan ajanları arasında iki farklı yöntemle inklüzyon kompleksleri oluşturmuş ve bu kompleksleşmeyi pamuklu kumaşlara aşılamaşlardır. Kompleksleşme sonunda elde edilen pamuklu kumaşların yıkama öncesi ve 60 °C'de 40 dk boyunca yıkandıktan sonraki antibakteriyel etkileri, AATCC Test Metodu'na göre değerlendirilmiştir. Bu iki yöntemden birincisinde, monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin (MCT- $\beta$ -CD) moleküllerini içeren çözelti, pamuklu kumaş üzerine aşılamaş daha sonra triklosan ajanının bulunduğu su / etanol çözeltisi içinde ıslatılmış ve triklosan ajanlarının kumaş üzerindeki  $\beta$ -siklodekstrin boşluklarına girmesi sağlanmıştır. İkinci yöntemde ise,

önce triklosan ajanları ve  $\beta$ -siklodekstrin sulu çözeltisi hazırlanmış ve kompleksleşme sağlanmıştır. Ardından inklüzyon kompleksi kumaş üzerine aşılanmıştır. Her iki yöntemin sonunda elde edilen kumaşların dayanıklı antibakteriyel etkiler üretip üretmediği incelenmiş ve SEM görüntüleri ile analiz edilmiştir. Çalışma sonunda, triklosan ajanlarının  $\beta$ -siklodekstrin ile oluşturduğu inklüzyon kompleksinin dahil edildiği kumaşın antibakteriyel etkisinin, önce  $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin aşılandığı daha sonra triklosan ajanlarının dahil edildiği kumaşa göre daha yüksek çıktığı görülmüştür. Buna bağlı olarak,  $\beta$ -siklodekstrinlerin kumaşa aşılandıktan sonra boşluklarına daha az erişilebilir olduğundan inklüzyon komplekslerinin antibakteriyel etkisinin yıkama sonrası dayanımının daha az olduğu gözlemlenmiştir.

Popescu ve diğ. (2013), yaptıkları çalışmada, iyonik formdaki gümüş ( $\text{Ag}^+$ ) ile indirgenmiş durumdaki ( $\text{Ag}^0$ ) gümüş moleküllerinin monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin (MCT-CD) ile kompleks oluşturmasını sağlamış ve oluşan bu kompleksleri selülozik kumaşa aşılamıştır. İki gümüş formunun oluşturduğu komplekslerin stabilitesi, aşılanan kumaşların antibakteriyel etkisi ve yıkama dayanımı araştırılmıştır. Monoklorotriazin- $\beta$ -siklodekstrin ile gümüş moleküllerinin oluşturduğu kompleksler, FTIR Spektroskopisi ile analiz edilmiş ve kompleksleşmelerin gerçekleştiği gözlemlenmiştir. MCT- $\beta$ -CD ile kompleksleşen  $\text{Ag}^0$  ve  $\text{Ag}^+$  molekülleri ile işlem görmüş kumaşların, *Escherichia coli* ile *Staphylococcus aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu ancak  $\text{Ag}^+$  moleküllerinin biraz daha etkin olduğu belirlenmiştir. İşlem görmüş kumaşlar, 10 kez yıkanmış ve inhibisyon bölgelerinin çapının yıkamaya tabi olmayan kumaşlarınkine yakın olduğu görülmüştür.

Priya ve diğ. (2013), yaptıkları çalışmada, 5, 10 ve 15 mM olmak üzere üç farklı  $\beta$ -siklodekstrin çözeltisi ile gümüş nitrattan kimyasal yöntemlerle hazırlanmış oldukları gümüş nanopartikülleri (AgNP) arasında inklüzyon kompleksi oluşturmuş, komplekslerin XRD ve SEM analizlerini yapmış ve antibakteriyel etkilerini araştırmışlardır. Çalışmada, gümüş nanopartiküller ile kompleksleşen  $\beta$ -siklodekstrinlerin antibakteriyel aktivitesinde, kompleks oluşturulmamış gümüş nanopartiküllere kıyasla bir artışın meydana geldiği belirtilmiştir. Ayrıca  $\beta$ -siklodekstrin konsantrasyonu arttıkça bu antibakteriyel aktivitenin daha da arttığı yani

15 mM konsantrasyonlu  $\beta$ -siklodekstrinin 5 mM konsantrasyonlu  $\beta$ -siklodekstrine göre daha etkili antibakteriyel sonuçlar verdiği tespit edilmiştir.

Andrade ve diğ. (2014), yaptıkları çalışmada glikoz, sodyum hidroksit ve  $\beta$ -siklodekstrin varlığında sulu bir gümüş nitrat çözeltisinden gümüş nanopartiküller sentezlemiştir. Raman Spektroskopisi,  $\beta$ -siklodekstrinin hidroksil grupları ve gümüş nanopartiküllerinin yüzeyi arasındaki etkileşimi doğrulamıştır. Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüleri, ortalama 28.0 nm çapında küresel nanopartiküller elde edildiğini göstermiştir. Bunun dışında, nanopartikülleri çevreleyen  $\beta$ -siklodekstrin katmanının yeni bir karakterizasyonu, Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) ile Elektron Spektroskopisi görüntülemesine dayanan tamamlayıcı Analitik Elektron Mikroskopisi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Mikroskop görüntülerinde, nanopartikülleri kaplayan düzgün ve etkileşimli bir  $\beta$ -siklodekstrin katmanının varlığını gösteren karbon ve oksijenin varlığı kanıtlanmıştır. Antibakteriyel aktivite testleri ile de *E. coli* bakterisine karşı yüksek bakterisidal aktivite olduğu saptanmıştır.

Aytaç ve diğ. (2014), tarafından yapılan çalışmada çok iyi antibakteriyel etkiye sahip olduğu bilinen Alil izotiyosiyanat (AITC) ve AITC ile birlikte oluşturulan  $\beta$ -siklodekstrin inklüzyon kompleksleri, Polivinil Alkol (PVA) nano liflerine dahil edilmiştir. SEM görüntüleri, AITC ve AITC /  $\beta$ -siklodekstin inklüzyon komplekslerinin polimer matrisine dahil edilmesinin, PVA nanoliflerinin morfolojisini etkilemediğini göstermiştir. *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* bakterileri üzerinde yapılan antibakteriyel test sonuçlarına bakıldığında PVA nano liflerine dahil edilen AITC /  $\beta$ -siklodekstin inklüzyon komplekslerinin, PVA nano liflerine dahil edilen AITC moleküllerinden daha etkili antibakteriyel aktiviteye sahip olduğu sonucuna varılmıştır.

Çelebioğlu ve diğ. (2014<sup>a</sup>), yaptıkları bir çalışmada, polivinilalkol çözeltisinde gümüş nitrattan gümüş nanopartiküller (AgNP) elde etmiş ve elektrospinleme yöntemi ile PVA / Ag-NP nanoliflerini üretmiştir. Ardından, bu liflere hidroksipropil- $\beta$ -siklodekstrin (HP- $\beta$ -CD) ilave edilerek PVA / HP- $\beta$ -CD / Ag-NP nanolifleri üretilmiş ve bu nanoliflerin antibakteriyel özellikleri test edilmiştir. HP- $\beta$ -CD ilavesi ile daha küçük boyutta Ag nanopartiküller elde edilebildiği için antibakteriyel etkinlik, PVA / AgNP nanoliflerinden daha iyi bulunmuştur.



Çelebioğlu ve diğ. (2014<sup>b</sup>), yaptıkları çalışmada, herhangi bir taşıyıcı polimerik matris kullanmadan, antibakteriyel madde olan triklosan ile bazı siklodekstrinler ve bazı türevleri arasında inklüzyon kompleksleri oluşturmuş ve elektrospinleme yöntemi sonucunda nanolifler elde etmişlerdir. Çalışma sonucunda, triklosan / HP- $\beta$ -CD ve triklosan / HP- $\gamma$ -CD inklüzyon kompleksli nanoliflerin, gram negatif (*Escherichia coli*) ve gram pozitif (*Staphylococcus aureus*) bakterilere karşı kompleks oluşturulmamış saf triklosana kıyasla daha iyi antibakteriyel aktivite gösterdiği görülmüştür. Ayrıca triklosan ve siklodekstrinler ile elde edilen kompleksleşmenin varlığı SEM, FTIR, NMR, XRD, DSC ve TGA analizleri ile doğrulanmıştır. Triklosanın HP- $\gamma$ -CD ile kompleksleşme verimliliğinin HP- $\beta$ -CD'den daha düşük olduğu kaydedilmiştir.

Bozacı ve diğ. (2017), yaptıkları bir çalışmada, triklosan bazlı antibakteriyel ajanları,  $\beta$ -siklodekstrinler ile plazma modifikasyonu ve farklı kombinasyonları ile pamuklu kumaşa aşılamıştır. Sırasıyla işlem görmemiş pamuklu kumaş, sadece antibakteriyel ajan aşılanmış pamuklu kumaş, antibakteriyel ajan ile  $\beta$ -siklodekstrin kompleksi aşılanmış pamuklu kumaş ve plazma modifikasyonu yapılmış antibakteriyel ajan /  $\beta$ -siklodekstrin komplekslerinin aşılandığı pamuklu kumaşların antibakteriyel aktivite, yıkama dayanımı ve beyazlık derecesine bakılmış ve sonuçları analiz edilmiştir. Çalışma sonucunda yıkama dayanımı en iyi ve uzun süreli antibakteriyel etki, plazma modifikasyonu yapılmış, antibakteriyel ajan /  $\beta$ -siklodekstrin komplekslerinin aşılandığı pamuklu kumaşta elde edilmiştir. SEM analizi de  $\beta$ -siklodekstrin ve triklosan bazlı antibakteriyel madde parçacıklarının inklüzyon kompleksinin pamuk yüzeyine aşılandığını ve plazma modifikasyonunun stabiliteyi desteklediğini göstermiştir.

Aubert-Viard ve diğ. (2020), yaptıkları çalışmada, yara iyileşme sürecinde hem uzun süreli antibakteriyel etkinlik sağlayan hem de antiseptik ajan olarak klorheksidin salgılayabilen bir yara örtüsü tasarlamıştır. Öncelikle poliester dokusuz yüzey kumaş, genipin ile çapraz bağ kurularak kitosanla modifiye edilmiştir. Daha sonra bu kumaş Metillenmiş  $\beta$ -siklodekstrin ve kitosan moleküllerinden oluşan çözelti ile katman katman kaplanarak çok katmanlı bir yapı oluşturulmuştur. Oluşturulan katmanlı yapıya antiseptik ajan olarak klorheksidin eklenmiştir. Daha sonra elde edilen bu çok katmanlı kumaşın gram pozitif (*S. aureus*) ve gram negatif (*E. coli*) bakterilerine karşı

antibakteriyel etkisi test edilmiştir. Antibakteriyel test sonuçlarından yara örtüsünün birkaç hafta boyunca bakterilere karşı etkin bir antibakteriyel etkinlik gösterdiği, 7 gün boyunca klorheksidin salımı ile antiseptik etkiye sahip olduğu ve katmanların daha fazla artırılması ile antibakteriyel etkinin daha uzun süre korunduğu sonuçlarına ulaşılmıştır.

### 3. MATERYAL VE METOT

#### 3.1 Materyal

##### 3.1.1 Kullanılan Kumaşlar

Deneysel çalışmalarda kullanılan kumaşın özellikleri Tablo 3.1’de gösterilmektedir.

**Tablo 3.1:** Kullanılan kumaşın özellikleri

<b>Lifin Cinsi</b>	% 100 Pamuk
<b>Doku Tipi</b>	1/3 Dimi
<b>Gramajı (g/m<sup>2</sup>)</b>	245
<b>Çözümlü İpliği Sıklığı (iplik/cm)</b>	45
<b>Atkı İpliği Sıklığı (iplik/cm)</b>	20
<b>Ön İşlem</b>	Kasar + Yıkama + Kurutma

##### 3.1.2 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneysel çalışmalarda kullanılan kimyasallar Tablo 3.2’de gösterilmiştir.

**Tablo 3.2:** Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri

<b>Kimyasal Madde</b>	<b>Özellikleri ve Üretici Firma</b>
$\beta$ -Siklodekstrin (Kleptose)	1135 g/mol, Roquette
Sülfürik Asit (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	% 95 - % 98, Tekkim
Kalsiyum Karbonat (CaCO <sub>3</sub> )	% 98, 100.09 g/mol, Aromel Kimya
Sodyum Karbonat (Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> )	105.99 g/mol, Riedel-De Haen
Asetik Asit (CH <sub>3</sub> COOH)	% 99, Sigma Aldrich
Etil Alkol (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH)	% 96, Merck
Aseton	% 99.5, Sigma Aldrich
Gümüş Nanopartiküller (AgNP)	% 99.99, 18nm, Nanografi
EDTA (Titriplex III)	292.25 g/mol, Emir Kimya

### 3.1.3 Kullanılan Cihazlar

Laboratuvar çalışmalarında kullanılan cihazlar ve test ölçüm cihazları Tablo 3.3'te gösterilmiştir.

**Tablo 3.3:** Laboratuvar çalışmalarında kullanılan cihazlar

Cihaz Adı	Marka / Model
Hassas Terazi	AND / FZ-500i
Manyetik Karıştırıcı	MTOPS / HS15-26P
Fulard (Pnömatik Emdirme Makinesi)	PROSER / Y002
Gergefli Kurutucu (Ramöz)	PROSER / Y003
Etüv	NÜVE / FN 120
Yıkama Makinesi	SDL ATLAS / M228
Kopma Mukavemeti ve Uzama Ölçümü	Tinius Olsen / H10K
Sabit Açılı Eğilme Ölçeri	SDL Atlas / M003B
Spektrofotometre	DataColor / 600TM
Dijital Pnömatik Sertlik Cihazı	Prowhite Stiffness Tester
Kalınlık Ölçer	Louis Schopper Automatic Micrometer
FT-IR Cihazı	Thermo Nicolet iS50
Püskürtmeli Kaplama Cihazı	Quorum Q150R ES
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	Zeiss Supra 40VP

## 3.2 Metot

### 3.2.1 $\beta$ -Siklodekstrin Türevinin Hazırlanması

Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin türevi Yang (2009) tarafından belirtilen yöntemle uygun şekilde aşağıdaki adımlar izlenerek hazırlanmıştır.

10 g  $\beta$ -siklodekstrin, 3 ml % 95-98 saflık oranında Sülfürik Asit ( $H_2SO_4$ ) ile 0-5 °C sıcaklıkta bir buz banyosunda 30 dk aralıklarla karıştırılarak 2 sa boyunca bekletilmiştir. Sülfürik asidin fazlası 1 N (5 g / 100 ml) Kalsiyum Karbonat ( $CaCO_3$ ) çözeltisi ile arındırılmıştır. Elde edilen çözelti filtre kâğıdı ile süzülmüştür. Filtrelemeden sonra filtre kâğıdında kalan partiküller, spatül yardımıyla farklı bir behere alınmıştır ve üzerine % 95 etanol (95 ml etanol + 5 ml saf su) eklenmiştir. Elde edilen çözelti, gece boyunca 0-5 °C'de tutularak buzdolabında bekletilmiştir.

Ertesi gün, gece boyunca bekletilmiş olan bu çözeltideki etil alkol filtre kâğıdı ile süzülmüştür. Daha sonra filtre kâğıdında kalan çökelti spatül yardımıyla farklı bir behere alınmıştır. Çökeltiyeye sodyum karbonat ( $Na_2CO_3$ ) eklenerek çökelti pH'ının 10.5 değerine gelmesi sağlanmıştır ve 2 sa boyunca bu pH değerinde bekletilmiştir. 2 sa sonunda karışımın üzerine asetik asit ( $CH_3COOH$ ) damlatılarak, karışımın pH'ının nötrleştirilmesi sağlanmıştır. Nötrleşen çökelti önce etil alkol daha sonra aseton ile karıştırılmış ve filtre kâğıdı ile süzülmüştür. Süzme işleminden sonra filtre kâğıdında kalan partiküller, etüvde 110 °C'de yaklaşık 45 dk süre boyunca kurutulmuştur.

### 3.2.2 Bitim İşlemleri

Kumaşlara uygulanan bitim işlemleri Tablo 3.4'te gösterilmiştir.

**Tablo 3.4:** Kumaşlara uygulanan bitim işlemleri

<b>Kumaş No</b>	<b>1. Adım</b>	<b>2. Adım</b>
<b>1. Kumaş AgNP</b>	50 mg/lt AgNP 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C'de 5 dk Fiksaj 140 °C'de 3 dk	-
<b>2. Kumaş β-CD / AgNP</b>	% 5 β-CD 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk	50 mg/lt AgNP 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk
<b>3. Kumaş S-β-CD / AgNP</b>	% 5 S-β-CD 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk	50 mg/lt AgNP 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk
<b>4. Kumaş β-CD / AgNP / EDTA</b>	% 5 β-CD + 5 g / l EDTA 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk	50 mg/lt AgNP 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk
<b>5. Kumaş S-β-CD / AgNP / EDTA</b>	% 5 S-β-CD + 5 g / l EDTA 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk	50 mg/lt AgNP 15 dk daldırma işlemi Emdirme AF % 90 Kurutma 80 °C 5 dk Fiksaj 140 °C 3 dk

1. adım uygulamaları için öncelikle 1 adet atkı yönünde ve 2 adet çözgü yönünde olmak üzere 35 cm x 30 cm ebatlarında toplam 18 adet test kumaşları kesilerek hazırlanmıştır. Daha sonra 5 farklı çözelti hazırlanmıştır. Hazırlanan;

1. Çözelti: 50 mg/l (15 mg) gümüş nanopartikül (AgNP) ile 300 ml saf su bir beher içerisine koyularak hazırlanmıştır.

2. Çözelti: 300 ml saf su içerisine 15 g  $\beta$ -siklodekstrin koyularak hazırlanmıştır.

3. Çözelti: 300 ml saf su içerisine 15 g sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin koyularak hazırlanmıştır.

4. Çözelti: 300 ml saf su içerisine 15 g  $\beta$ -siklodekstrin + 1,5 g EDTA koyularak hazırlanmıştır.

5. Çözelti: 300 ml saf su içerisine 15 g sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin + 1,5 g EDTA koyularak hazırlanmıştır.

Tüm bu çözeltiler manyetik karıştırıcıda gece boyunca karıştırılmaya bırakılmış ve ertesi gün hazırlanan her bir çözeltinin pH değerlerine bakılmıştır. Tablo 3.5'te ölçülen pH değerleri gösterilmiştir.

**Tablo 3.5:** 1. Adımdaki çözeltiler ve çözeltilerin pH değerleri

1. Adımdaki Çözelti	pH Değeri
1. Çözelti: Saf Su + AgNP	5
2. Çözelti: Saf Su + $\beta$ -CD	5
3. Çözelti: Saf Su + S- $\beta$ -CD	11
4. Çözelti: Saf Su + $\beta$ -CD + EDTA	10
5. Çözelti: Saf Su + S- $\beta$ -CD + EDTA	12

Hazırlanan çözeltiler, oda sıcaklığında sırasıyla bir kaba dökülmüş ve üçer adet (2 adet çözgü yönünde kesilen, 1 adet atkı yönünde kesilen) kumaş bu çözeltilerin içerisine daldırılmış ve 15 dk boyunca eşit şekilde ıslanması sağlanmıştır.

Emdirme işlemi, AF % 90 olacak şekilde yatay pnömatik emdirme makinesinde 1.5 bar basınç ayarında gerçekleştirilmiştir. Emdirme işleminin yapıldığı pnömatik emdirme makinesi Şekil 3.1’de gösterilmiştir.



**Şekil 3.1:** Pnömatik emdirme makinesi

Kurutma işlemi, 80 °C’de 5 dk olacak şekilde laboratuvar tipi ramöz makinesi ile yapılmıştır. Kurutma işleminin yapıldığı ramöz makinesi Şekil 3.2’de gösterilmiştir.



**Şekil 3.2:** Laboratuvar tipi ramöz makinesi

Kurutmanın ardından son adım olarak test kumaşlarına fiksaj işlemi uygulanmıştır. Bu işlem, kumaş yapısı ile verilen apre maddesi arasında kimyasal



bağlanmanın sağlanabilmesi için yüksek sıcaklık altında yapılmaktadır. Fiksaj işlemi ramözde, her kumaş için 140 °C sıcaklıkta 3 dk süre ile gerçekleştirilmiştir.

2. adım uygulamasında 2, 3, 4 ve 5 numaralı kumaşlara gümüş nanopartiküllerin (AgNP) aşılması sağlanması amaçlanmıştır, bu sebeple dört adet çözelti hazırlanmıştır. Bu çözeltiler 50 mg/l (15 mg) AgNP ile 300 ml saf su bir beher içerisine koyularak hazırlanmış ve çözeltilerin yaklaşık 1 sa boyunca manyetik karıştırıcı ile karıştırılması sağlanmıştır. Tablo 3.6'da kumaşların 2. adımdaki uygulamaları gösterilmiştir.

**Tablo 3.6:** Kumaşların 2. adımdaki uygulama planı

Kumaş No	2. Adımdaki Çözelti
2. Kumaş ( $\beta$ -CD)	Saf Su + AgNP
3. Kumaş (S- $\beta$ -CD)	Saf Su + AgNP
4. Kumaş ( $\beta$ -CD + EDTA)	Saf Su + AgNP
5. Kumaş (S- $\beta$ -CD + EDTA)	Saf Su + AgNP

Hazırlanan çözeltiler oda sıcaklığında sırasıyla bir kaba dökülmüş ve 2, 3, 4, 5 numaralı kumaşlar bu çözeltilerin içerisine daldırılmış ve 15 dk boyunca eşit şekilde ıslanması sağlanmıştır.

Daha sonra bu kumaşlara 1. adımda olduğu gibi 2. adımda da aynı şekilde emdirme işlemi, kurutma işlemi ve fiksaj işlemi uygulanmıştır.

### 3.2.3 Yıkama İşlemi

İşlem görmüş kumaşlar ortalarından kesilerek yıkama öncesi ve yıkama sonrası olarak ayrılmıştır. Yıkama sonrası olarak ayrılan kumaşlar tek tek hassas terazide tartılmış ve yıkama işlemi için 1:50 flote oranında sabunlu su çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan yıkama çözeltisi için 5 g/l granül sabun kullanılmıştır.

Hazırlanan yıkama çözeltisinin sıcaklığının 60 °C'ye ulaşması sağlanmıştır. Daha sonra test kumaşları kilitli yıkama tüplerine konulmuş ve üzerine her biri için farklı miktarlarda hazırlanan yıkama çözeltisi dökülmüştür. Tüpler daha sonra

Rotawash yıkama makinesine yerleştirilmiştir. Yıkama işlemi bir kere yapılmış ve ISO 105 C03 standardına uygun şekilde 60 °C sıcaklıkta 30 dk süre ile gerçekleştirilmiştir. Daha sonra yıkanmamış ve yıkanmış numuneler, antibakteriyel test analizine gönderilmiştir.

Yapılan antibakteriyel test analizi sonucunda en etkili çıkan numune (S-β-CD + AgNP + EDTA işlemi yapılan 5 numaralı numune) belirlenmiştir. Ancak yapılan antibakteriyel analiz, 60 °C'deki yıkama şartlarının ağır olduğunu göstermiştir. Bu nedenle tekrarlı yıkamalara 40 °C sıcaklıkta devam edilmiştir.

5 numaralı numuneye, 40 °C sıcaklıkta 1, 5 ve 10 tekrarlı yıkama işlemi yapılmıştır. Her yıkamanın ardından kumaş numuneleri 24 sa oda sıcaklığında kurumaya bırakılmış ve 24 sa sonunda tekrar yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Yıkama işlemi ISO 105 C01 standardına uygun şekilde 40 °C sıcaklıkta 30 dk süre ile gerçekleştirilmiştir.

Yıkama sonunda her bir kumaş 10 dk soğuk su ile durulama işlemi görmüş ve oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır.

Ardından tekrarlı yıkama yapılan kumaşlar yine antibakteriyel test analizine gönderilmiştir.

Yıkama işlemlerinin yapıldığı makinenin görüntüsü Şekil 3.3'te gösterilmiştir.



**Şekil 3.3:** Rotawash yıkama makinesi

### 3.2.4 Yüzde Ağırlık Değişiminin Belirlenmesi

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşlar ile işlem görmemiş kumaştan numuneler kesilmiş ve kesilen kumaşların ağırlıkları tek tek ölçülmüştür. Yapılan işlemler sonrasında kumaşlarda meydana gelen ağırlık değişimleri işlem yapılmamış kumaş numunesi referans alınarak aşağıdaki denklemde verilen (3.1) eşitlik yardımıyla hesaplanmıştır.

$$\frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100 \quad (3.1)$$

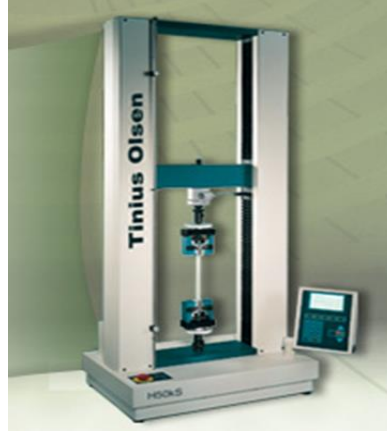
$W_1$  : İlk Ağırlık (g)

$W_2$  : Son Ağırlık (g)

Burada  $W_1$ , işlem yapılmamış kumaş numunesinin ağırlığı,  $W_2$  ise ağırlık farkı belirlenmek istenen ve sırası ile işlem uygulanan kumaş numunelerinin ağırlığıdır. Sonuçlar % değişim olarak kaydedilmiştir.

### 3.2.5 Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasının Belirlenmesi

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş ve görmemiş numunelerin kopma mukavemeti ve kopma uzaması ölçümleri Şekil 3.4'te gösterilen SDL Atlas H10KT test cihazında, TS EN ISO 13934-1 şerit yöntemine göre yapılmıştır. Bu yöntemde göre atkı ve çözgü yönlerinde 30 cm x 6 cm boyutunda numuneler hazırlanmış ve enleri 5 cm olana kadar her iki taraftan iplik sökülerek kenarları saçaklandırılmıştır. Mukavemet cihazında çeneler arası mesafe 20 cm'e ayarlanmıştır. Hazırlanan numuneler, çeneleri ortalayacak şekilde çenelere yerleştirilmiştir. Ardından hareketli çene harekete geçirilerek numune kopma noktasına kadar uzatılmıştır. Numune koptuktan sonra Newton cinsinden kopma mukavemeti ve mm cinsinden kopma uzaması değerleri belirlenmiştir.



**Şekil 3.4:** Kopma mukavemeti ve uzama ölçümü aleti

### 3.2.6 Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğinin Belirlenmesi

Numune kumaşların eğilme uzunluğunun ölçülmesi, Şekil 3.5'te gösterilen SDL Atlas / M003B sertlik ölçüm cihazında TS 1409 standardına göre yapılmıştır. Bu yöntemde, 2,5 cm x 15 cm boyutlarında şerit halinde hazırlanan numune bir ucundan tutulurken, diğer ucundan kendi ağırlığı ile serbest bırakılmıştır. Kumaş numunesinin ucu, yatayın altında 41,5° eğimli bir seviyeye ulaştığında sarkan uzunluk ölçülmüş ve bu uzunluk eğilme uzunluğunun iki katını vermiştir.

$$G = 0,1 \times W \times L^3 \quad (3.2)$$

G : Eğilme rijitliği (mg.cm)

W : Metrekare ağırlığı (g/m<sup>2</sup>)

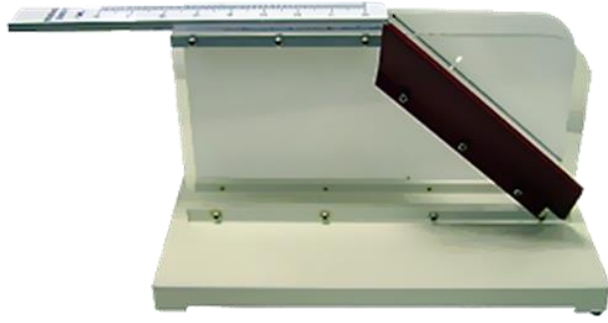
L : Eğilme uzunluğu (cm)

Kumaşın genel eğilme rijitliği ise aşağıdaki denklemde verilen (3.3) eşitlik yardımıyla hesaplanmıştır.

$$G_0 = \sqrt{G_A \times G_C} \quad (3.3)$$

G<sub>A</sub> : Atkı yönü ortalama eğilme rijitliği

G<sub>C</sub> : Çözü yönü ortalama eğilme rijitliği



**Şekil 3.5:** Sabit açılı eğilme ölçeri

### **3.2.7 Kumaşların Sertlik Değerlerinin Belirlenmesi**

Numune kumaşların sertlik değerlerinin ölçülmesi Şekil 3.6'da gösterilen pnömatik sertlik cihazı ile ölçülmüştür. Bitim işlemleri görmüş kumaşlar ile işlem görmemiş kumaştan 10 cm x 20 cm ebatlarında parçalar kesilerek ölçüm cihazına yerleştirilmiştir. Her bir kumaş numunesi ASTM D4032 standardına göre 4 kez ölçülmüş ve ortalama değerleri kayda geçirilmiştir.



**Şekil 3.6:** Prowhite Stiffness dijital pnömatik sertlik cihazı

### **3.2.8 Kumaşların Kalınlık Değerlerinin Belirlenmesi**

Numune kumaşların kalınlık değerleri Şekil 3.7'de gösterilen Louis Schopper Otomatik Mikrometre cihazı ile ölçülmüştür. Bitim işlemleri görmüş kumaşlar ile

işlem görmemiş kumaş numuneleri 4 kez ölçülmüş ve ortalama kalınlık değerleri belirlenmiştir.



**Şekil 3.7:** Kalınlık ölçüm cihazı

### 3.2.9 Beyazlık - Sarılık Değerlerinin Belirlenmesi

Yapılan bitim ve yıkama işlemlerinin kumaşın renginde ne kadar sararmaya veya beyazlık azalmasına neden olduğunu belirlemek için işlemlenmiş ve işlenmemiş numune kumaşların beyazlık ve sarılık dereceleri Şekil 3.8’de gösterilen Spektrofotometre Data Color 600TM cihazı aracılığıyla ölçülmüştür. Beyazlık derecesi “Stensby” metodu ile sarılık derecesi ise “E 313” metodu kullanılarak belirlenmiştir. Işık kaynağı D65 10° açıyla kumaş üzerine düşürülerek ölçüm gerçekleştirilmiştir.



**Şekil 3.8:** Spektrofotometre Data Color 600TM

### 3.2.10 Antibakteriyel Etkinin Belirlenmesi

Bitim işlemleri uygulanan kumaşların yıkama öncesi ve yıkama sonrası antibakteriyel etkilerinin ölçümleri AATCC 100 metoduna göre gram pozitif (*S. aureus*) ve gram negatif (*E. coli*) bakterilerine karşı yapılmıştır.

### 3.2.11 Fourier Dönüümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR) Analizi

$\beta$ -siklodekstrin ile Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin tozlarının Fourier Dönüümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) analizleri Şekil 3.9'da gösterilen Thermo Nicolet iS50 FTIR cihazında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.9: Nicolet iS50 FT-IR Cihazı

### 3.2.12 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analizi

Numune kumaşların Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) altında görüntülerinin incelenmesinin öncesinde kumaşların üzerindeki iletkenliğin artırılması ve SEM cihazı altındaki görüntülerinin daha net ve anlaşılır çıkmasının sağlanması için numune kumaşlar 6 dk boyunca altın ve paladyum (Au + Pd) ile kaplanmıştır.

Bu kaplama işlemi Şekil 3.10'da gösterilen Quorum Q150R ES cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



**Şekil 3.10:** Quorum Q150R ES püskürtmeli altın / karbon kaplama cihazı

Kaplama işleminden çıkan kumaşlar, Şekil 3.11'de gösterilen Zeiss Supra 40VP SEM cihazına yerleştirilmiş ve 10 kV EHT değerinde 2000x ve 5000x yakınlıktaki görüntüleri çekilmiştir.



**Şekil 3.11:** Zeiss Supra 40VP SEM Cihazı

İşlem görmüş ve işlem görmemiş kumaş numunelerin EDX analizi de aynı cihazda yapılmış ve kumaşlarda mevcut bulunan gümüş nanopartiküllerin yüzdesel miktarı ölçülmüştür.



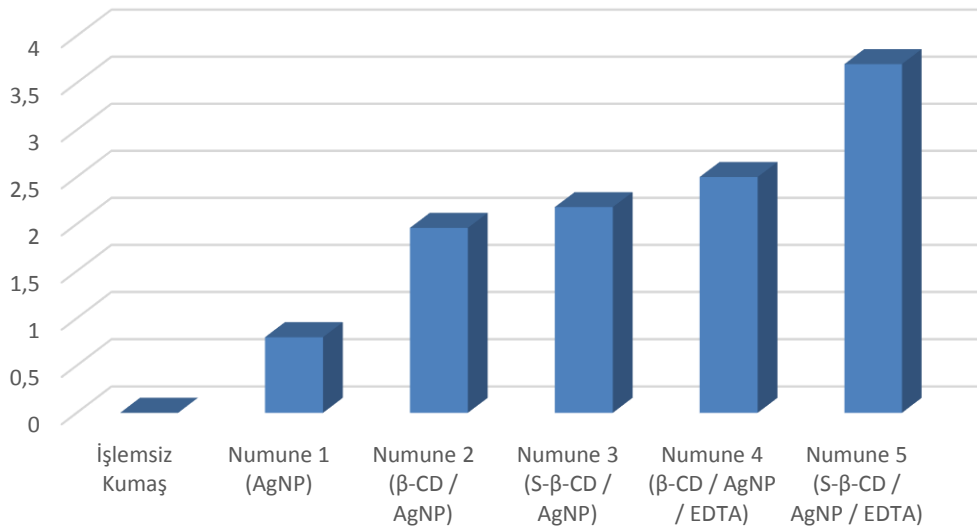
## 4. BULGULAR

### 4.1 Yüzde Ağırlık Değişimine İlişkin Bulgular

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş ve işlem görmemiş kumaştan numuneler kesilmiş, kesilen kumaşların ağırlıkları ölçülmüş ve işlem görmemiş kumaş numunesinin ağırlığı referans alınarak, yapılan işlemler sonrasında kumaşlarda meydana gelen ağırlık değişimleri Tablo 4.1’de ve Şekil 4.1’de gösterilmiştir.

**Tablo 4.1:** Kumaşların işlem sonrası ağırlık artış yüzdelik değerleri

Kumaşlar	Ortalama Ağırlık (gr)	% Ağırlık Değişimi
İşlemsiz Kumaş	0,917	-
1. Numune	0,925	0,8
2. Numune	0,935	1,96
3. Numune	0,937	2,18
4. Numune	0,940	2,50
5. Numune	0,951	3,70



**Şekil 4.1:** Kumaşların işlem sonrası ağırlık artış yüzdelik değerleri grafiği

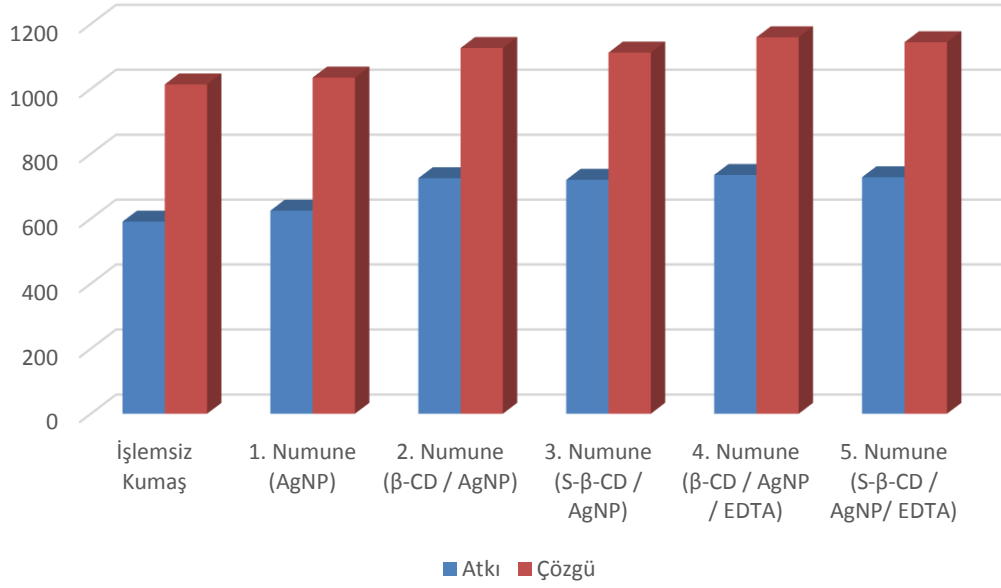
Yapılan işlemler sonrası % 0,8 ile % 3,70 arasında değişen oranlarda ağırlık artışı gözlenmiştir. Gümüşün kompleks oluşturup yüzeye çökme yaptığı göz önünde bulundurulduğunda ağırlık artışının meydana gelmesi beklenen bir durumdur. Ayrıca numune kumaşlara eklenen  $\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin ve EDTA kimyasalının kumaşların mevcut ağırlıklarını arttırdığı görülmüştür.

#### 4.2 Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasına İlişkin Bulgular

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşlar ile işlem görmemiş kumaşlarda atkı ve çözgü yönünde meydana gelen kopma mukavemeti ve kopma uzaması değişimleri Tablo 4.2’de verilmiştir. Atkı ve çözgü yönünde meydana gelen kopma mukavemeti değerlerinin değişim grafiği ise Şekil 4.2’de verilmiştir.

**Tablo 4.2:** Kopma mukavemeti ve kopma uzaması sonuçları

Kumaşlar	Kopma Uzaması		Kopma Mukavemeti		Kopma Mukavemeti Artışı	
	Atkı (%)	Çözgü (%)	Atkı (N)	Çözgü (N)	Atkı (%)	Çözgü (%)
<b>İşlemsiz Kumaş</b>	23,35	19,14	591	1014	-	-
<b>1. Numune</b>	15,77	15,94	625	1035	5,54	2,03
<b>2. Numune</b>	14,67	14,97	725	1126	18,56	9,97
<b>3. Numune</b>	15,03	15,47	720	1112	17,93	8,84
<b>4. Numune</b>	14,26	14,40	735	1159	19,67	12,51
<b>5. Numune</b>	14,76	15,30	728	1144	18,86	11,33



**Şekil 4.2:** Atkı ve çözgü yönünde kopma mukavemeti değerlerinin grafiği

Yapılan bitim işlemlerinin, kumaşların kopma mukavemeti değerlerini artırdığı gözlenmiştir.

Sadece gümüş nanopartikül verilmiş kumaştaki kopma mukavemeti artışı ise kumaşın kurutma ve fiksaj işlemleri için gergin şekilde ramöze verilmesi ve bu işlemler sırasında uygulanan sıcaklığın etkisine bağlanmıştır.

Pamuklu kumaşın kopma mukavemeti,  $\beta$ -CD kimyasalı verilmiş kumaşlarda belirgin şekilde artmıştır. Pamuklu kumaşın  $\beta$ -CD ile mukavemetinin artması,  $\beta$ -CD'nin pamuk lifi yapısına plastikleştirici etkisi ile açıklanabilmektedir.  $\beta$ -CD selüloz zincirleri arasındaki moleküller arası ve / veya molekül içi H bağıını bozarak selüloz zincirlerinin hareketinin kısıtlanmasını sağlamakta ve böylece kumaş mukavemetini arttırmaktadır (Setthayanond ve diğ. 2017).

Genel tablo göz önüne alındığında tüm numunelerde kopma mukavemeti artmasının (atki yönünde % 5,44 - % 19,67; çözgü yönünde % 2,03 - % 12,51) meydana geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

Kopma uzaması değerlerine bakıldığında ise bitim işlemleri uygulanmış kumaşların kopma uzaması değerlerinin işlemsiz kumaşın kopma uzaması değerlerine

göre düşük çıktığı gözlenmiştir. Bu durum, yapılan bitim işlemlerinin kumaşların tutumunu sertleştirmesine ve  $\beta$ -CD ve türevinin plastikleştirici etkisine bağlanmıştır.

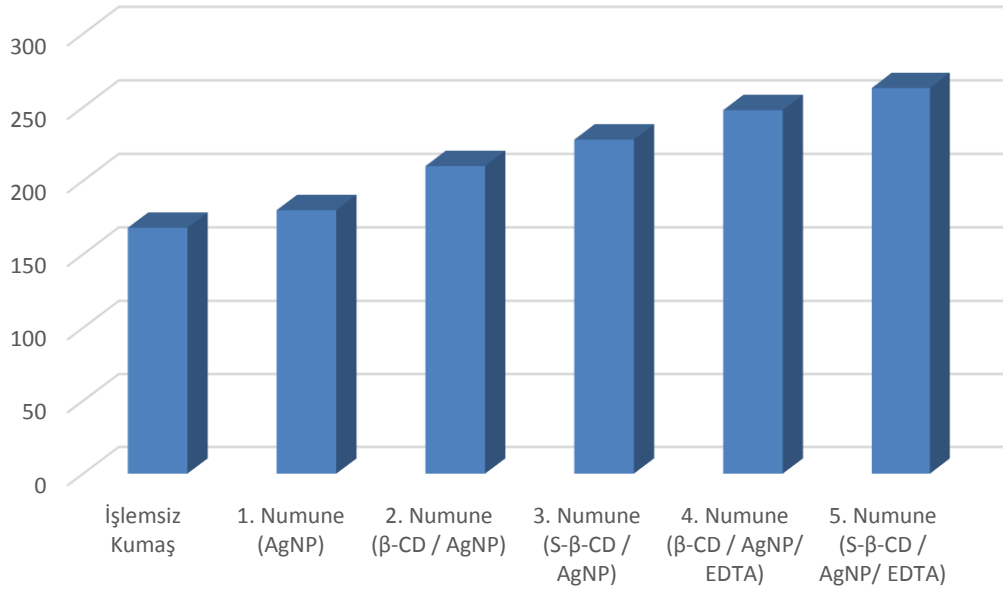
Yapılan bitim işlemlerinin kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerlerine etkisinin haricinde her bir kimyasalın da etkisi ayrıca değerlendirilmiştir. Kumaşların ayrıntılı kopma mukavemeti ve uzama değerlerine ait tablo EKLER bölümünün EK A kısmında verilmiştir.

### 4.3 Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğine İlişkin Bulgular

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşlarda ve işlem görmemiş kumaşta meydana gelen eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değişimleri Tablo 4.3'te verilmiştir. Genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği de Şekil 4.3'te verilmiştir.

**Tablo 4.3:** Eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği ölçüm sonuçları

Kumaşlar	Atkı Yönü		Çözümlü Yönü		Genel Eğilme Rijitliği (mg.cm)
	Eğilme Uzunluğu (cm)	Eğilme Rijitliği (mg.cm)	Eğilme Uzunluğu (cm)	Eğilme Rijitliği (mg.cm)	
İşlemsiz Kumaş	1,66	112,01	2,18	253,82	168,62
1. Numune	1,72	124,66	2,20	260,87	180,34
2. Numune	1,81	145,28	2,31	302,00	209,46
3. Numune	1,86	157,65	2,38	330,30	228,20
4. Numune	1,90	168,05	2,46	364,73	247,57
5. Numune	1,93	176,13	2,52	392,07	262,80



**Şekil 4.3:** Genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan bitim işlemleri sonrası kumaşların eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerlerinde artış meydana gelmiştir. Bu da bitim işlemlerinin kumaş tutumunda sertleşmeye neden olduğunu göstermektedir.

$\beta$ -CD ile türevinin uygulandığı kumaşlarda daha fazla artış göstermiştir. Ancak işlemsiz kumaş ile sadece AgNP uygulanan kumaş arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmamıştır.

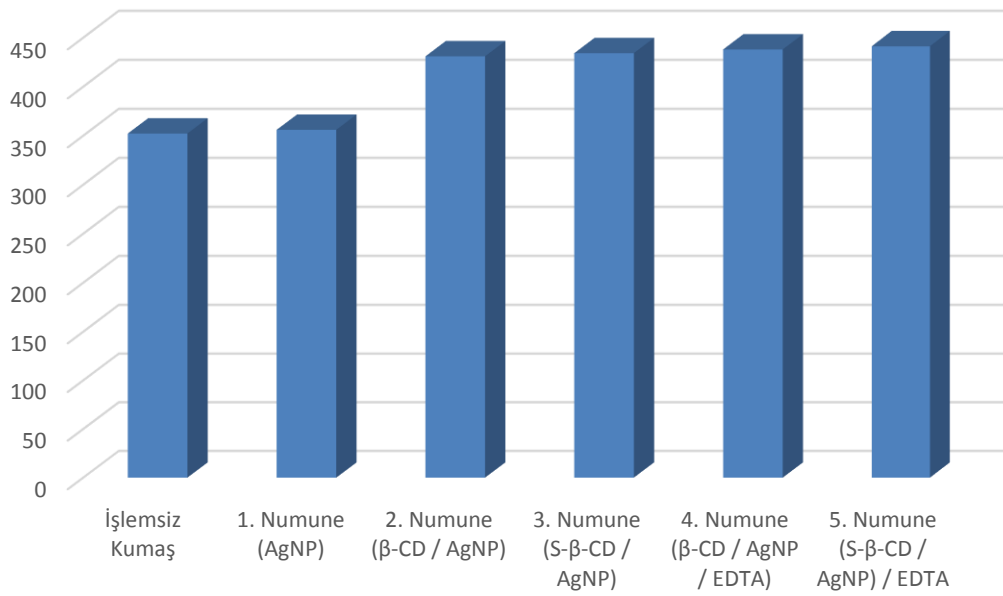
Genel anlamda bakıldığında tüm numunelerde kabul edilebilir seviyede tutum değişimi meydana geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

#### 4.4 Kumaşların Sertlik Değerlerine İlişkin Bulgular

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşlarda ve işlem görmemiş kumaşa meydana gelen sertlik değişimleri Tablo 4.4 ve Şekil 4.4'te verilmiştir.

**Tablo 4.4:** Kumaşların sertlik değerlerinin ölçüm sonuçları

Kumaşlar	Sertlik Değerleri (cN)
İşlemsiz Kumaş	352,25
1. Numune	356,00
2. Numune	431,00
3. Numune	434,25
4. Numune	438,00
5. Numune	441,25



**Şekil 4.4:** Kumaşların sertlik değerlerinin ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan bitim işlemleri sonrası kumaşların sertlik değerlerinde artış meydana geldiği görülmüştür.

$\beta$ -CD ile türevinin uygulandığı kumaşlarda sertlik değerleri daha fazla artış göstermiştir. Ancak işlemsiz kumaş ile sadece AgNP uygulanan kumaş arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmamıştır.

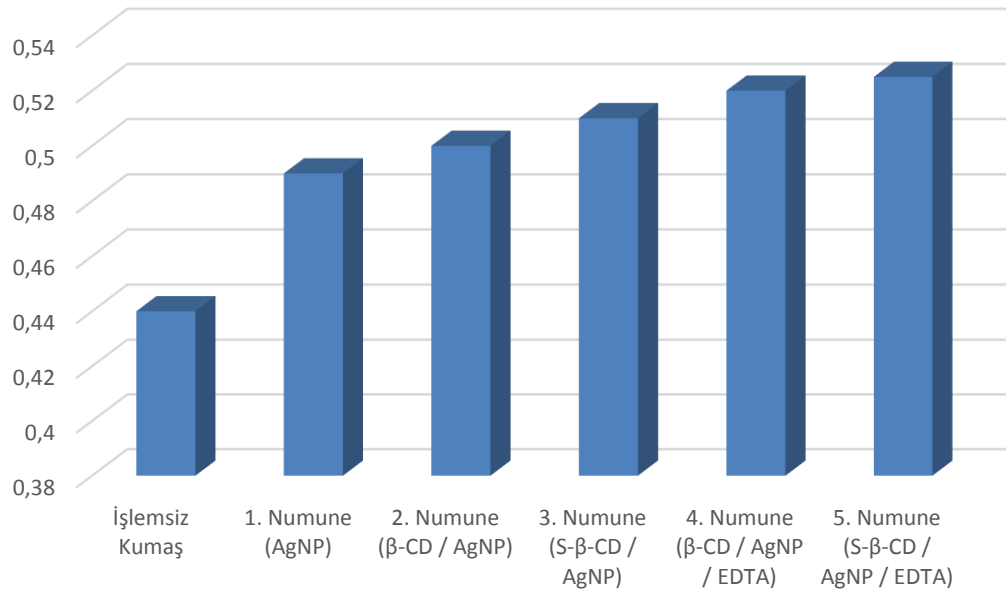
Genel anlamda bakıldığında tüm numunelerde kabul edilebilir seviyede tutum değişimi meydana geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

#### 4.5 Kumaşların Kalınlık Değerlerine İlişkin Bulgular

$\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşların ve işlem görmemiş kumaşın kalınlık değerleri Tablo 4.5 ve Şekil 4.5'te verilmiştir.

**Tablo 4.5:** Kumaşların kalınlık değerlerinin ölçüm sonuçları

Kumaşlar	Kalınlık (mm)
İşlemsiz Kumaş	0,440
1. Numune	0,490
2. Numune	0,500
3. Numune	0,510
4. Numune	0,520
5. Numune	0,525



**Şekil 4.5:** Kumaşların kalınlık değerlerinin ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan bitim işlemleri sonrasında işlem görmüş kumaşlarda işlemsiz kumaşa göre kalınlık artışı gözlenmiştir. Özellikle Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin kimyasalı verilen kumaş numunelerin diğer numunelere göre yüksek kalınlık değeri verdiği görülmüştür.

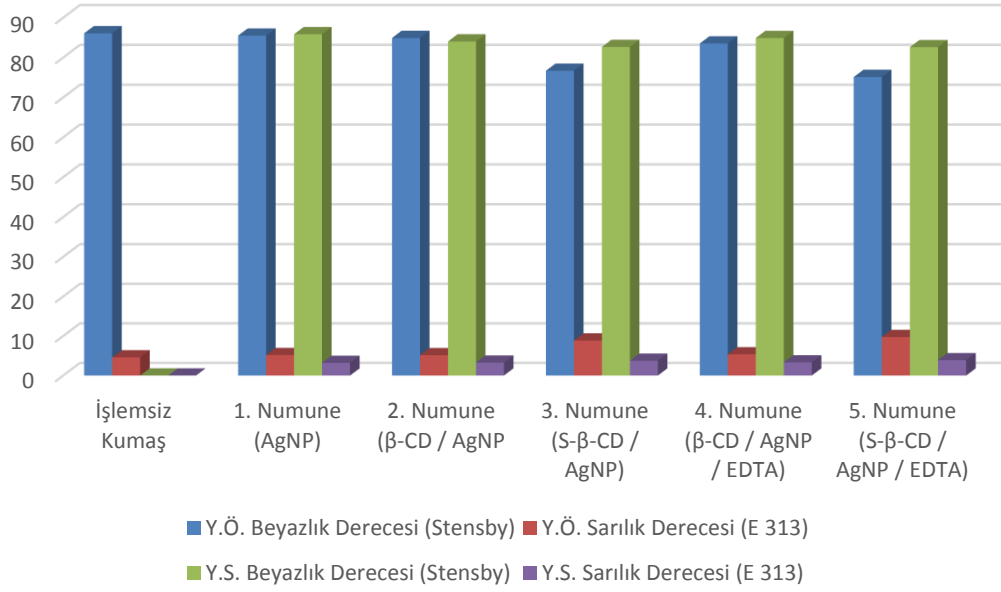
#### 4.6 Beyazlık - Sarılık Değerlerine İlişkin Bulgular

İşlem görmemiş kumaş ile  $\beta$ -siklodekstrin, Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, EDTA ve gümüş nanopartiküller ile işlem görmüş kumaşların yıkama öncesi ile 40 °C ve 60 °C sıcaklıkta yıkamaları yapılmış numunelerin beyazlık-sarılık değerleri Tablo 4.6'da gösterilmiştir. Kumaşların yıkama öncesi ile 40 °C sıcaklıkta yıkama sonrasında beyazlık-sarılık değerleri grafiği Şekil 4.6'da, 60 °C sıcaklıkta yıkama sonrasında beyazlık-sarılık değerleri grafiği ise Şekil 4.7'de verilmiştir.

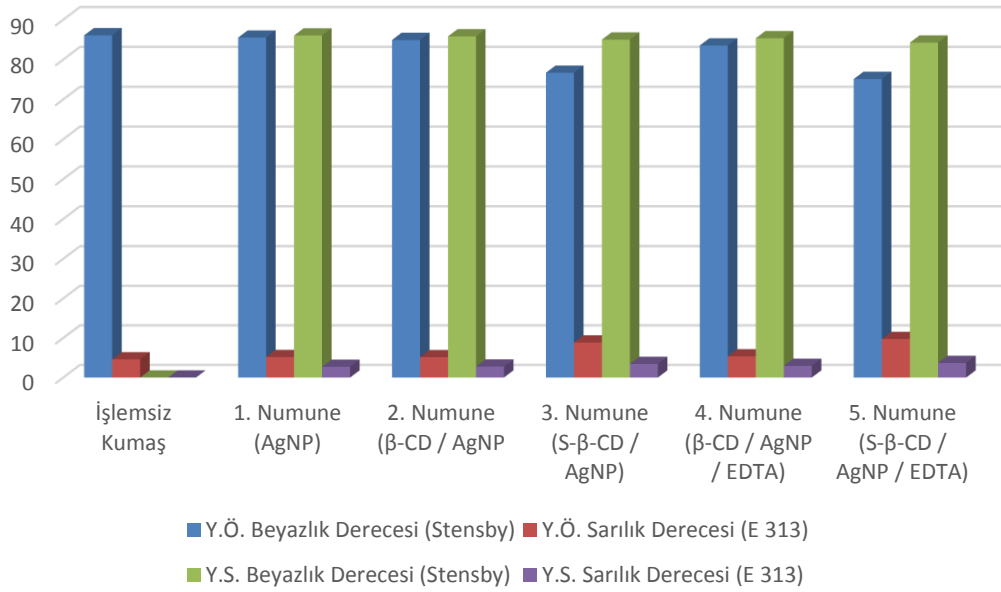
**Tablo 4.6:** Yıkanan kumaşların beyazlık / sarılık derece değerlerinin ölçüm sonuçları

Kumaşlar	Beyazlık Derecesi (Stensby)			Sarılık Derecesi (E 313)		
	Yıkama Öncesi	40 °C'de Yıkama Sonrası	60 °C'de Yıkama Sonrası	Yıkama Öncesi	40 °C'de Yıkama Sonrası	60 °C'de Yıkama Sonrası
İşlemsiz Kumaş	86,09	-	-	4,59	-	-
1. Numune	85,50	85,87	86,05	5,19	3,19	2,71
2. Numune	84,91	85,04	85,82	5,15	3,26	2,76
3. Numune	76,69	82,67	85,00	8,86	3,75	3,43
4. Numune	83,54	84,90	85,36	5,36	3,32	2,96
5. Numune	75,13	82,61	84,25	9,75	3,88	3,69





**Şekil 4.6:** Yıkama öncesi ve 40 °C’de yıkama sonrasında beyazlık / sarılık dereceleri ölçüm sonuçları grafiği



**Şekil 4.7:** Yıkama öncesi ve 60 °C’de yıkama sonrasında beyazlık / sarılık dereceleri ölçüm sonuçları grafiği

Bitim işlemleri sonrası, bütün kumaşlarda işlemsiz kumaşa göre yıkama öncesi beyazlık derecesinin azaldığı görülmüştür.

İşlem görmüş kumaşların yıkama sonrası beyazlık derecesi ise yıkama öncesi değerlerine kıyasla artış göstermiş ve işlem görmemiş kumaşın beyazlık derecesine yaklaştığı görülmüştür.

Bitim işlemleri sonrası, bütün kumaşların yıkama öncesi sarılık derecesi özellikle Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin uygulanmış kumaşlarda işlemsiz kumaşa göre gözle görülür derecede artmıştır. Fiksaj koşulları da bu durumu olumsuz yönde etkilemiştir.

İşlem görmüş kumaşların yıkama sonrası sarılık derecesi ise yıkama öncesi değerlerine kıyasla azalma göstermiş ve ayrıca işlem görmemiş kumaşın sarılık derecesi ile karşılaştırıldığında daha iyi sonuçlara ulaştığı görülmüştür.

Bu sonuçlara göre bitim işlemleri görmüş kumaşların yıkama sonrasındaki beyazlık derecesi değerlerinde artış ve sarılık derecesi değerlerinde ise son derece azalma olduğu belirlenmiştir.

60 °C sıcaklıkta yıkaması yapılan kumaş numunelerinin beyazlık derecesi, 40 °C sıcaklıkta yıkama sonrası kumaş numunelerin beyazlık derecesine göre biraz daha yüksek çıkmıştır. Yıkama işleminde sıcaklık artışının kumaş numunelerinin beyazlık dereceleri üzerinde olumlu etkisinin olduğu tahmin edilmektedir. Her iki sıcaklıkta da yıkama öncesi beyazlık değerlerine göre artış gözlemlenmiştir.

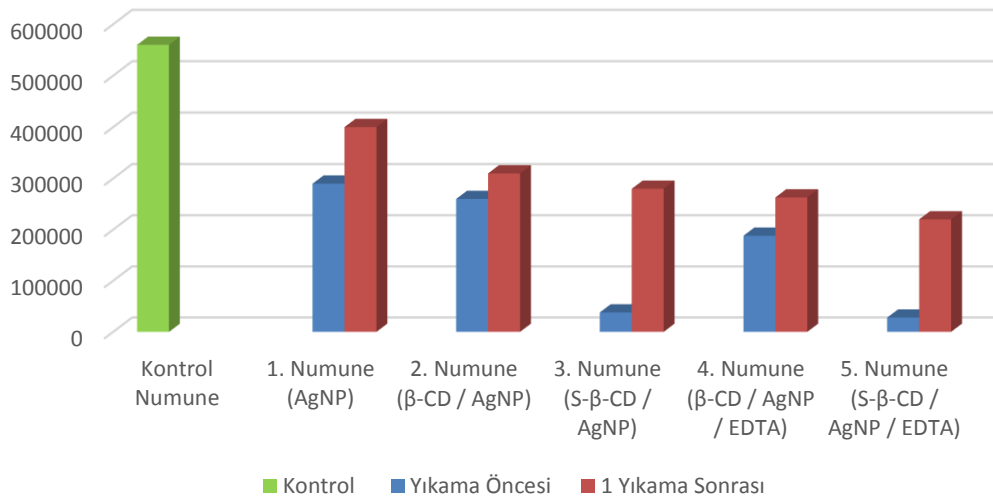
60 °C sıcaklıkta yıkaması yapılan kumaş numunelerinin sarılık değerleri, 40 °C sıcaklıkta yıkama sonrası kumaş numunelerin sarılık değerlerine göre biraz daha düşük çıkmıştır. Yıkama işleminde sıcaklık artışının kumaş numunelerinin sarılık değerlerinin azalması üzerinde belirgin bir etkisinin olduğu düşünülmektedir. Her iki sıcaklıkta da yıkama öncesi sarılık değerlerine göre azalma gözlemlenmiştir.

#### **4.7 Antibakteriyel Etkinin Değerlerine İlişkin Bulgular**

Bitim işlemleri kumaşların 60 °C’de yapılan yıkama öncesi ve yıkama sonrası *S. aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite sonuçları Tablo 4.7’de ve Şekil 4.8’de, *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel etkilerinin sonuçları ise Tablo 4.8’de ve Şekil 4.9’da gösterilmektedir.

**Tablo 4.7:** *S. aureus* bakterisine karşı 60 °C’de yıkanan kumaşların antibakteriyel etkisi

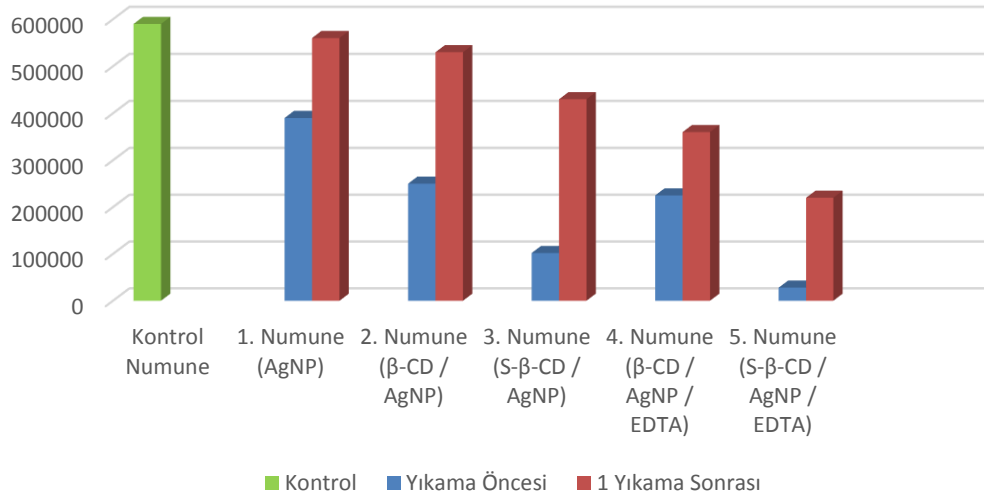
Kumaşlar	Yıkama Öncesi Bakteri Sayısı		1 Yıkama Sonrası Bakteri Sayısı		Bakterilerin % Azalması	
	Kontrol	Uygulama	Kontrol	Uygulama	Yıkama Öncesi	Yıkama Sonrası
	24. Sa	Sonrası	24. Sa	Sonrası		
<b>1. Numune (AgNP)</b>	560,000	290,000	560,000	400,000	<b>48,21</b>	<b>28,57</b>
<b>2. Numune (β-CD + AgNP)</b>	560,000	260,000	560,000	310,000	<b>53,57</b>	<b>44,64</b>
<b>3. Numune (S-β-CD + AgNP)</b>	560,000	38,000	560,000	280,000	<b>93,21</b>	<b>50,00</b>
<b>4. Numune (β-CD + AgNP + EDTA)</b>	560,000	188,000	560,000	263,000	<b>66,43</b>	<b>53,04</b>
<b>5. Numune (S-β-CD + AgNP + EDTA)</b>	560,000	28,000	560,000	220,000	<b>95,00</b>	<b>60,71</b>



**Şekil 4.8:** *S. aureus* bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik

**Tablo 4.8:** *E. coli* bakterisine karşı 60 °C’de yıkanan kumaşların antibakteriyel etkisi

Kumaşlar	Yıkama Öncesi Bakteri Sayısı		1 Yıkama Sonrası Bakteri Sayısı		Bakterilerin % Azalması	
	Kontrol 24. Sa	Uygulama Sonrası	Kontrol 24. Sa	Uygulama Sonrası	Yıkama Öncesi	Yıkama Sonrası
1. Numune (AgNP)	590,000	390,000	590,000	560,000	33,90	5,08
2. Numune ( $\beta$ -CD + AgNP)	590,000	250,000	590,000	530,000	57,63	10,17
3. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP)	590,000	102,000	590,000	430,000	82,71	27,12
4. Numune ( $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)	590,000	225,000	590,000	360,000	61,86	38,98
5. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)	590,000	28,000	590,000	280,000	95,25	52,54



**Şekil 4.9:** *E. coli* bakterisi'nin kalan miktarını gösteren grafik

Yapılan antibakteriyel test sonuçlarına göre her iki bakteri türüne karşı en etkili antibakteriyel etki; yıkama öncesi değerler göz önüne alındığında Sülfatlanmış  $\beta$ -CD içeren 5. ve 3. kumaşta görülmekte iken bir yıkama sonrası değerler göz önüne alındığında ise EDTA içeren 5. kumaş ve 4. kumaşta görülmüştür. Kumaşların antibakteriyel etkinliğinin iyiden kötüye sıralaması Tablo 4.9’da gösterilmiştir.

**Tablo 4.9:** Numune kumaşların en iyiden en kötüye antibakteriyel etki sıralaması

<b>En İyiden En Kötüye Sıralama</b>	<b>Yıkama Öncesi</b>	<b>60 °C Sıcaklıkta Bir Yıkama Sonrası</b>
<b>1.</b>	5. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)	5. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)
<b>2.</b>	3. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP)	4. Numune ( $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)
<b>3.</b>	4. Numune ( $\beta$ -CD + AgNP + EDTA)	3. Numune (S- $\beta$ -CD + AgNP)
<b>4.</b>	2. Numune ( $\beta$ CD + AgNP)	2. Numune ( $\beta$ -CD + AgNP)
<b>5.</b>	1. Numune (AgNP)	1. Numune (AgNP)

Bu sonuçlar göz önüne alındığında EDTA çapraz bağlayıcının, kumaşlar üzerinde bulunan mevcut kimyasalların, kumaşların yıkama sonrasında dahi kumaşa bağlı kalmasını sağladığı anlaşılmıştır.

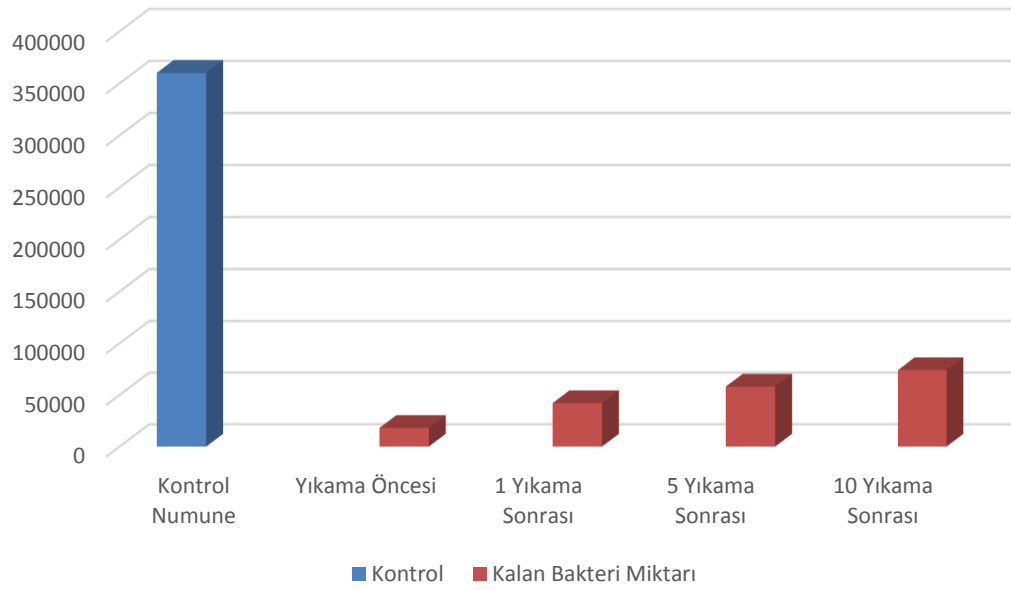
Sonuç olarak en etkili antibakteriyel aktivite Sülfatlanmış  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA kimyasallarını içeren 5 numaralı kumaş üzerinde görüldüğünden bu kumaşa tekrarlı yıkama işlemleri (40 °C’de 30 dk) uygulanmış ve 1, 5 ve 10 defa yıkama sonrası kalan antibakteriyel etkisi AATCC 100 metoduna göre test edilmiştir.

Bitim işlemleri uygulanan numune kumaşların ilk olarak 60 °C sıcaklığında yıkamaları gerçekleştirilmiştir. Bu yıkama işlemi, numune kumaşlar arasından hangisinin bu yüksek sıcaklıktaki ağır yıkama şartlarında daha başarılı sonuçlar verebileceğini tespit etmek amacıyla yapılmıştır. Ancak daha sonra yapılan tekrarlı yıkamalarda ise daha ılıman olan ve yaygın kullanılan ev tipi 40 °C yıkama şartları tercih edilmiştir.

5 numaralı kumaş numunesinin yıkama öncesi ile 40 °C sıcaklıkta 1, 5 ve 10 yıkama sonrası *S. aureus* bakterisine karşı antibakteriyel etkinliğinin sonuçları Tablo 4.10 ve Şekil 4.10’da, *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel etkinliğinin sonuçları ise Tablo 4.11 ve Şekil 4.11’de gösterilmektedir.

**Tablo 4.10:** *S. aureus* bakterisine karşı 40 °C’de yıkanan 5. numunenin antibakteriyel etkisi

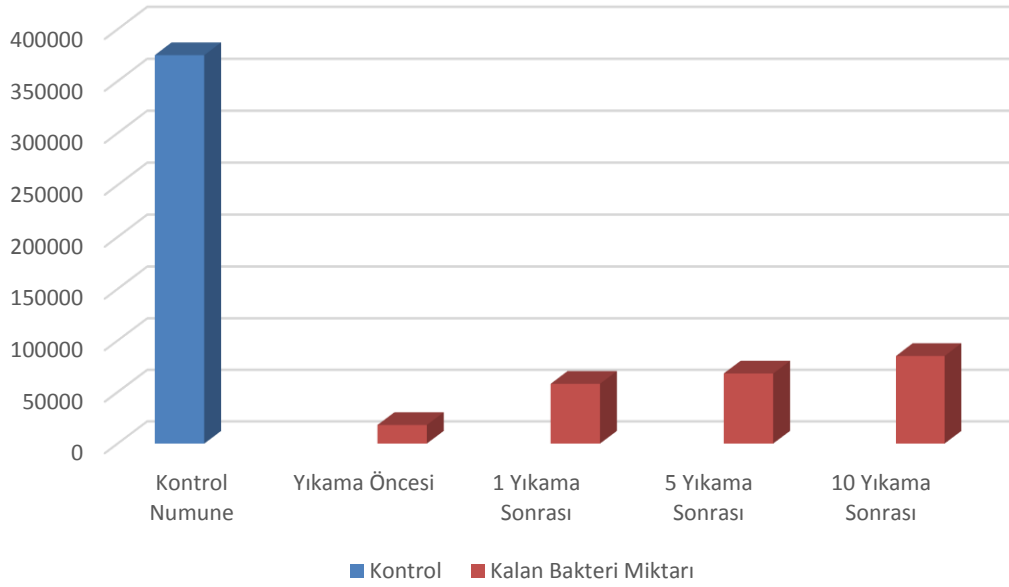
5. Numune (S-β-CD + AgNP + EDTA)	Kontrol 24. Sa Bakteri Sayısı	Uygulama Sonrası Bakteri Sayısı	Bakterilerin % Azalması
<b>Yıkama Öncesi</b>	360.000	18.000	95,00
<b>1 Yıkama Sonrası</b>	360.000	42.000	88,33
<b>5 Yıkama Sonrası</b>	360.000	58.000	83,88
<b>10 Yıkama Sonrası</b>	360.000	74.000	79,44



**Şekil 4.10:** *S. aureus* bakterisi’nin kalan miktarını gösteren grafik

**Tablo 4.11:** *E. coli* bakterisine karşı 40 °C’de yıkanan 5. numunenin antibakteriyel etkisi

<b>5. Numune (S-β-CD + AgNP + EDTA)</b>	<b>Kontrol 24. Sa Bakteri Sayısı</b>	<b>Uygulama Sonrası Bakteri Sayısı</b>	<b>Bakterilerin % Azalması</b>
<b>Yıkama Öncesi</b>	375.000	18.000	95,25
<b>1 Yıkama Sonrası</b>	375.000	58.000	84,53
<b>5 Yıkama Sonrası</b>	375.000	68.000	81,87
<b>10 Yıkama Sonrası</b>	375.000	85.000	77,33



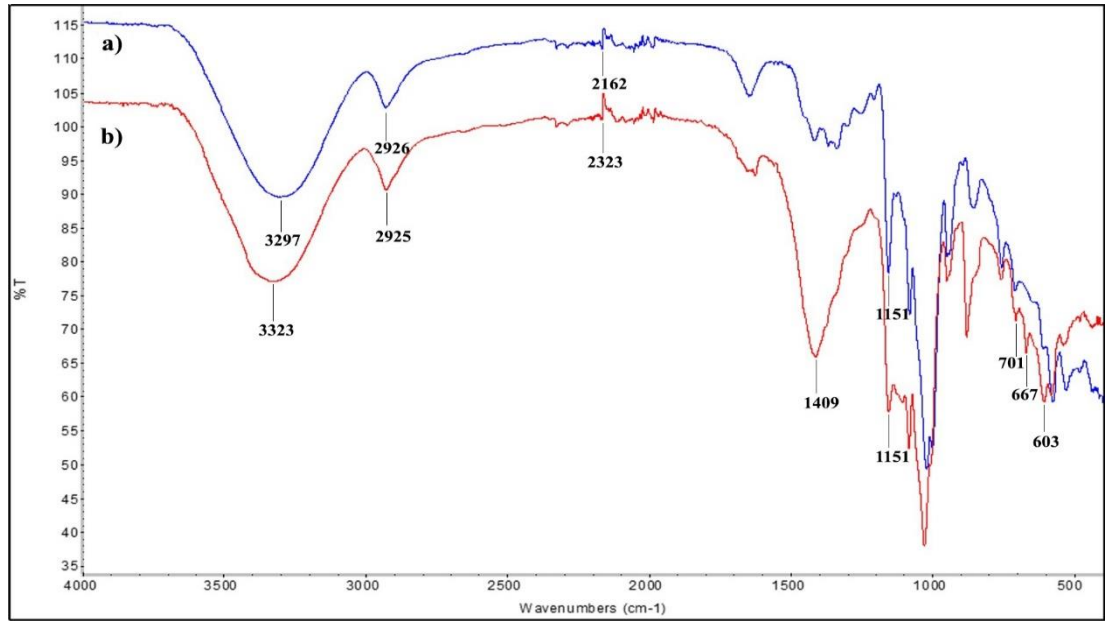
**Şekil 4.11:** *E. coli* bakterisi’nin kalan miktarını gösteren grafik

Sülfatlanmış β-CD + AgNP + EDTA kimyasalları verilmiş olan 5 numaralı kumaşın 40 °C sıcaklıkta 1, 5 ve 10 yıkama sonrası antibakteriyel etkinliğinin yıkamaya karşı iyi dayanım gösterdiği saptanmıştır.

Bu sonuçlar neticesinde 5 numaralı kumaşın 10 yıkama sonunda dahi antibakteriyel etkisini *S. aureus* bakterisine karşı % 79, *E. coli* bakterisine karşı % 77 oranında koruduğu görülmüştür.

#### 4.8 Fourier Dönüştümlü Infrared Spektroskopisi Analiz Sonuçları

$\beta$ -siklodekstrin tozu ile Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin tozunun FTIR analizlerinin karşılaştırılması Şekil 4.12’de gösterilmektedir.



**Şekil 4.12:**  $\beta$ -CD ile S- $\beta$ -CD tozlarının FTIR analiz sonuçlarının karşılaştırılması a)  $\beta$ -CD tozu, b) S- $\beta$ -CD tozu

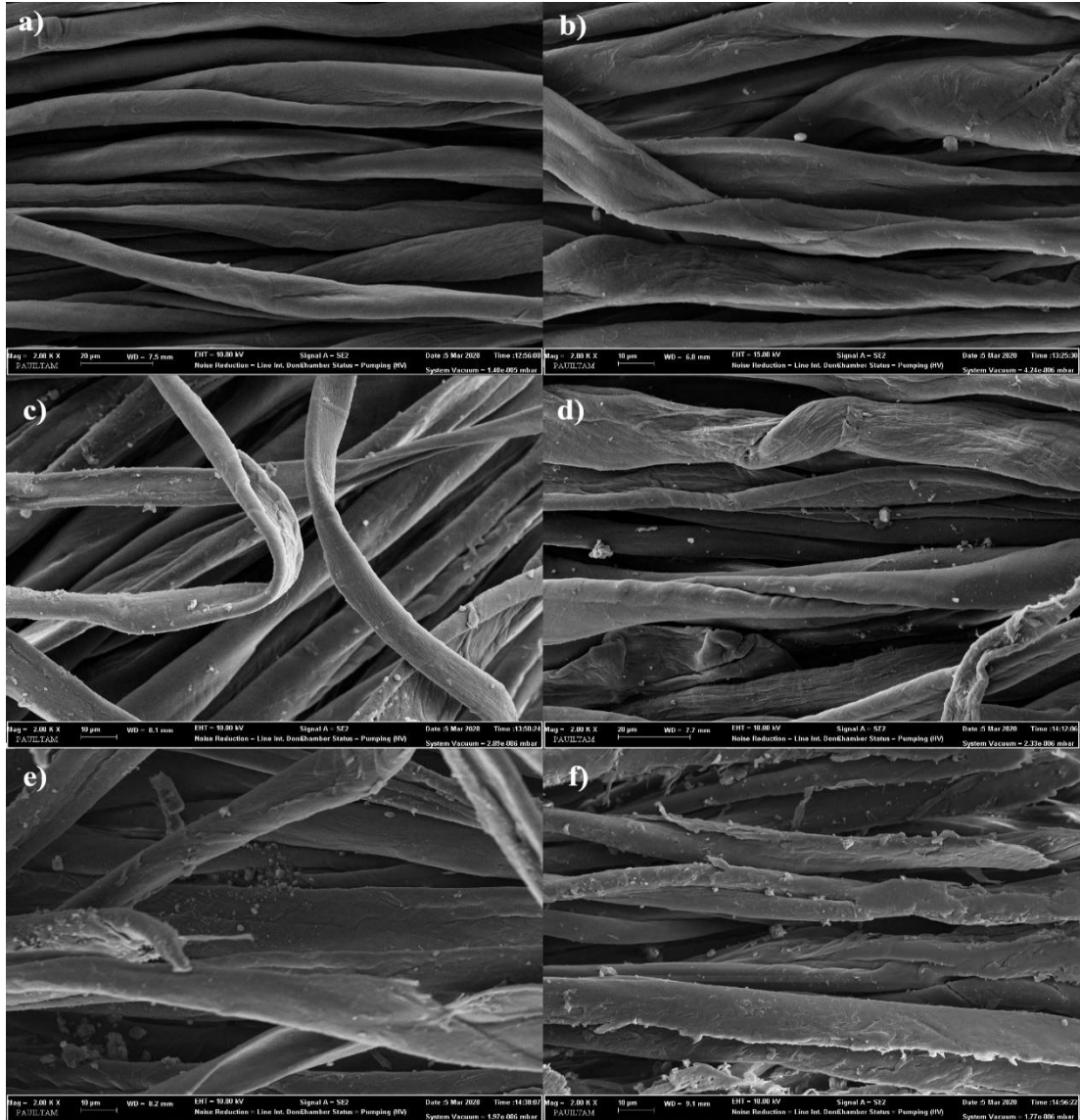
Bu FTIR grafiğine göre her iki tozda da  $3323\text{ cm}^{-1}$  ile  $3297\text{ cm}^{-1}$  değerlerinde  $-\text{OH}$  bağı,  $2926\text{--}2162\text{ cm}^{-1}$  ile  $2925\text{--}2323\text{ cm}^{-1}$  değerleri arasında C-H,  $\text{CH}_2$  bağı,  $1151\text{ cm}^{-1}$  değerinde C-O-C bağı ortak görülmektedir. Fakat  $1409\text{ cm}^{-1}$  değerinde ve  $701\text{ cm}^{-1}$  ile  $603\text{ cm}^{-1}$  değerleri arasında sadece Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin tozu üzerinde S-O (sülfür-oksijen) bağından kaynaklanan değişimler görülmektedir (Abdel-Halim ve diğ. 2011; Andrade ve diğ. 2014). Bu değişimler,  $\beta$ -siklodekstrin ile Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrinin kimyasal yapıları arasındaki farkı ortaya koymaktadır.

$\beta$ -siklodekstrin ile Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin tozlarına ait ayrıntılı FTIR analizleri EKLER bölümünün EK B kısmında verilmiştir.

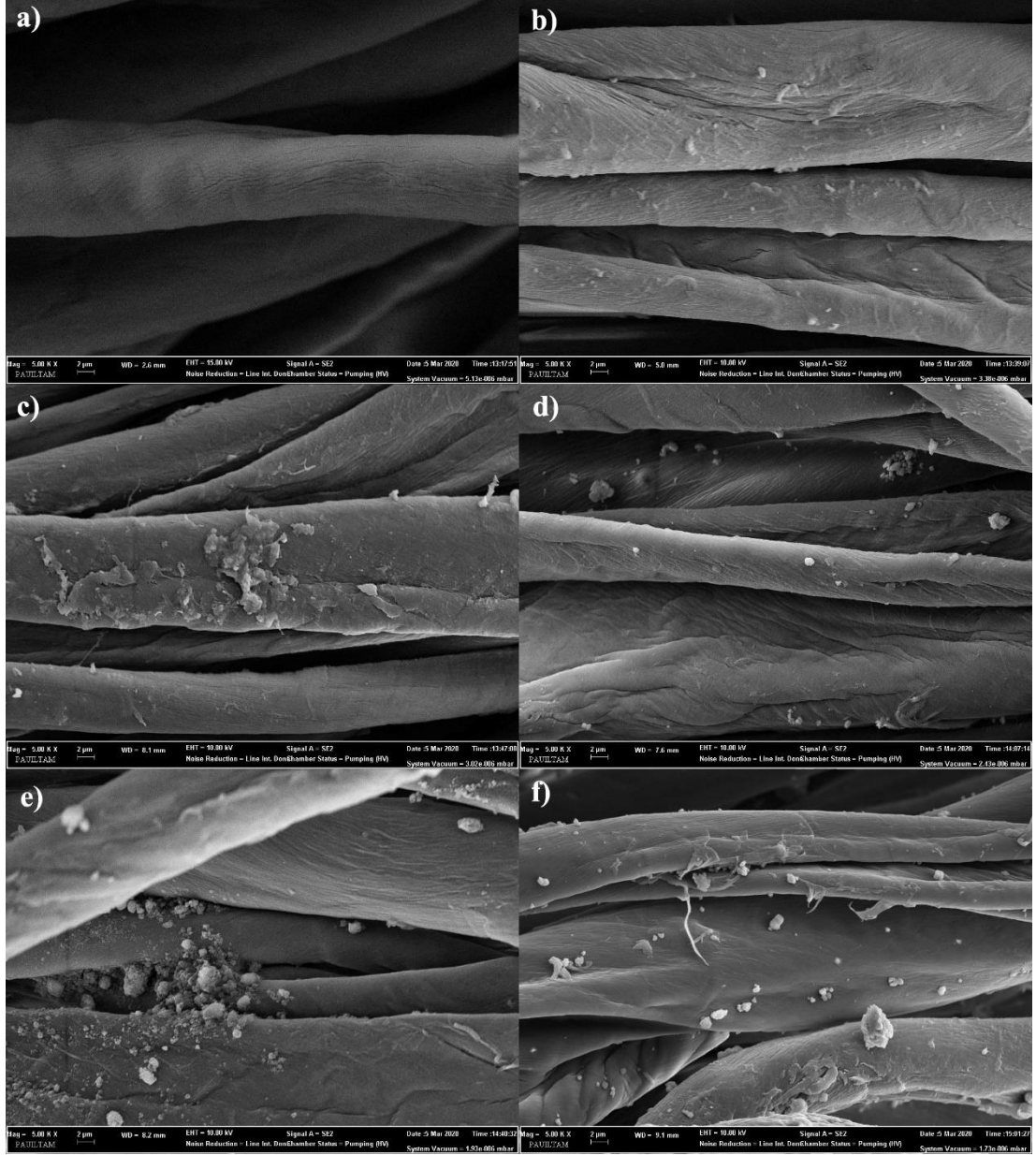


#### 4.9 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve EDX Analiz Sonuçları

İşlem görmüş kumaşların ve işlem görmemiş kumaşın 2000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri Şekil 4.13'te ve 5000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri Şekil 4.14'te gösterilmiştir.



**Şekil 4.13:** 2000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c)  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e)  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş



**Şekil 4.14:** 5000x yakınlaştırmalı SEM görüntüleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c)  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e)  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş

SEM görüntülerine bakıldığında işlemsiz kumaşa ait liflerin düzgün ve temiz bir yüzeye sahip olduğu gözlenmiştir. İşlem görmüş kumaşlara ait lif yüzeylerinde ise gümüş nanopartikülleri ve bu partiküllerin oluşturdukları agregatlar (kümeleşmeler) gözlenmiştir.

Sadece gümüş nanopartikülleri (AgNP) içeren kumaşların SEM görüntüleri incelendiğinde,  $\beta$ -siklodekstrin ve türevini içeren komplekslerin uygulandığı kumaşların yüzeyine göre gümüş nanopartiküllerin daha az tutunduğu anlaşılmıştır.

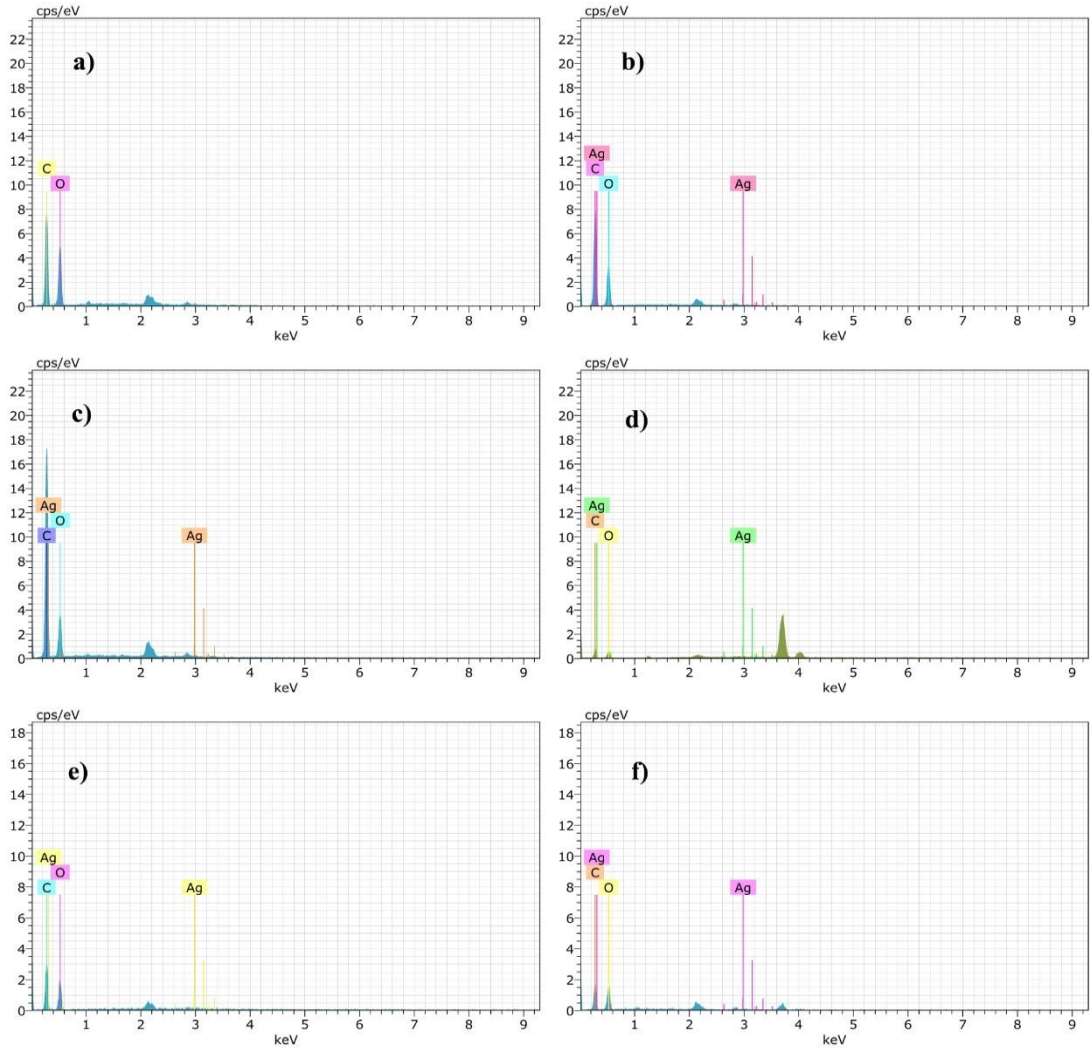
$\beta$ -siklodekstrin ve gümüş nanopartikülleri (AgNP) içeren kumaş yüzeyleri incelendiğinde gümüş nanopartiküllerinin homojen dağılım göstermediği, belirli bölgelerde agregat oluşturduğu görülmüştür.

Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin ve gümüş nanopartikülleri (AgNP) içeren kumaş yüzeyleri incelendiğinde ise gümüş nanopartiküllerinin homojen dağılım gösterdiği ve daha çok sayıda inklüzyon kompleksinin olduğu gözlenmiştir.

EDTA çapraz bağlayıcı uygulaması da inklüzyon komplekslerinin yüzeylere daha sağlam tutunmasını sağlamıştır.

Kumaşlara ait ayrıntılı SEM görüntüleri EKLER bölümünün EK C kısmında verilmiştir.

İşlem görmüş kumaşların ve işlem görmemiş kumaşın EDX grafikleri Şekil 4.15'te, kumaşlarda bulunan gümüş nanopartikül yüzdesel miktarları ise Tablo 4.12'de gösterilmiştir.



**Şekil 4.15:** Numune kumaşların EDX grafikleri a) İşlemsiz kumaş, b) AgNP içeren kumaş, c)  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, d) S- $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaş, e)  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş, f) S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaş

**Tablo 4.12:** EDX analizi sonucu numune kumaşlardaki yüzdesel gümüş miktarı

Kumaşlar	% Gümüş (Ag) Miktarı
İşlemsiz Kumaş	-
AgNP	0,38
$\beta$ -CD + AgNP	0,63
S- $\beta$ -CD + AgNP	4,42
$\beta$ -CD + AgNP + EDTA	1,01
S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA	8,67

Bu sonuçlara göre Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin içeren numune kumaşlardaki gümüş nanopartikül miktarının  $\beta$ -siklodekstrin içeren numune kumaşlara göre çok daha yüksek olduğu görülmektedir.

EDTA çapraz bağlayıcı kimyasalı içeren kumaşların EDTA içermeyen türlerine göre daha fazla Ag miktarına sahip oldukları görülmüş ve böylece EDTA kimyasalının kumaş üzerinde yaptığı bağlar sebebi ile daha fazla gümüş nanopartikül (AgNP) tuttuğu gözlemlenmiştir.

En yüksek yoğunlukta gümüş nanopartikül içeren kumaşın S- $\beta$ -CD + AgNP + EDTA kimyasalına sahip 5 numaralı kumaş olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

Kumaşlara ait ayrıntılı EDX grafikleri EKLER bölümünün EK D kısmında verilmiştir.

#### **4.10 Fiyat & Performans Dengesine İlişkin Bulgular**

Laboratuvar işlemleri boyunca kullanılan bütün kimyasalların birim fiyatları ve kullanılan miktarları Tablo 4.13'te verilmiştir. Bu tablonun amacı elde edilen etkili antibakteriyel aktiviteye sahip kumaşın maliyetini göstermektir.

Maliyet hesaplarında € / ₺ ve \$ / ₺ pariteleri deneysel çalışmaların yapıldığı tarih olan 10.12.2019 tarihi seçilmiş ve Merkez Bankası'nın o günkü döviz kuru baz alınmıştır.

10.12.2019 tarihli Merkez Bankası Döviz Kuru: € / ₺: 6,43, \$ / ₺: 5,80

**Tablo 4.13:** Kullanılan kimyasalların miktarları ve birim fiyatları

<b>Kullanılan Malzeme</b>	<b>Birim Fiyatı</b>	<b>Kullanılan Miktar</b>	<b>Kullanılan Miktarın Maliyeti</b>
<b>Gümüş Nanopartikül (AgNP)</b>	18 €/g	0,015 g	0,27 € (1,74 ₺)
<b>β-Siklodekstrin</b>	0,15 \$/g	10 g	1,5 \$ 0,87 TL ₺
<b>Sülfürik Asit (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</b>	28,50 ₺/l	3 ml	0,085 ₺
<b>Kalsiyum Karbonat (CaCO<sub>3</sub>)</b>	0,017 ₺/g	5 g	0,085 ₺
<b>Sodyum Karbonat (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)</b>	0,074 €/g	~ 5 g	0,37 € (2,38 ₺)
<b>Asetik Asit (CH<sub>3</sub>COOH)</b>	49,30 €/l	~ 0,05 g	0,0073 € (0,047 ₺)
<b>Etil Alkol (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)</b>	28,50 €/l	~ 150 ml	4,275 € (27,49 ₺)
<b>Aseton</b>	50 €/l	~ 50 ml	2,5 € (16,08 ₺)
<b>EDTA (Titriplex III)</b>	0,014 \$/g	0,15 g	0,0021 \$ (0,013 ₺)

Bu veriler doğrultusunda elde edilen en etkili antibakteriyel aktiviteye sahip kumaşın ortalama maliyeti 50 ₺/m<sup>2</sup> olmaktadır.

## 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında,  $\beta$ -siklodekstrin ( $\beta$ -CD) tozlarının sülfürik asit ile kimyasal işlemi neticesinde  $\beta$ -siklodekstrin türevi olan sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin (S- $\beta$ -CD) elde edilmiştir. Sonrasında  $\beta$ -siklodekstrin ile sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin pamuklu kumaşlara katılımı sağlanmıştır. Farklı deneylerde ise  $\beta$ -siklodekstrin ve sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin moleküllerinin EDTA çapraz bağlayıcı kimyasal ile pamuklu kumaşlara bağlanması sağlanmıştır. Daha sonra hazırlanan bütün kumaşlara antibakteriyel ajan olan gümüş nanopartikül (AgNP) verilerek,  $\beta$ -siklodekstrin ve sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin molekülleri ile gümüş nanopartiküllerin kumaş üzerinde inklüzyon kompleksi oluşturması sağlanmıştır. Hazırlanan kumaşların % ağırlık değişimleri, kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri, kalınlıkları, eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerleri, sertlikleri, beyazlık-sarılık dereceleri, fiyat & performans dengesi, antibakteriyel etkinliği ve kumaşların antibakteriyel etkinliklerinin yıkama dayanımları gibi özellikleri test edilmiş ve karşılaştırılmıştır. Ayrıca siklodekstrinlerin gümüş nanopartikülleri ile oluşturdukları inklüzyon kompleksleri ve gümüş nanopartiküllerin lif yüzeyine tutunma ve dağılım durumları da FTIR, SEM ve EDX gibi karakterizasyon analizleri aracılığıyla incelenmiştir.

Yapılan bitim işlemleri sonrası numune kumaşların üzerindeki  $\beta$ -CD ve türevinin gümüş nanopartiküller ile meydana getirdiği inklüzyon kompleksleri ve EDTA çapraz bağlayıcı ile kumaşa bağlanmalarının sağlanmasına paralel olarak kumaşlarda % 0,8 ile % 3,70 arasında ağırlık artışı gözlenmiştir.

Yapılan bitim işlemlerinin numune kumaşlar üzerinde kaplama etkisi gösterdiği ve özellikle  $\beta$ -CD ile Sülfatlanmış  $\beta$ -CD içeren kumaşların oluşturdukları inklüzyon komplekslerinin etkisi ile tüm numune kumaşların kalınlık değerlerinde belirgin bir artış olduğu gözlenmiştir.

Numune kumaşlara uygulanan bitim işlemlerinin, kumaşların kopma mukavemetini artırdığı, kopma uzaması değerlerini ise düşürdüğü gözlenmiştir. Sadece gümüş nanopartiküller (AgNP) ve EDTA çapraz bağlayıcı kimyasal uygulanmış numune kumaşların kopma mukavemeti ve uzama değerlerinde önemli

sayılabilecek bir fark gözlemlenmezken,  $\beta$ -CD ve Sülfatlanmış  $\beta$ -CD içeren numune kumaşların kopma mukavemeti değerlerinde  $\beta$ -CD'nin pamuk lifi yapısına plastikleştirici etkisinden dolayı gözle görülür derecede artma, kopma uzaması değerlerinde ise azalma meydana geldiği düşünülmektedir.

Uygulanan bitim işlemleri sonrası kumaşların eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerlerinde artış meydana gelmiştir. Bu da işlemlerin kumaş tutumunda sertleşmeye neden olduğunu göstermektedir. İşlemsiz kumaş ile sadece AgNP uygulanan kumaş arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmazken  $\beta$ -CD ile türevinin uygulandığı kumaşlarda sertlik değerleri daha fazla artış göstermiştir.

Bitim işlemleri sonrası numune kumaşların hepsinde işlemsiz kumaşa göre yıkama öncesindeki beyazlık derecelerinin azaldığı görülmüştür. Kumaşların yıkama sonrasındaki beyazlık dereceleri ise yıkama öncesi değerlerine kıyasla artış göstermiş ve işlem görmemiş kumaşın beyazlık derecesine yaklaştığı görülmüştür. Uygulanan bitim işlemleri ve yüksek sıcaklıkta fiksaj sonrası numune kumaşların yıkama öncesi sarılık dereceleri özellikle Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin uygulanmış kumaşlarda işlemsiz kumaşa göre gözle görülür derecede arttığı gözlemlenmiştir. İşlem görmüş kumaşların yıkama sonrası sarılık dereceleri ise yıkama öncesi değerlerine kıyasla azalma göstermiş ve ayrıca işlem görmemiş kumaşın sarılık derecesi ile karşılaştırıldığında ise daha olumlu sonuçlara ulaştığı görülmüştür. Bu sonuçlara göre bitim işlemleri uygulanan numune kumaşların yıkama sonrasındaki beyazlık değerlerinde artış ve sarılık değerlerinde ise son derece azalma olduğu belirlenmiştir.

İşlem görmemiş kumaş ile bitim işlemleri uygulanmış numune kumaşların 60 °C sıcaklıkta 1 yıkamaları yapılmış ve yıkama yapılmamış numuneler ile yıkamaları yapılmış numunelerin antibakteriyel etkinlikleri test edilmiştir. Yapılan antibakteriyel test sonuçlarına göre gram pozitif ve gram negatif bakteriye karşı en etkili numunenin Sülfatlanmış  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA kimyasalları içeren kumaş olduğu saptanmıştır. EDTA çapraz bağlayıcı kimyasalının Sülfatlanmış  $\beta$ -CD ile gümüş nanopartiküllerin oluşturduğu inklüzyon komplekslerinin kumaşa daha sağlam tutunmasında etkin rol oynadığı görülmüştür. Daha sonra bu kumaşın yıkama sayıları arttırılmış ve 40 °C sıcaklıkta 1, 5 ve 10 yıkama sonrasındaki antibakteriyel etkinliğinin ölçümleri yapılmıştır. Sonuç olarak kumaşın antibakteriyel etkisinin yıkamaya karşı iyi dayanım gösterdiği sonucuna varılmış ayrıca 10 yıkama sonunda dahi antibakteriyel etkisini *S.*



*aureus* bakterisine karşı % 79, *E. coli* bakterisine karşı % 77 oranında koruduğu görülmüştür.

FTIR analizlerine bakıldığında  $\beta$ -siklodekstrin ile Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrinin kimyasal yapıları arasındaki en belirgin fark olan S-O (kükürt-oksijen) bağı görülmüştür.

SEM analizi ile işlemsiz ve bitim işlemleri uygulanan pamuk liflerinin yüzey görüntüleri incelenmiştir. Sadece gümüş nanopartikül (AgNP) uygulanan kumaşın SEM görüntüsünde,  $\beta$ -siklodekstrin ve türevini içeren kumaşların lif yüzeylerine göre gümüş nanopartiküllerin daha seyrek yoğunlukta bulunduğu anlaşılmıştır. Sülfatlanmış- $\beta$ -siklodekstrin içeren kumaşların SEM görüntülerinde ise  $\beta$ -siklodekstrin içeren kumaşların SEM görüntülerine göre lif yüzeyine tutunan gümüş nanopartikül (AgNP) yoğunlukları çok daha sık ve homojen olarak gözlemlenmiştir. EDTA çapraz bağlayıcısı ile gümüş nanopartiküllerin çok daha fazla ve çok daha sağlam inklüzyon kompleksleri oluşturduğu SEM görüntülerinde açıkça görülmüştür.

EDX analizi ile işlem görmemiş kumaş ile bitim işlemleri uygulanan kumaşların element içerikleri (%) belirlenmiştir. İşlemsiz kumaşta yalnızca C ve O elementleri bulunurken bitim işlemleri uygulanan kumaşlardaki gümüş nanopartiküllerin varlığı EDX grafiklerinde görülmüştür. Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin içeren numune kumaşlardaki gümüş nanopartikül miktarının  $\beta$ -siklodekstrin içeren numune kumaşlara göre çok daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca çapraz bağlayıcı olarak EDTA ile işlem gören kumaşların, EDTA içermeyen kumaşlara göre daha fazla gümüş nanopartikül (AgNP) miktarına sahip oldukları görülmüştür. Bu durumun EDTA kimyasalının kumaş üzerinde yaptığı bağlar sebebi ile daha fazla gümüş nanopartikülü tutmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Laboratuvar işlemleri boyunca kullanılan bütün kimyasalların birim fiyatları dikkate alınmış ve bu veriler doğrultusunda elde edilen en etkili antibakteriyel aktiviteye sahip kumaşın ortalama maliyetinin 50 ₺/m<sup>2</sup> olduğu hesaplanmıştır.

Sonuç olarak kumaşlara antibakteriyel özelliğin kazandırılmasında gümüş nanopartiküllerin tek başına yetersiz antibakteriyel etkiye sahip olduğu fakat  $\beta$ -CD ile birlikte oluşturdukları inklüzyon kompleksleri sayesinde daha güçlü antibakteriyel

etkiye sahip olduđu görülmüştür.  $\beta$ -CD'nin modifikasyonu ile elde edilmiş bir türevi olan Sülfatlanmış  $\beta$ -CD ile gümüş nanopartiküllerin oluşturduđu inklüzyon kompleksinin daha kararlı ve daha sağlam bir yapıda lifin kimyasal yapısına katıldığı ve EDTA çapraz bağlayıcı sayesinde bu kompleksin kumaşa daha kuvvetli ve daha yüksek oranda bağlanarak hem yüksek antibakteriyel etki sağlandığı hem de bu etkinin çok iyi yıkama dayanımına sahip olduđu sonucuna ulaşılmıştır. Bu sonuca ulaşılmasında  $\beta$ -CD'nin türevlendirilmiş olmasının büyük etkisinin yanında EDTA çapraz bağlayıcının da hem yıkama dayanımında hem de yüksek oranda lif yapısına katılmasında güçlendirici bir etkisi olduđu bu çalışma ile ortaya konulmuştur.

Bu tez çalışması, pamuklu kumaşlara bir siklodekstrin türevi olan sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin, çapraz bağlayıcı (EDTA) ve gümüş nanopartikülleri ile güçlü ve 10 yıkamaya dayanıklı antibakteriyel özellik kazandırılması ve kumaşın fiziksel özelliklerinin de bu işlemlerden olumsuz etkilenmemesi bakımından önem taşımaktadır.

Uygulanan bu bitim apresinin yıkama dayanımının yüksek olması sayesinde havlu, nevresim gibi ev tekstillerinde, hastane kıyafetleri, yıkanabilir maskeler gibi tıbbi tekstil ürünlerinde ve tekstil endüstrisinin diđer alanlarında kullanılabileceği önerilebilmektedir. Ayrıca işlemlerin tutumda sertleşmeye neden olduđu belirlendiğinden tutum konusunda da bazı iyileştirilmelerin yapılması, örneğin yıkama işlemlerinde yumuşatıcı kullanılması veya farklı yıkama koşullarının denenmesi de yine yapılabilecek öneriler arasındadır.

## 6. KAYNAKLAR

Abdel-Halim, E. S., Abdel-Mohdy, F. A., Fouda, M. M. G., El-Sawy, S. M., Hamdy, I. A. and Al-Deyab, S. S., “Antimicrobial activity of monochlorotriazinyl- $\beta$ -cyclodextrin/chlorohexidin diacetate finished cotton fabrics”, *Carbohydrate Polymers*, 86(3), 1389–1394, doi:10.1016/j.carbpol.2011.06.039, (2011).

Afraz, N., Uddin, F., Syed, U. and Mahmood, A., “Antimicrobial finishes for textiles”, *Fashion Technology & Textile Engineering*, 4(5), 1–8, doi:10.19080/CTFTTE.2019.04.555646, (2019).

Akaydın, M. ve Kalkancı, M., “Hastane giysisi olarak kullanılan kumaşların antibakteriyel özellikleri üzerine bir araştırma”, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Dergisi*, 9(1), 20–34, (2014).

Akçakoca, E. P. ve Atav, R., “Siklodekstrinlerin inklüzyon kompleksleri”, *Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Uygulama Merkezi Yayınları*, 16(2), 94–99, (2006).

Alay, E., Duran, K., Yurdakul, B. ve Körlü, A., “Biyobozunur liflerin antibakteriyel özellikleri”, *XIII. Uluslararası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu*, 151–156, (2014).

Allmyr, M., Adolfsson-Erici, M., McLachlan, M. S. and Sandborgh-Englund, G., “Triclosan in plasma and milk from Swedish nursing mothers and their exposure via personal care products”, *Science of The Total Environment*, 372, 87–93, doi:10.1016/j.scitotenv.2006.08.007, (2006).

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

Altınok, U. B., “Tekstil yüzeylerinin antibakteriyel özelliklerinin araştırılması” Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Isparta, (2008).

Ammayappan, L. and Jeyakodi Moses, J.. “An overview on application of cyclodextrins in textile product enhancement”, *Journal of the Textile Association*, 70(1), 9–18, (2009).

Andrade, P. F., de Faria, A. F., da Silva, D. S., Bonacin, J. A. and Gonçalves, M. do C., “Structural and morphological investigations of  $\beta$ -cyclodextrin-coated silver nanoparticles”, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 118, 289–297, doi:10.1016/j.colsurfb.2014.03.032, (2014).

Arslan, M., “Manyetik  $\beta$ -siklodekstrin nanopartiküllerin sentezi ve bazı kiral karboksilik asitlere karşı ekstraksiyon özelliklerinin incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Konya, (2012).

Aubert-Viard, F., Mogrovejo-Valdivia, A., Tabary, N., Maton, M., Chai F., Neut C., Martel, B. and Blanchemain, N., “Evaluation of antibacterial textile covered by layer-by-layer coating and loaded with chlorhexidine for wound dressing application”, *Materials Science & Engineering C*, 100, 554-563, doi:10.1016/j.msec.2019.03.044, (2019).

Avcı, A., “Bazı thermoanaerobacter suşları ile siklodekstrin glikoziltransferaz enzimi üretimi, karakterizasyonu ve siklodekstrin üretiminin optimizasyonu”, Doktora Tezi, *Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2010).

Aytac, Z., Dogan, S. Y., Tekinay, T. and Uyar, T., “Release and antibacterial activity of allylthiocyanate  $\beta$ -cyclodextrin complex encapsulated in electrospun nanofibers”, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 120, 125–131, doi:10.1016/j.colsurfb.2014.04.006, (2014).

Balcı, H., “Akıllı (fonksiyonel) tekstiller, seçilmiş kumaşlarda antibakteriyel apre ve performans özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Adana, (2006).

Bekers, O., Uijtendaal, E. V., Beijnen, J. H., Bult, A. and Underberg, W. J. M., “Cyclodextrins in the pharmaceutical field”, *Drug Development And Industrial Pharmacy*, 17(11), 1503–1549, (1991).

Bhaskara-Amrit, U. R., Agrawal, P. B. and Warmoeskerken, M. M. C. G., “Applications of  $\beta$ -cyclodextrines in textiles”, *Autex Research Journal*, 11(4), 94–101, (2011).

Bozacı, E., Arık, B., Demir, A., Özdoğan, E., Gülümser, T. and Seventekin, N., “The combination of atmospheric plasma and chemical treatments for antibacterial finish on cotton”, *Tekstil ve Mühendis*, 24(106), 72–77, doi:10.7216/1300759920172410603, (2017).

Buschmann, H. J., Denter, U., Knittel, D. and Schollmeyer, E., “The use of cyclodextrins in textile”, *Journal of the Textile Institute*, 89(3), 554–561, doi:10.1080/00405009808658641, (1998).

Can, C. ve Körlü, A., “Antibakteriyel tekstil üretiminde sıkça kullanılan gümüşün etki mekanizması ve toksisitesi”, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 5(3), 54–59, (2011).

Cansız, E. İ. ve Kirmusaoğlu, S., “Nanoteknolojide nano gümüşün antibakteriyel özelliği”, *Haliç Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 1, 119–130, (2018).

Carneiro, S. B., Duarte, F. Í. C., Heimfarth, L., Quintans, J. D. S. S., Quintans-Júnior, L. J., Júnior, V. F. D. V. and De Lima, Á. A. N., “Cyclodextrin-drug inclusion complexes: in vivo and in vitro approaches”, *International Journal of Molecular Sciences*, 20(3), 1–23, doi:10.3390/ijms20030642, (2019).

Celebioglu, A., Aytac, Z., Umu, O. C. O., Dana, A., Tekinay, T. and Uyar, T., “One-step synthesis of size-tunable ag nanoparticles incorporated in electrospun pva/cyclodextrin nanofibers”, *Carbohydrate Polymers*, 99, 808–816, doi:10.1016/j.carbpol.2013.08.097, (2014<sup>a</sup>).

Celebioglu, A., Umu, O. C. O., Tekinay, T. and Uyar, T., “Antibacterial electrospun nanofibers from triclosan cyclodextrin inclusion complexes”, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 116, 612–619, doi:10.1016/j.colsurfb.2013.10.029, (2014<sup>b</sup>).

Chauhan, N., Arya, N. and Yadav, N., “Application of cyclodextrins in textiles”, *International Journal of Chemical Studies*, 6(3), 2314–2320, doi:10.5772/19147, (2018).

Cheirsilp, B. and Rakmai, J., “Inclusion complex formation of cyclodextrin with its guest and their applications”, *Biology, Engineering and Medicine*, 2(1), 1–6, doi:10.15761/bem.1000108, (2017).

Crini, G., “Review: a history of cyclodextrins”, *Chemical Reviews*, 114(21), 10940–10975, doi:10.1021/cr500081p, (2014).

Çelebi, N., “Siklodekstrinler, özellikleri, hazırlama yöntemleri ve klatrat bileşikleri”, *FABAD Farm. Bilm. Der.*, 12, 5–15, (1987).

Çelen, N., “Sefiksimin düşük çözünürlük ve permeabilitesinin siklodekstrin türevleri kullanılarak artırılması üzerine çalışmalar”, Yüksel Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2015).

Del Valle, E. M. M., “Cyclodextrins and their uses: a review”, *Process Biochemistry*, 39(9), 1033–1046, doi:10.1016/S0032-9592(03)00258-9, (2004).

Deshmukh, K., Ahamed, M. B., Deshmukh, R. R., Pasha, S. K. K., Bhagat, P. R. and Chidambaram, K., “Biopolymer composites with high dielectric performance: interface engineering”, (Eds: K. K. Sadasivuni, J. Cabibihan, D. Ponnamma, M. A. AlMaadeed and J. Kim), *Biopolymer Composites in Electronics*, Mumbai: Elsevier, 27-128, doi: 10.1016/B978-0-12-809261-3.00003-6, (2018).

Dickinson, A. W., Cramer, F. and Saenger, W., “Inclusion compounds XIX. The formation of inclusion compounds of  $\alpha$ -cyclodextrin in aqueous solutions. Thermodynamics and kinetics”, *Journal of the American Chemical Society*, 89(1), 14–20, (1967).

Fouda, M. M. G., “Antibacterial modification of textiles using nanotechnology”, (Ed: V. Bobbarala), *A Search for Antibacterial Agents*, Riyadh: IntechOpen, 47–68, (2012).

Gao, Y. and Cranston, R., “Recent advances in antimicrobial treatments of textiles”, *Textile Research Journal*, 78(1), 60–72, doi:10.1177/0040517507082332, (2008).

George, C., Kuriakose, S., Prakashkumar, B. and Mathew, T., “Synthesis, characterisation and antibacterial applications of water-soluble, silver nanoparticleencapsulated  $\beta$ -cyclodextrin”, *Supramolecular Chemistry*, 22(9), 511–516, doi:10.1080/10610278.2010.487565, (2010).

Grigoriu, A. M., Luca, C. and Grigoriu, A., “Cyclodextrin applications in the textile industry”, *Cellulose Chemistry and Technology*, 42(1–3), 103–112, (2008).

Grigoriu, A. and Popescu, O., “Applications of cyclodextrines in textiles”, *Bulletin of the Polytechnic Institute of Jassy*, 57(61), 47–65, (2011).

Ibrahim, N. A. and El-Zairy, E. M. R., “Union disperse printing and uv-protecting of wool/polyester blend using a reactive  $\beta$ -cyclodextrin”, *Carbohydrate Polymers*, 76(2), 244–249, doi:10.1016/j.carbpol.2008.10.020, (2009).

Jaiswal, S., Duffy, B., Jaiswal, A. K., Stobie, N. and McHale, P., “Enhancement of the antibacterial properties of silver nanoparticles using  $\beta$ -cyclodextrin as a capping agent”, *International Journal of Antimicrobial Agents*, 36(3), 280–283, doi:10.1016/j.ijantimicag.2010.05.006, (2010).

Lemesle-Lamache, V., Wouessidjewe, D., Taverna, M., Ferrier, D., Perly, B. and Duchene, D., “Physicochemical characterization of different batches of ethylated  $\beta$ - cyclodextrins”, *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 86(9), 1051–1056, doi:10.1021/js960318i, (1997).

- Li, S. and Purdy, W. C., “Cyclodextrins and their applications in analytical chemistry”, *Chemical Reviews*, 92(6), 1457–1470, doi:10.1021/cr00014a009, (1992).
- Liu, L. and Guo, Q. X., “The driving forces in the inclusion complexation of cyclodextrins”, *Journal of Inclusion Phenomena and Macrocyclic Chemistry*, 42(1–2), 1–14, doi:10.1023/A:1014520830813, (2002).
- Lo Nostro, P., Fratoni, L. and Baglioni, P., “Modification of a cellulosic fabric with  $\beta$ -cyclodextrin for textile finishing applications”, *Journal of Inclusion Phenomena*, 44(1–4), 423–427, doi:10.1023/A:1023071920033, (2002).
- Moattari, M., Moattari, F., Kaka, G., Sadraie, H., Naghdi, M. and Kouchesfehiani, H. M., “Application of chitosan on textiles”, *Annals of Materials Science & Engineering*, 3(1), 1–3, (2018).
- Montazer, M. and Harifi, T., “Antimicrobial textile nanofinishes”, *Nanofinishing of Textile Materials*, 145–161, doi:10.1016/b978-0-08-101214-7.00010-8, (2018).
- Morais, D. S., Guedes, R. M. and Lopes, M. A., “Antimicrobial approaches for textiles: from research to market”, *Materials*, 9(498), 1–21, doi:10.3390/ma9060498, (2016).
- Morina, D., “Sefdinir-siklodekstrin inklüzyon komplekslerinin hazırlanması, karakterizasyonu ve oral formülasyonlarının geliştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, *İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2011).
- Okada, Y., Matsuda, K., Hara, K., Hamayasu, K., Hashimoto, H. and Koizumi, K., “Properties and the inclusion behavior of 6-0- $\alpha$ -d-galactosyl and 6-0- $\alpha$ -d-mannosyl-cyclodextrins”, *Chemical Pharmaceutical Bulletin*, 47(11), 1564–1568, (1999).
- Orhan, M., Kut, D. and Guneşoğlu, C., “Use of triclosan as antibacterial agent in textiles”, *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, 32(1), 114–118, (2007).
- Paladini, F., Pollini, M., Sannino, A. and Ambrosio, L., “Metal-based antibacterial substrates for biomedical applications”, *Biomacromolecules*, 16(7), 1873–1885, doi:10.1021/acs.biomac.5b00773, (2015).
- Palamutcu, S., Keskin, R., Devrent, N., Sengül, M. ve Hasçelik, B., “Fonksiyonel tekstiller II: antimikrobiyal tekstiller”, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3(3), 95–108, (2009<sup>a</sup>).

Palamutçu, S., Şengül, M., Devrent, N. ve Keskin, R., “Tekstil ürünlerinde antimikrobiyal etkinlik belirleme testleri”, *VII. Ulusal Ölçümbilim Kongresi*, 25–33, (2009<sup>b</sup>).

Peila, R., Vineis, C., Varesano, A. and Ferri, A., “Different methods for  $\beta$ -cyclodextrin triclosan complexation as antibacterial treatment of cellulose substrates”, *Cellulose*, 20(4), 2115–2123, doi:10.1007/s10570-013-9967-6, (2013).

Popescu, O., Dunca, S. and Grigoriu, A., “Antibacterial action of silver applied on cellulose fibers grafted with monochlorotriazinyl- $\beta$ -cyclodextrin”, *Cellulose Chemistry and Technology*, 47(3–4), 247–255, (2013).

Popr, M. M., “Synthesis of cyclodextrin derivatives for practical applications”, Doktora Tezi, *Charles Üniversitesi Organik Kimya Anabilim Dalı*, Prag, (2016).

Priya, R. S., Geetha, D. and Ramesh, P. S., “Antibacterial activity of nano-silver capped by  $\beta$ -cyclodextrin”, *Carbon - Science And Technology*, 5(1), 197–202, (2013).

Qi, Z. H. and Sikorski, C. T., “Controlled delivery using cyclodextrin technology”, *ACS Symposium Series*, 728, 113–130, doi:10.1021/bk-1999-0728.ch009, (1999).

Qin, Y., “Antimicrobial textile dressings to manage wound infection”, (Ed: S. Rajendran), *Advanced Textiles for Wound Care*, Qingdao: Elsevier, 193-210, doi:10.1016/b978-0-08-102192-7.00007-2, (2019).

Radu, C. D., Parteni, O. and Ochiuz, L., “Applications of cyclodextrins in medical textiles”, *Journal of Controlled Release*, 224, 146–157, doi:10.1016/j.jconrel.2015.12.046, (2016).

Rai, M., Yadav, A. and Gade, A., “Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials”, *Biotechnology Advances*, 27(1), 76–83, doi:10.1016/j.biotechadv.2008.09.002, (2009).

Řezanka, M., “Synthesis of cyclodextrin derivatives”, Institute for Nanomaterials, Advanced Technologies and Innovation, Technical University of Liberec, 57–103. doi:10.1007/978-3-319-76159-6\_2, (2018).

Rivero, P. J., Urrutia, A., Goicoechea, J. and Arregui, F. J., “Nanomaterials for functional textiles and fibers”, *Nanoscale Research Letters*, 10(1), 1–2, doi:10.1186/s11671-015-1195-6, (2015).



Rouhani Shirvan, A., Shakeri, M. and Bashari, A., "Recent Advances In Application Of Chitosan And Its Derivatives In Functional Finishing Of Textiles", (Eds: I. Shahid and S. B. Bhupendra), *The Impact and Prospects of Green Chemistry for Textile Technology*. Tahran: Elsevier, 107-133, doi:10.1016/b978-0-08-102491-1.00005-8, (2019).

Roy, J., Salaün, F., Giraud, S., Ferri, A. and Guan, J., "Chitosan-based sustainable textile technology: process, mechanism, innovation, and safety", (Ed: E. Shalaby), *Biological Activities and Application of Marine Polysaccharides*, Kahire: IntechOpen, 251–278, doi:10.5772/65259, (2017).

Selvam, S., Rajiv Gandhi, R., J. Suresh, Gowri, S., Ravikumar, S. and Sundrarajan, M., "Antibacterial Effect of novel synthesized sulfated  $\beta$ -cyclodextrin crosslinked cotton fabric and its improved antibacterial activities with ZnO, TiO<sub>2</sub> and Ag nanoparticles coating", *International Journal of Pharmaceutics*, 434(1–2), 366–374, doi:10.1016/j.ijpharm.2012.04.069, (2012).

Setthayanond J., Sodsangchan C., Suwanruji P., Tooptompong P. and Avinc O., "Influence of mct- $\beta$ -cyclodextrin treatment on strength, reactive dyeing and third-hand cigarette smoke odor release properties of cotton fabric", *Cellulose*, 24, 5233–5250, doi:10.1007/s10570-017-1467-7, (2017).

Shahidi, S. and Wiener, J., "Antibacterial agents in textile industry", *Antimicrobial Agents*, 19, 387–406, doi:10.5772/46246, (2012).

Sharma, S., Ramya, T. N. C., Surolia, A. and Surolia, N., "Triclosan as a systemic antibacterial agent in a mouse model of acute bacterial challenge", *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 47(12), 3859–3866, doi:10.1128/AAC.47.12.3859-3866.2003, (2003).

Simonic, B. and Tomsic, B., "Structures of novel antimicrobial agents for textiles", *Textile Research Journal*, 80(16), 1721–1737, doi:10.1177/0040517510363193, (2010).

Sun, G., "Antibacterial textile materials for medical applications", (Eds: N Pan and G. Sun), *Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health*, Kaliforniya: Woodhead Publishing Ltd., 360-375, doi:10.1533/9780857092878.360, (2011).

Sundrarajan, M. and Rukmani, A., "Durable antibacterial finishing on organic cotton by inclusion of thymol into cyclodextrin derivative", *E-Journal of Chemistry*, 9(3), 1511–1517, doi:10.1155/2012/863674, (2012).

Syukri, Y., Fernanda, L., Utami, F. R., Qiftayati, I., Kusuma, A. P. and Istikaharah, R., “Preparation and characterization of  $\beta$ -cyclodextrin inclusion complexes oral tablets containing poorly water soluble glimipiride using freeze drying method”, *Indonesian Journal of Pharmacy*, 26(2), 71, doi:10.14499/indonesianjpharm26iss2pp71, (2015).

Szejtli, J., “Cyclodextrins in the textile industry”, *Starch/Staerke*, 55(5), 191–196, doi:10.1002/star.200390050, (2003).

Szejtli, J., “Past, present and future of cyclodextrin research”, *Pure and Applied Chemistry*, 76(10), 1825–1845, doi:10.1351/pac200476101825, (2004).

Szejtli, J., “Cyclodextrin complexed generic drugs are generally not bio-equivalent with the reference products: therefore the increase in number of marketed drug/cyclodextrin formulations is so slow”, *Journal of Inclusion Phenomena*, 52(1), 1–11, doi:10.1007/s10847-004-7161-z, (2005).

Szejtli, J., *Cyclodextrin Technology*. 53(9), Budapest: Springer-Science+Business Media, B.V., 1-450, doi:10.1017/CBO9781107415324.004, (2013).

Şengöz, N. G. ve Öztanır, İ., “Siklodekstrinler ve tekstil uygulamaları”, *Tekstil ve Mühendis*, (73–74), 21–35, (2016).

Taneri, F., “Bazı antimikrobiyal maddelerin siklodekstrin komplekslerinin hazırlanması ve bunların farmasötik formülasyonlarda kullanımı”, Doktora Tezi, *Ege Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü*, İzmir, (2004).

Tessier, D., “Surface Modification Of Biotextiles For Medical Applications”, (Eds: W. M. King, B. S. Gupta and R. Guidoin), *Biotextiles As Medical Implants*, Woodhead Publishing Lmt., 137-156, doi:10.1533/9780857095602.1.137, (2013).

Topal, B., “Kemik Doku Mühendisliğinde Melatonin- $\beta$ -Siklodekstrin İnküzyon Komplekslerinin Etkinliğinin Araştırılması” Yüksek Lisans Tezi, *Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara, (2015).

Ummu Habeeba, A. A., Reshmi, C. R. ve Sujith, A., “Chitosan Immobilized Cotton Fibres For Antibacterial Textile Materials”, *Polymers from Renewable Resources*, 8(2), 61–70, doi:10.1177/204124791700800202, (2017).

Ünal, H., “Tek Kullanımlık Hidrofil ve Antibakteriyel Polipropilen Nonwoven Çarşaf Eldesi”, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, (2009).

Voncina, B., “Application of cyclodextrins in textile dyeing”, (Ed: P. Hauser), *Textile Dyeing*, Maribor: IntechOpen, 373–392, doi:10.5772/19147, (2011).

Voncina, B. and Vivod, V., “Cyclodextrins in textile finishing”, (Ed: M. Günay) *Eco-Friendly Textile Dyeing and Finishing*, Maribor: IntechOpen 53–75, doi:10.5772/53777, (2013).

Wang, J. H. and Cai, Z., “Incorporation of the antibacterial agent, miconazole nitrate into a cellulosic fabric grafted with  $\beta$ -cyclodextrin”, *Carbohydrate Polymers*, 72(4), 695–700, doi:10.1016/j.carbpol.2007.10.019, (2008).

Wang, S., Bai, J., Li, C. and Zhang, J., “Functionalization of electrospun  $\beta$ -cyclodextrin / polyacrylonitrile (PAN) with silver nanoparticles broad-spectrum antibacterial property”, *Applied Surface Science*, 261, 499–503, doi:10.1016/j.apsusc.2012.08.044, (2012).

Wu, D., Liu, S., Bai, X. E. and Zhang, W., “The market research of antibacterial textiles”, *Advanced Materials Research*, 796, 562–566, doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.796.562, (2013).

Yáñez, C., Cañete-Rosales, P., Castillo, J. P., Catalán, N., Undabeytia, T. and Morillo, E., “Cyclodextrin inclusion complex to improve physicochemical properties of herbicide bentazon: exploring better formulations”, *PLOS One*, 7(8), 1–11, doi:10.1371/journal.pone.0041072, (2012).

Yang, T., “Poly(vinyl alcohol)-sulfated  $\beta$ -cyclodextrin for direct methanol fuel cell applications”, *International Journal of Hydrogen Energy*, 34(16), 6917–6924, doi:10.1016/j.ijhydene.2009.06.027, (2009).

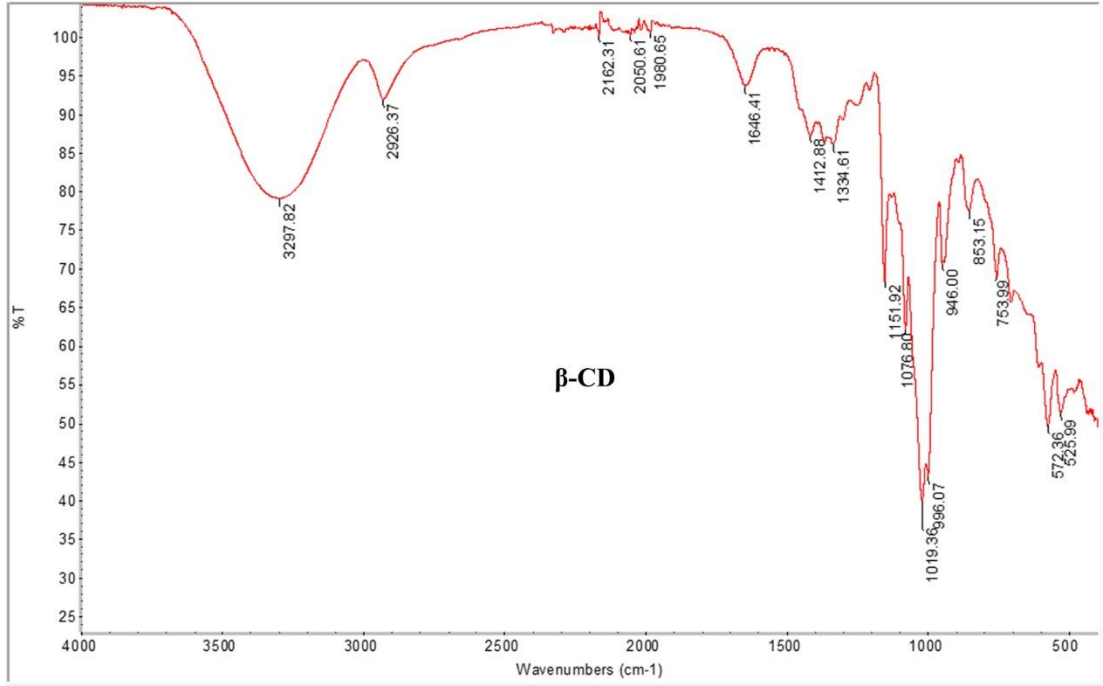
# **EKLER**

## 7. EKLER

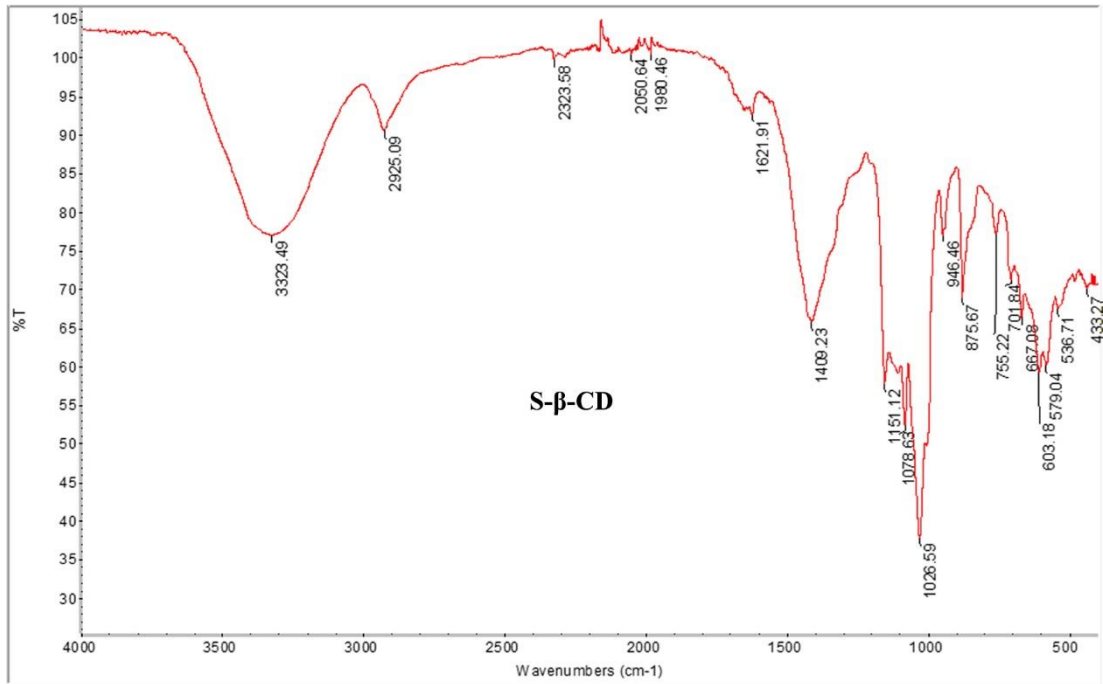
### EK A Kopma Mukavemeti ve Uzama Değerlerinin Ayrıntılı Sonuçları

Kumaşlar	Kopma Uzaması % (Atkı)	Kopma Uzaması % (Çözüğü)	Kopma Mukavemeti N (Atkı)	Kopma Mukavemeti N (Çözüğü)	Kopma Mukavemeti % Artışı (Atkı)	Kopma Mukavemeti % Artışı (Çözüğü)
İşlemsiz Kumaş	23,07	18,56	578	1029	-	-
	23,75	19,87	614	832		
	23,23	18,99	580	1181		
<b>Ort.</b>	<b>23,35</b>	<b>19,14</b>	<b>590,66</b>	<b>1014,00</b>		
EDTA	13,96	13,78	617	1028	4,32	0,49
	13,63	13,56	613	1021		
	14,42	14,85	622	1008		
<b>Ort.</b>	<b>14,00</b>	<b>14,06</b>	<b>617,33</b>	<b>1019,00</b>		
Ag	14,31	13,58	625	1011	5,54	2,03
	13,88	14,41	616	1043		
	15,12	13,84	635	1051		
<b>Ort.</b>	<b>14,43</b>	<b>13,94</b>	<b>625,33</b>	<b>1035,00</b>		
β-CD	15,65	11,18	731	1098	17,77	9,87
	14,21	13,50	705	1131		
	14,86	15,53	719	1164		
<b>Ort.</b>	<b>14,90</b>	<b>13,40</b>	<b>718,33</b>	<b>1125,00</b>		
S-β-CD	18,35	12,47	719	1062	15,74	6,85
	16,92	14,09	696	1086		
	16,60	15,00	688	1118		
<b>Ort.</b>	<b>17,29</b>	<b>13,85</b>	<b>701,00</b>	<b>1088,66</b>		
β-CD + EDTA	15,39	13,68	746	1133	19,05	10,53
	14,10	14,57	735	1138		
	13,41	12,28	708	1129		
<b>Ort.</b>	<b>14,30</b>	<b>13,51</b>	<b>729,66</b>	<b>1133,33</b>		
S-β-CD + EDTA	16,44	13,29	709	1109	18,19	9,14
	14,10	13,87	736	1118		
	15,16	14,10	721	1121		
<b>Ort.</b>	<b>15,23</b>	<b>13,75</b>	<b>722,00</b>	<b>1116,00</b>		
β-CD + Ag	15,22	14,92	711	1129	18,56	9,97
	14,43	14,83	740	1112		
	14,36	15,17	725	1138		
<b>Ort.</b>	<b>14,67</b>	<b>14,97</b>	<b>725,33</b>	<b>1126,33</b>		
S-β-CD + Ag	15,65	15,08	732	1102	17,93	8,84
	14,36	15,66	706	1127		
	15,09	15,67	721	1108		
<b>Ort.</b>	<b>15,03</b>	<b>15,47</b>	<b>719,66</b>	<b>1112,33</b>		
EDTA + Ag	13,23	14,52	620	1034	11,57	1,52
	14,88	14,46	687	1009		
	14,46	16,36	697	1046		
<b>Ort.</b>	<b>14,19</b>	<b>15,11</b>	<b>668,00</b>	<b>1029,66</b>		
β-CD + Ag + EDTA	14,17	15,59	732	1180	19,67	12,51
	14,85	14,52	748	1163		
	13,78	13,11	726	1134		
<b>Ort.</b>	<b>14,26</b>	<b>14,40</b>	<b>735,33</b>	<b>1159,00</b>		
S-β-CD + Ag + EDTA	14,70	17,05	723	1171	18,86	11,33
	14,83	13,93	736	1123		
	14,77	14,94	725	1137		
<b>Ort.</b>	<b>14,76</b>	<b>15,30</b>	<b>728,00</b>	<b>1143,66</b>		

## EK B FT-IR Analizi Ayrıntılı Sonuçları

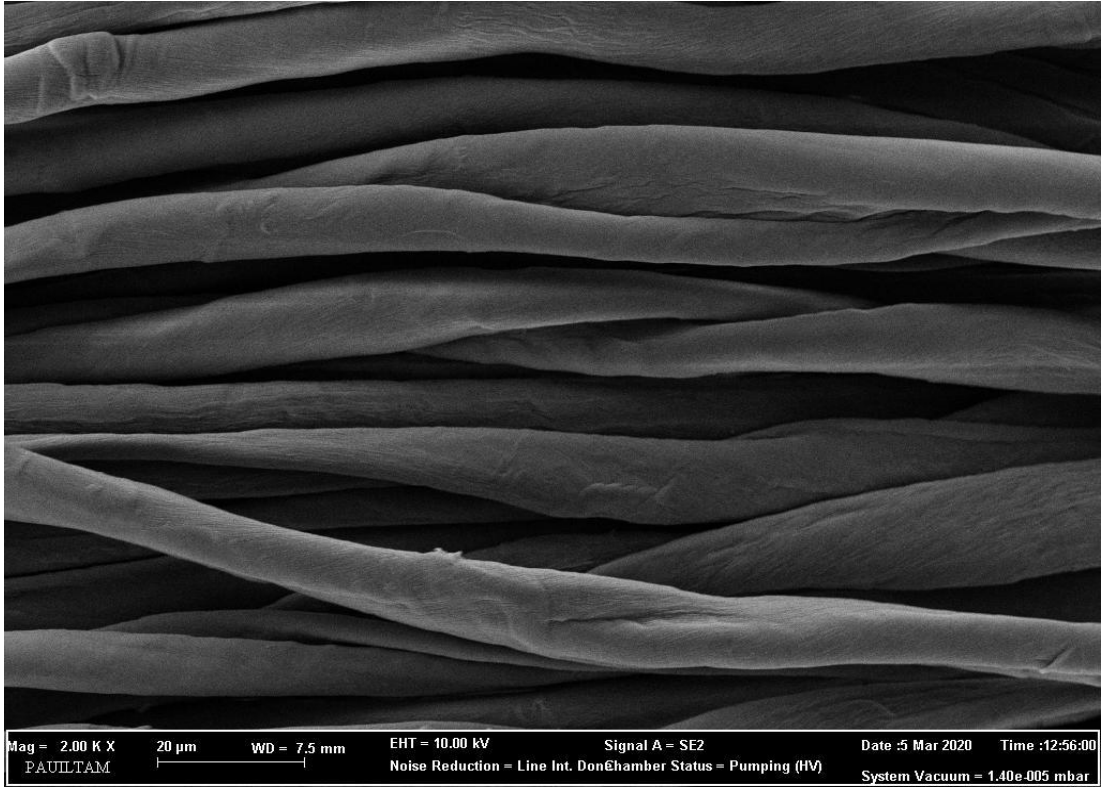


Şekil 7.1:  $\beta$ -siklodekstrin tozunun FT-IR analiz grafiği

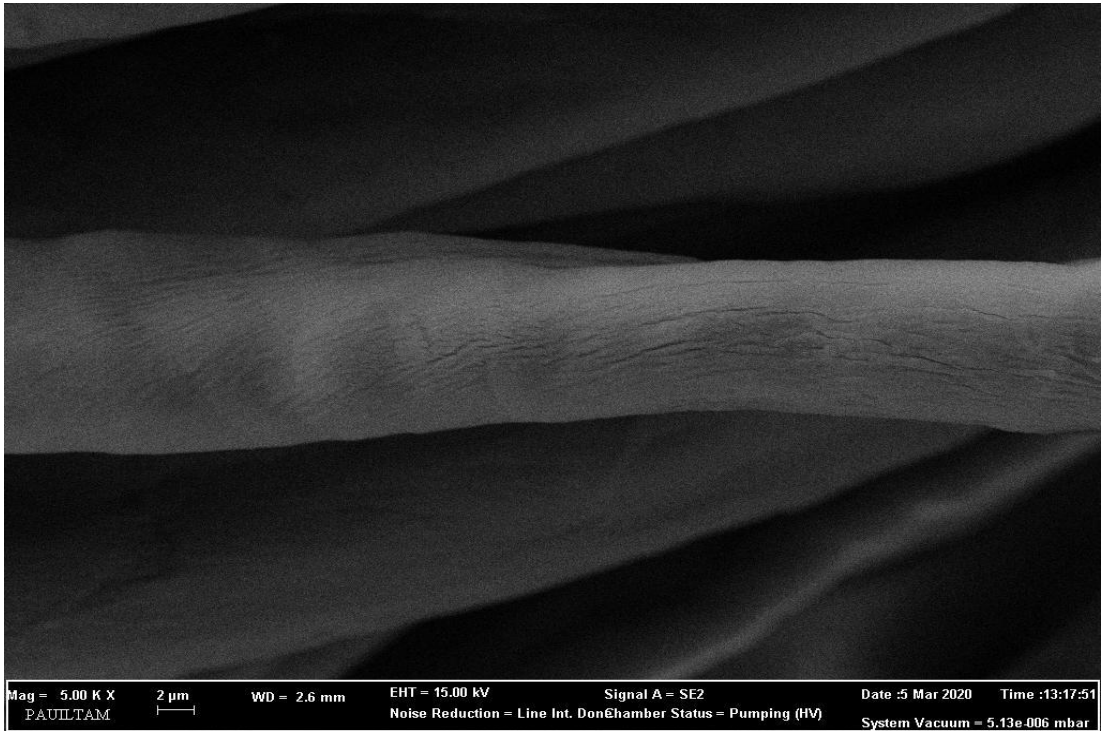


Şekil 7.2: Sülfatlanmış  $\beta$ -siklodekstrin tozunun FT-IR analiz grafiği

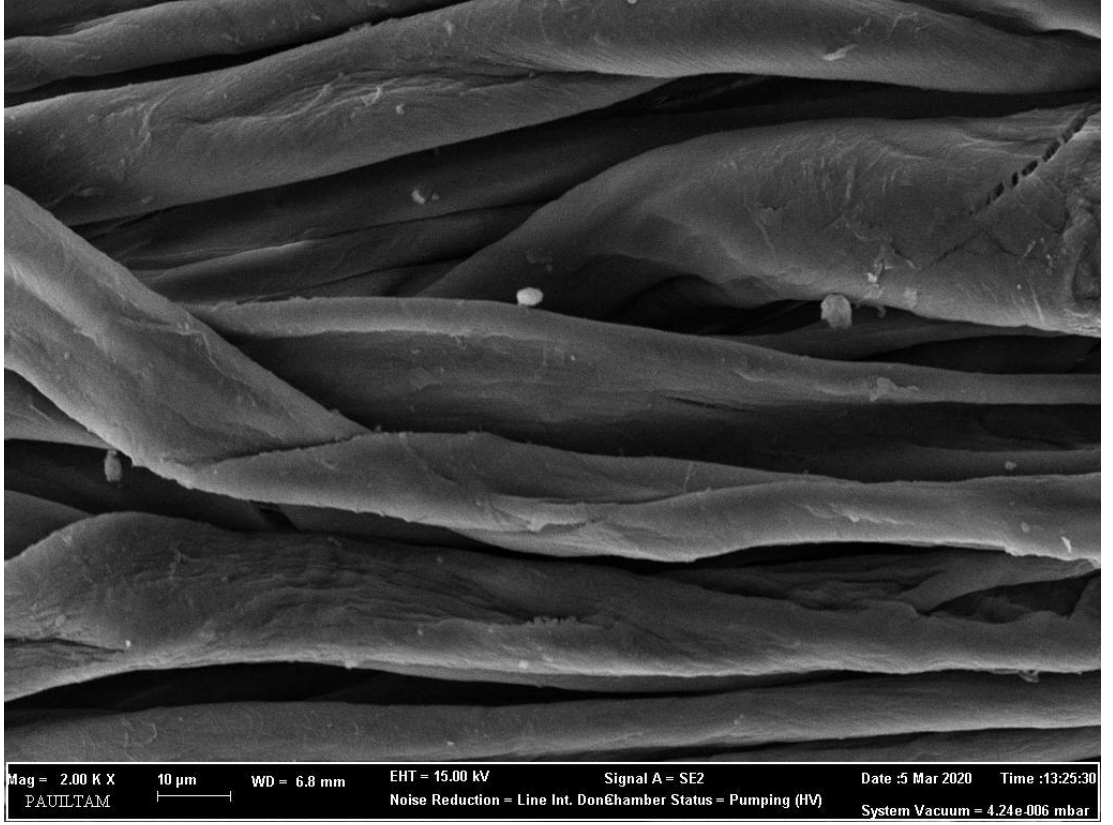
## EK C SEM Görüntüleri



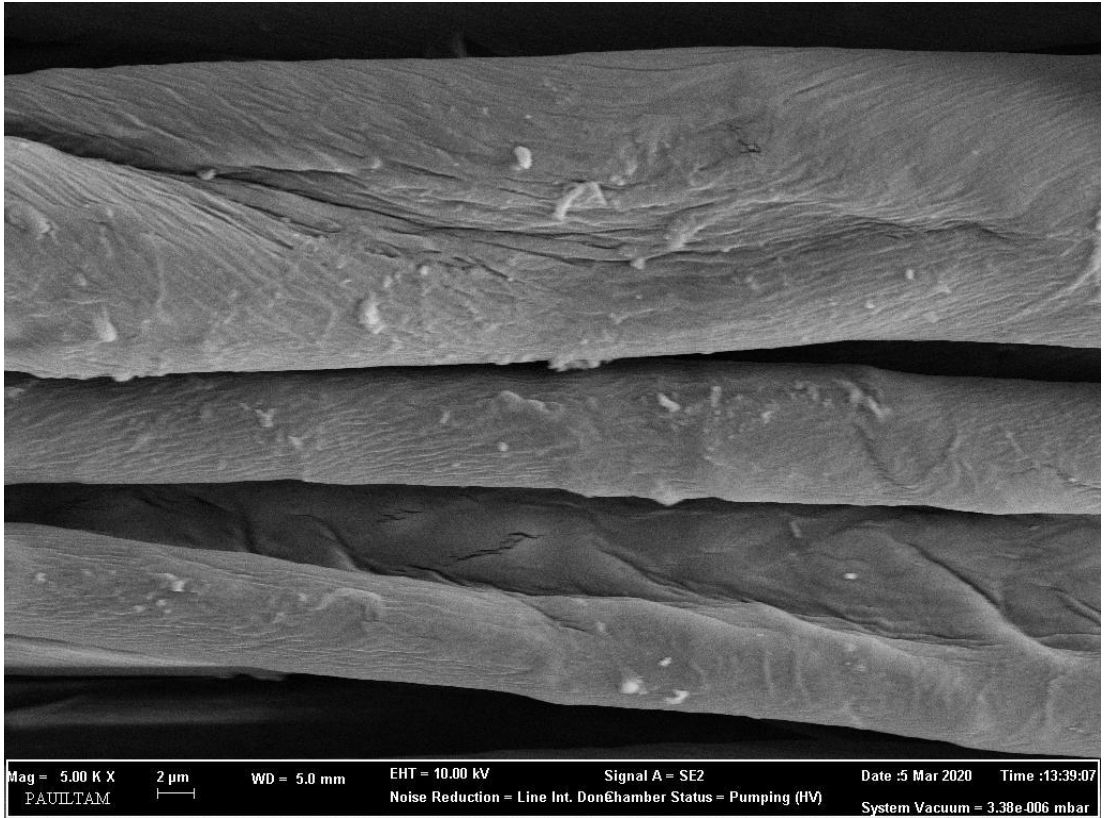
Şekil 7.3: İşlemsiz kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü



Şekil 7.4: İşlemsiz kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü

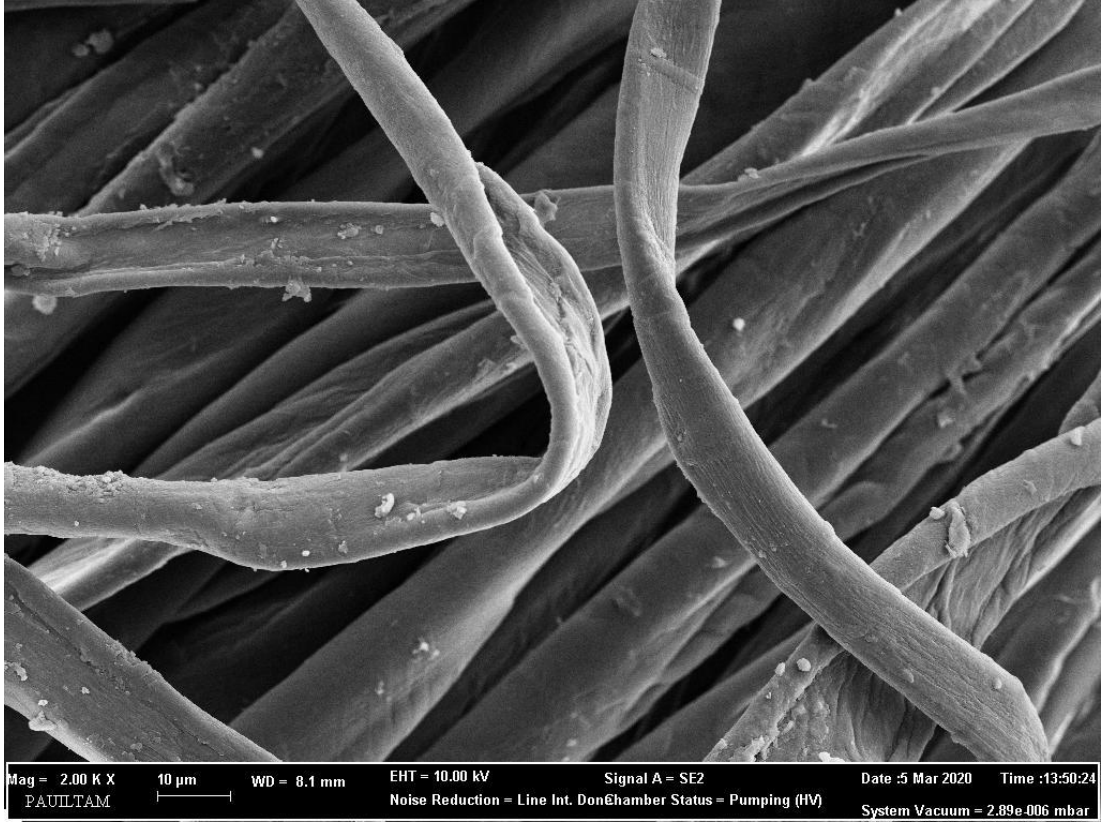


Şekil 7.5: AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü

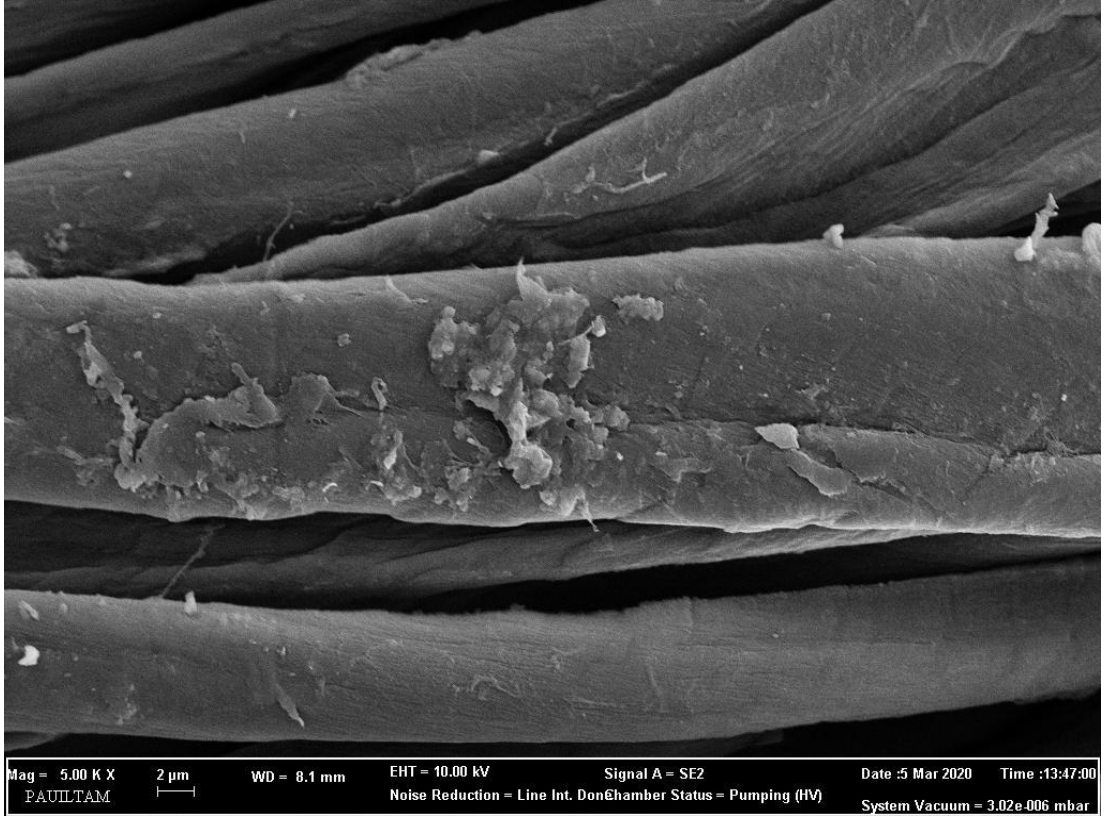


Şekil 7.6: AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü

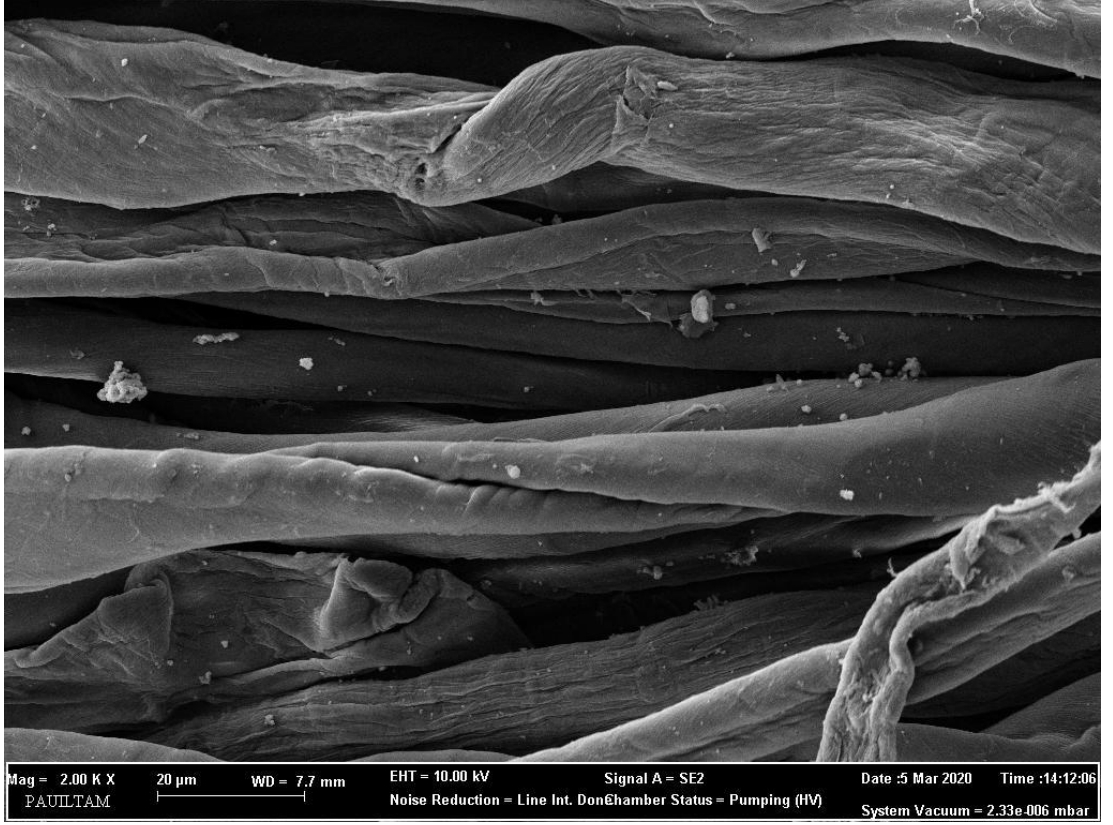




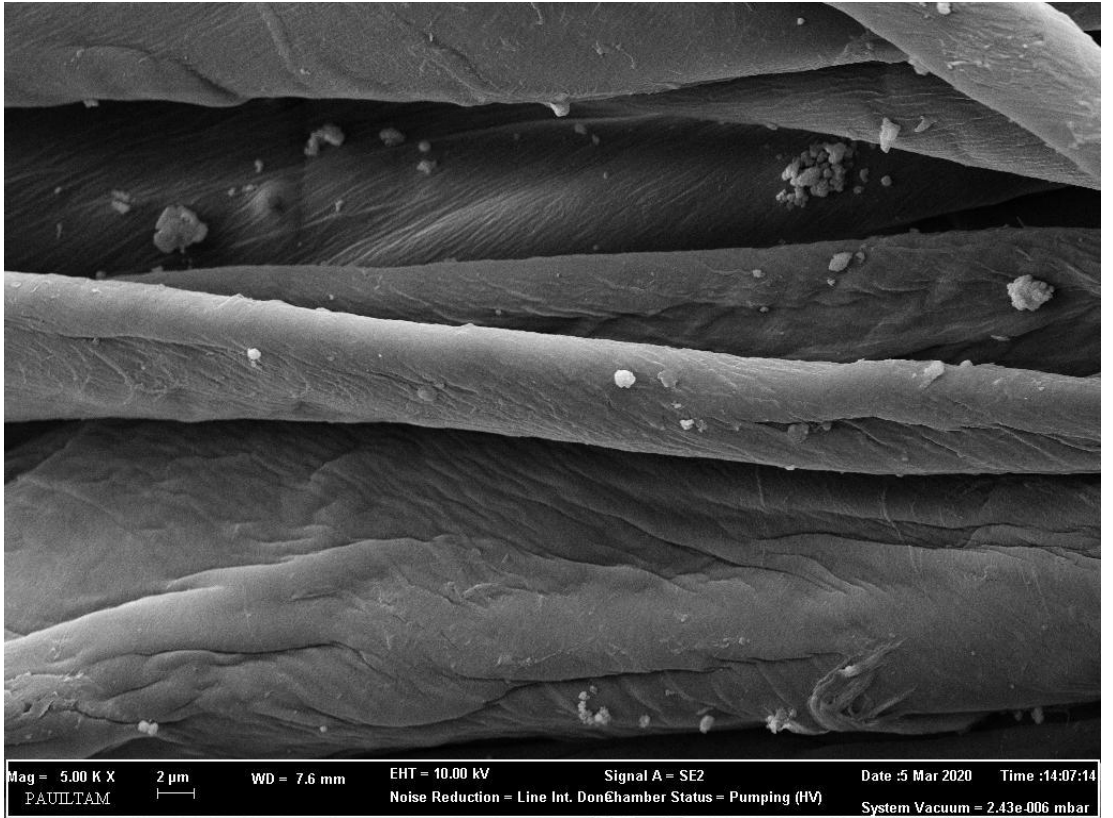
Şekil 7.7:  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü



Şekil 7.8:  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü



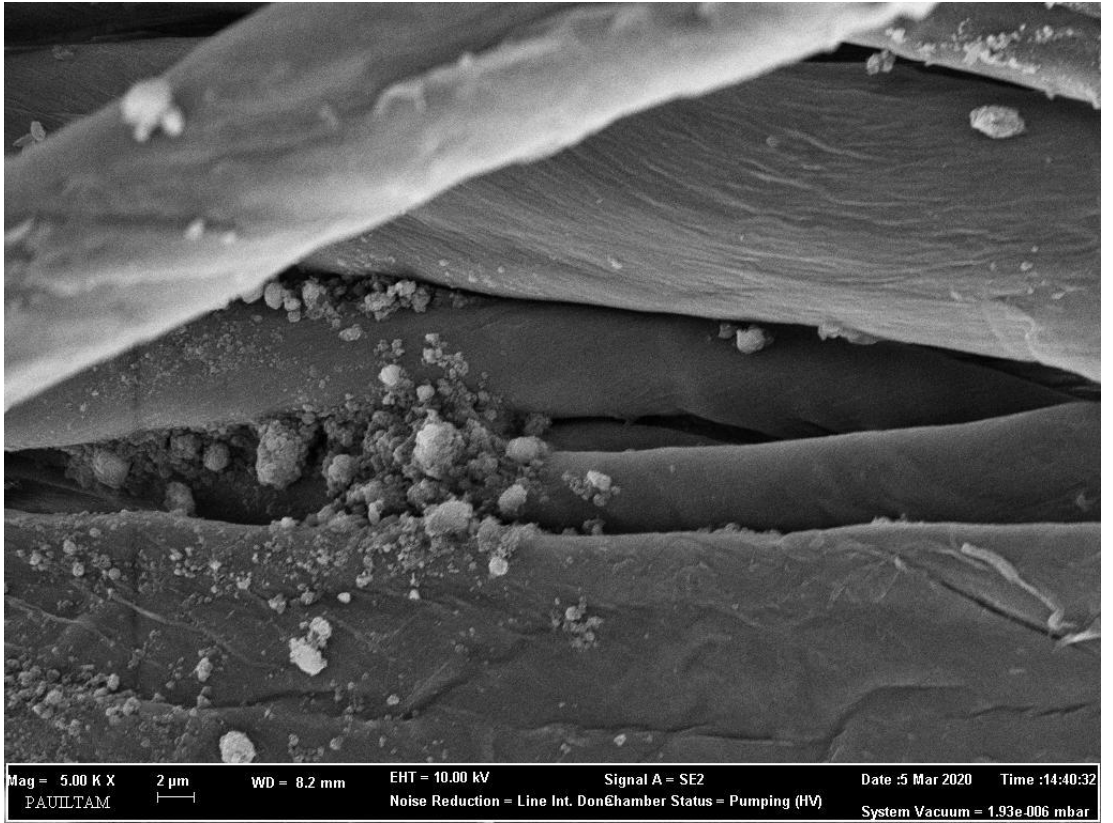
Şekil 7.9: S-β-CD + AgNP içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü



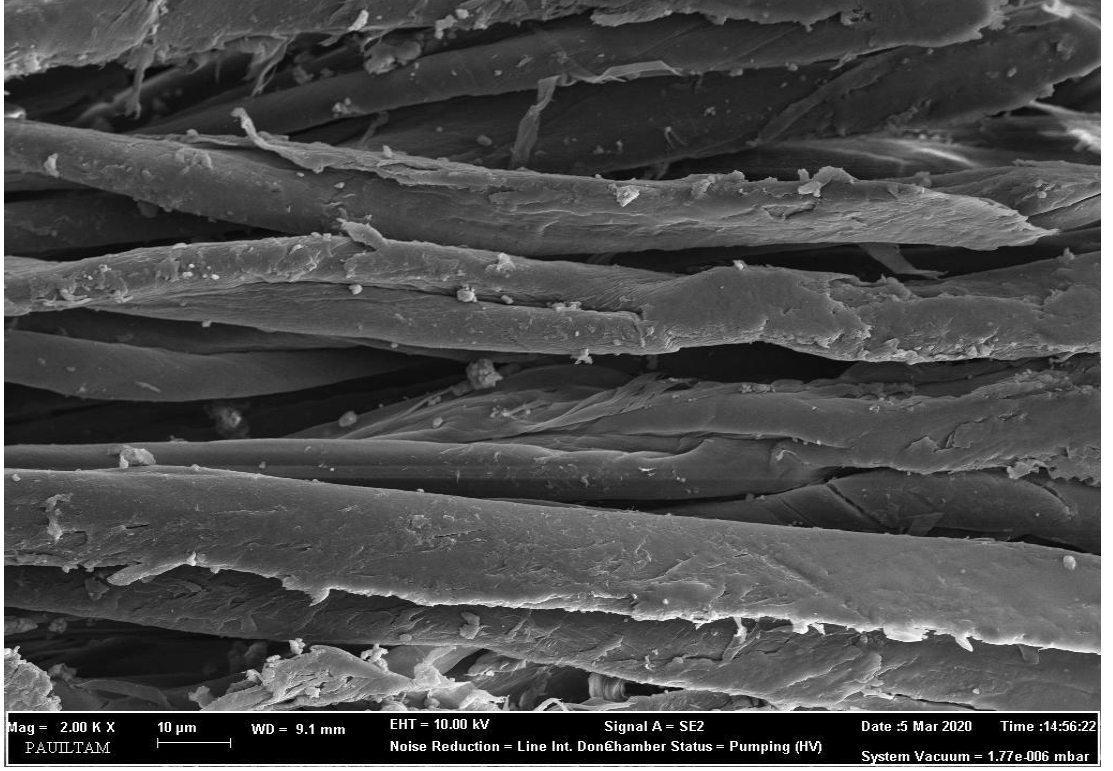
Şekil 7.10: S-β-CD + AgNP içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü



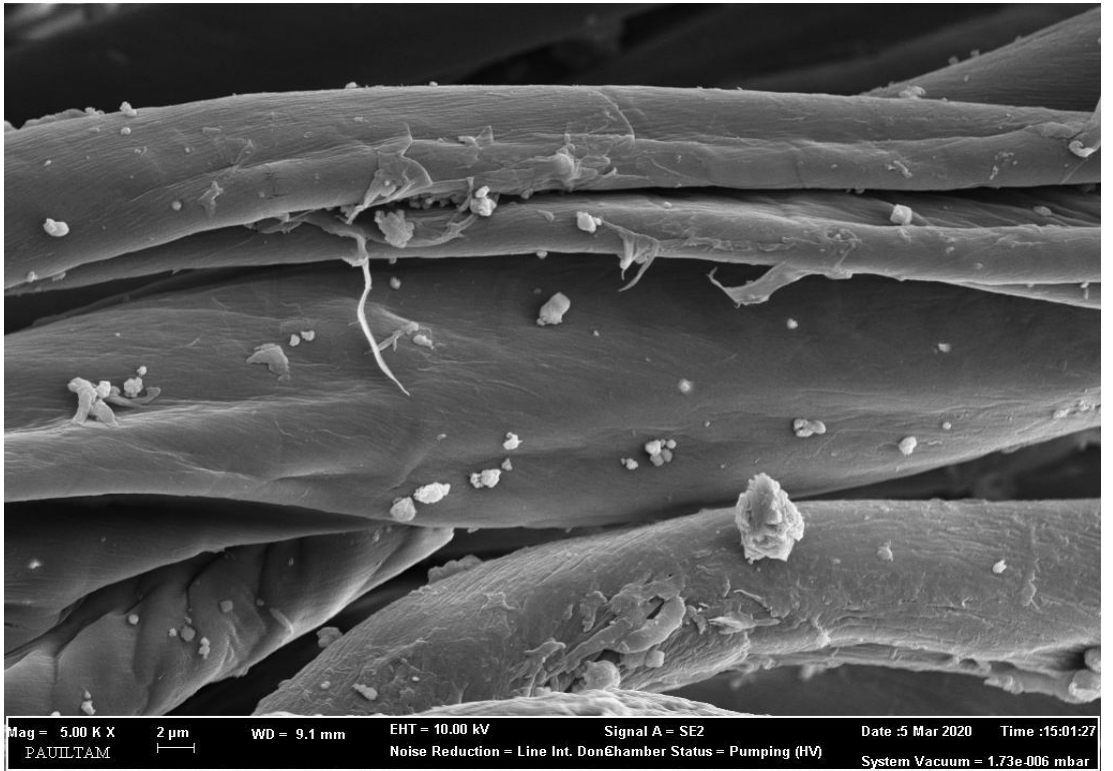
Şekil 7.11:  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü



Şekil 7.12:  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü



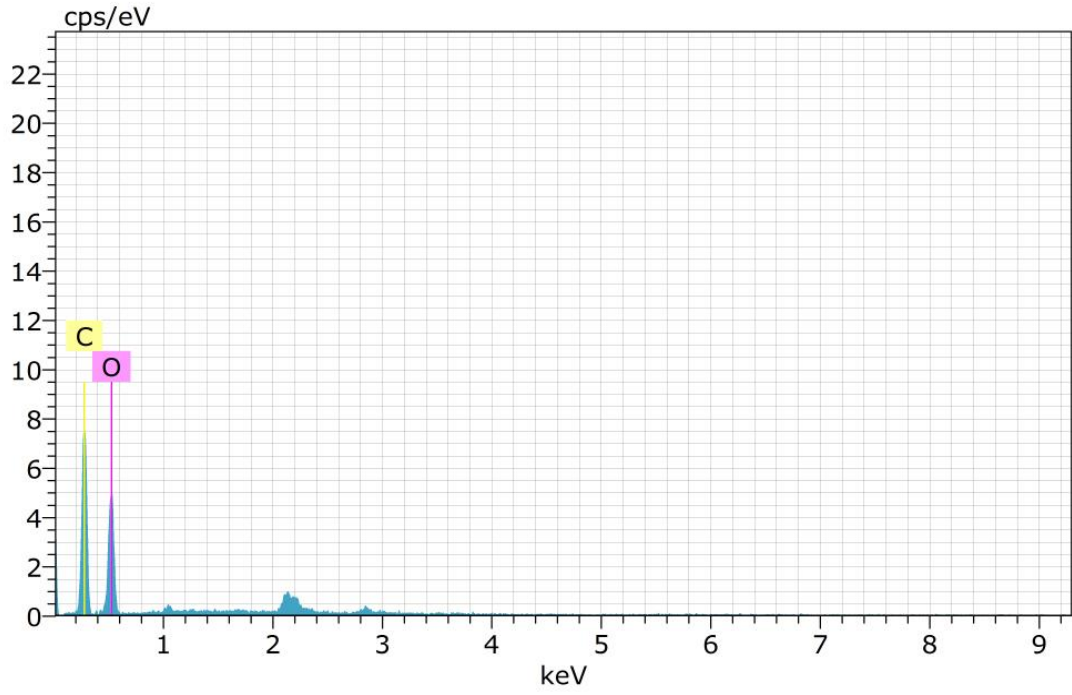
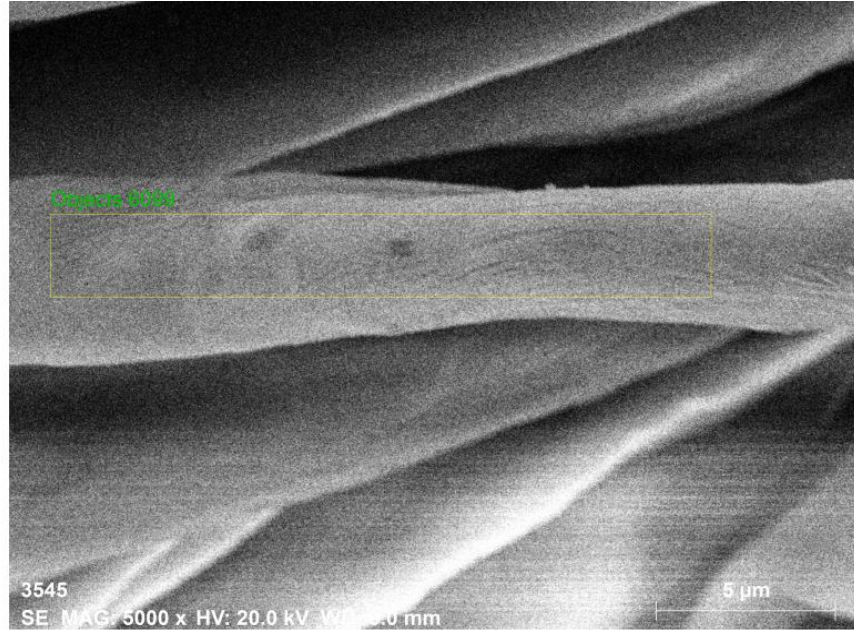
Şekil 7.13: S-β-CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 2000x SEM görüntüsü



Şekil 7.14: S-β-CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait 5000x SEM görüntüsü



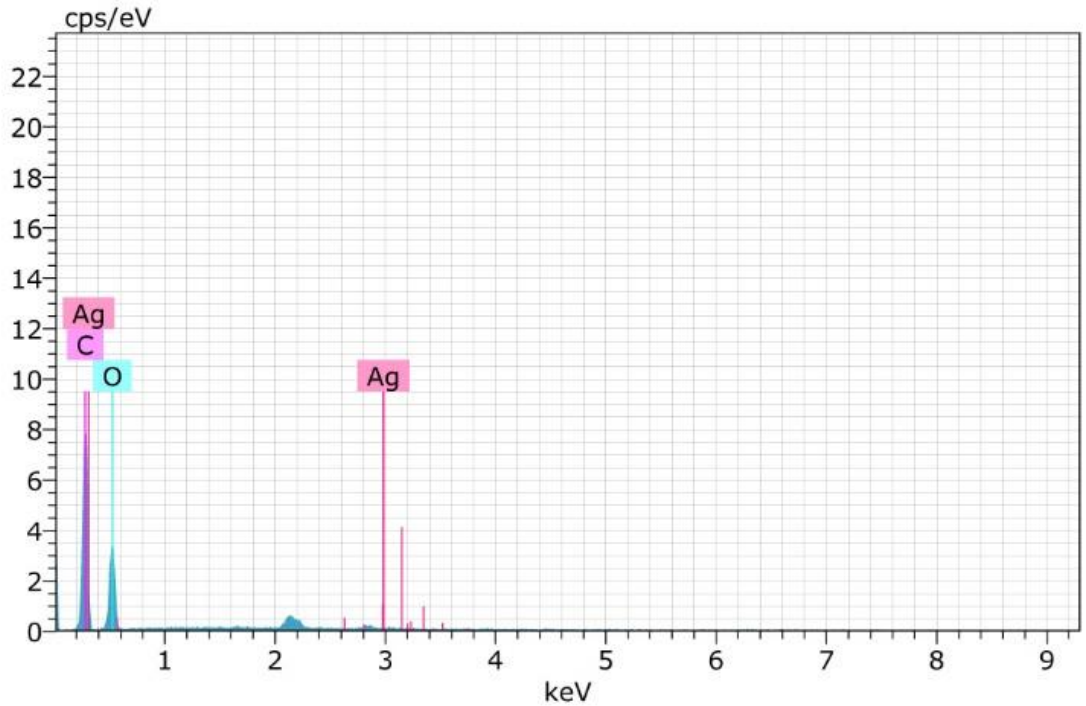
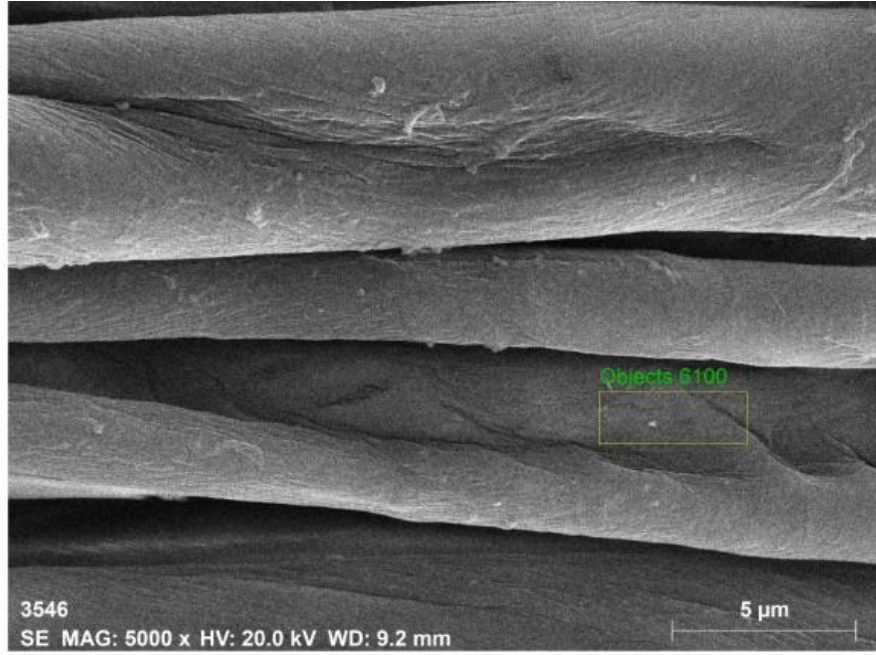
## EK D EDX Analizi Görselleri ve Grafikleri



Spectrum: Objects 6099

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	50.81	50.81	57.91	6.64
O	8	K-series	49.19	49.19	42.09	6.82
Total:			100.00	100.00	100.00	

Şekil 7.15: İşlemsiz kumaşa ait EDX analiz sonucu

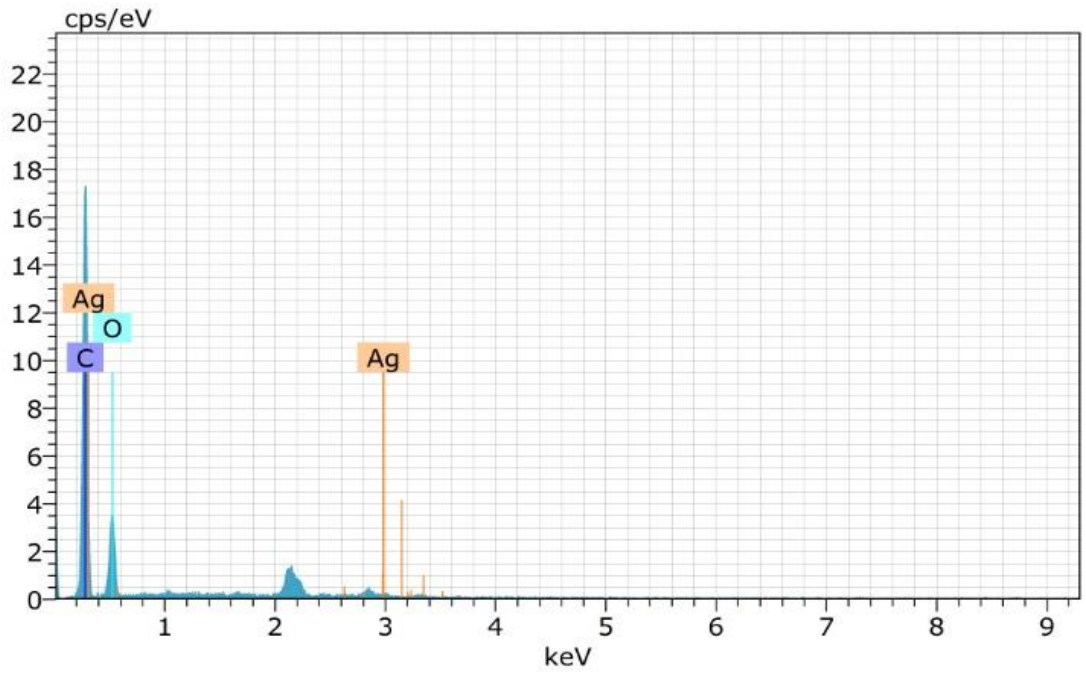
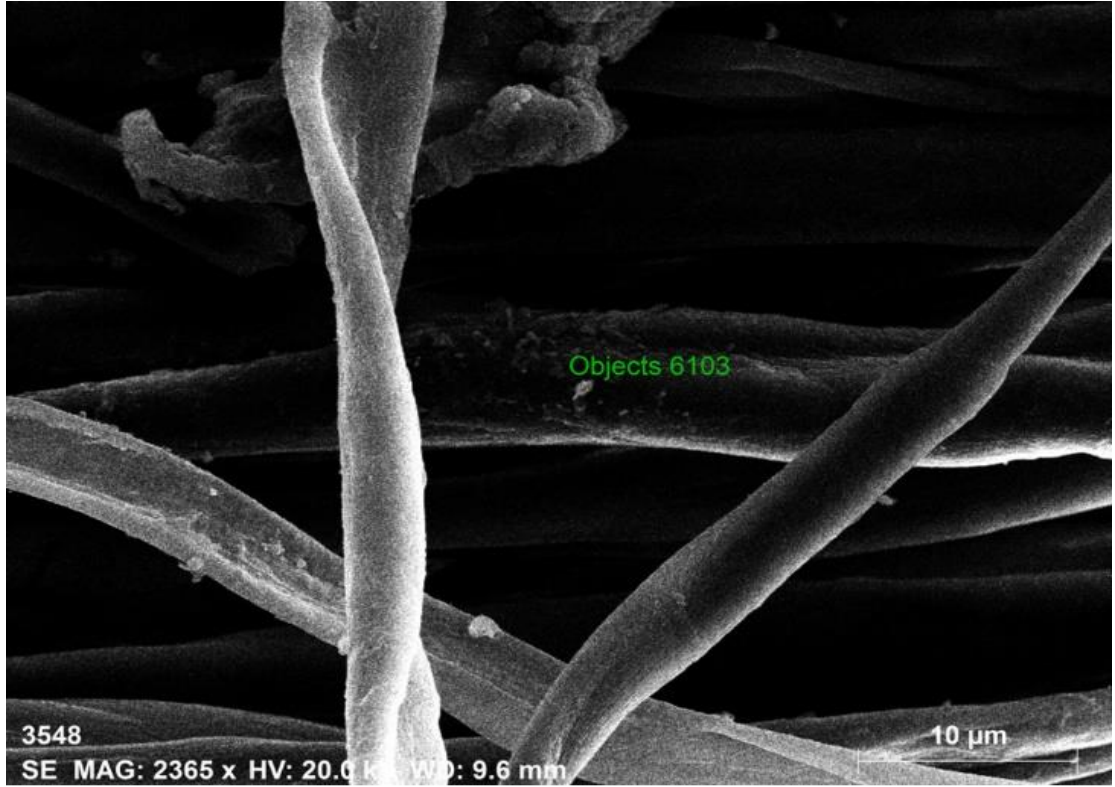


Spectrum: Objects 6100

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	C Atom. [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	56.13	56.13	63.20	7.26
O	8	K-series	43.49	43.49	36.75	6.29
Ag	47	L-series	0.38	0.38	0.05	0.05

Total: 100.00 100.00 100.00

**Şekil 7.16:** AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu



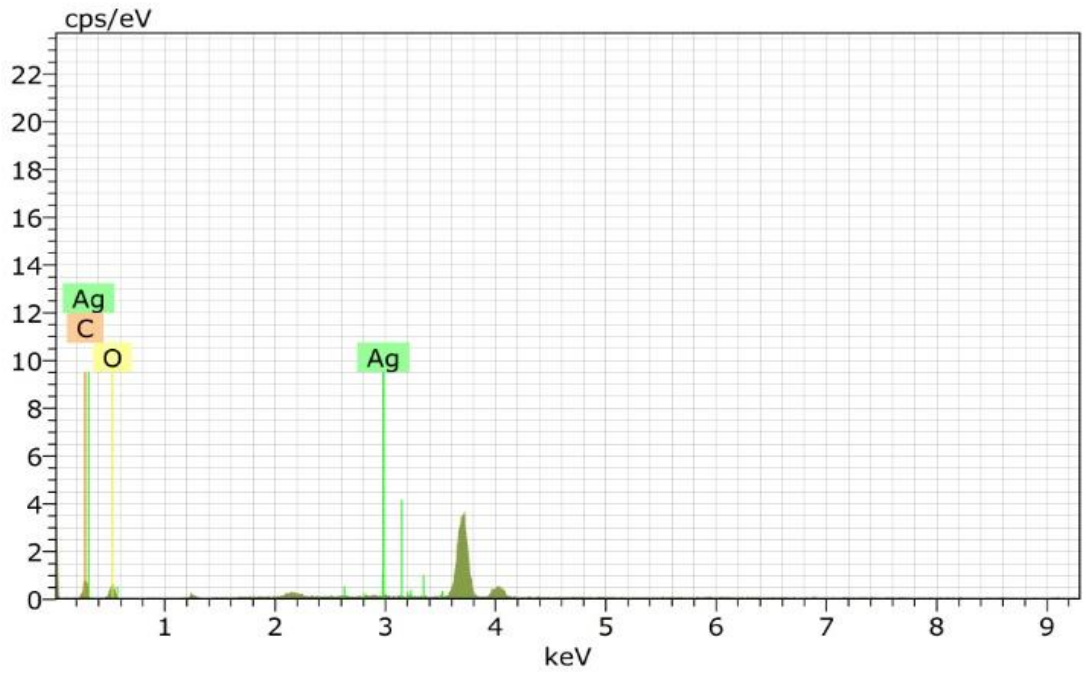
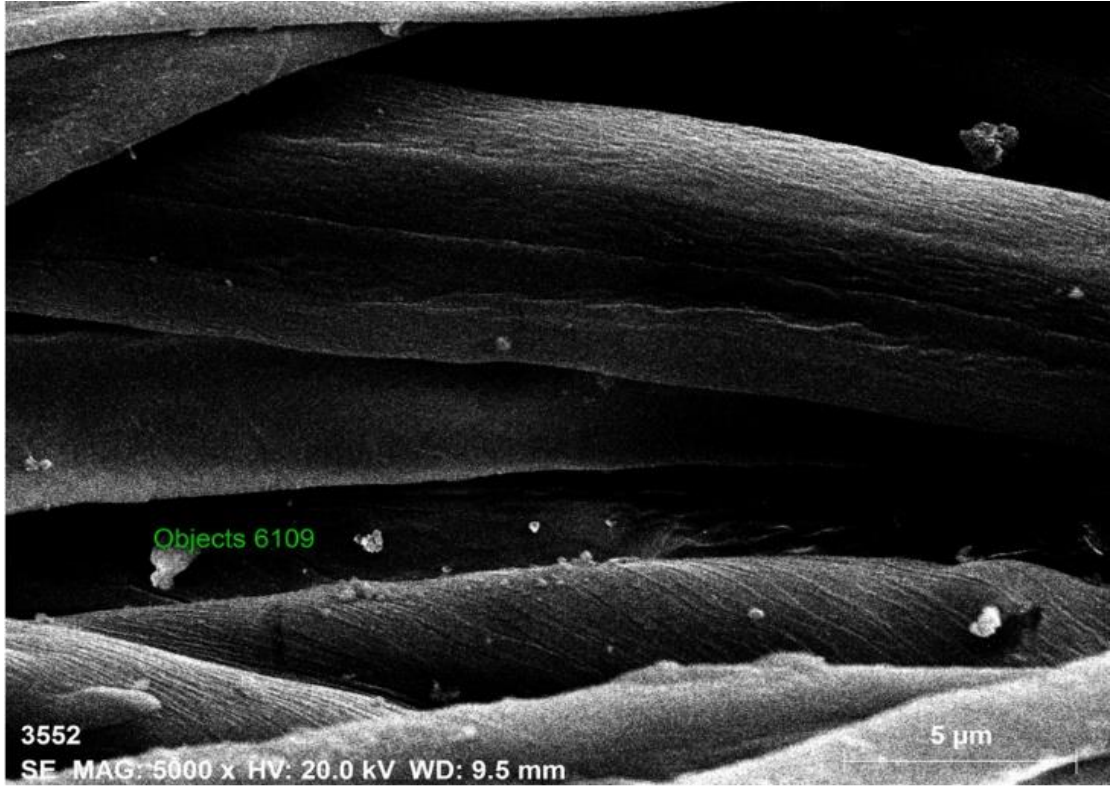
Spectrum: Objects 6103

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Atom. [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	64.89	64.89	71.43	8.20
O	8	K-series	34.47	34.47	28.49	5.31
Ag	47	L-series	0.63	0.63	0.08	0.06

Total: 100.00 100.00 100.00

Şekil 7.17:  $\beta$ -CD + AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu



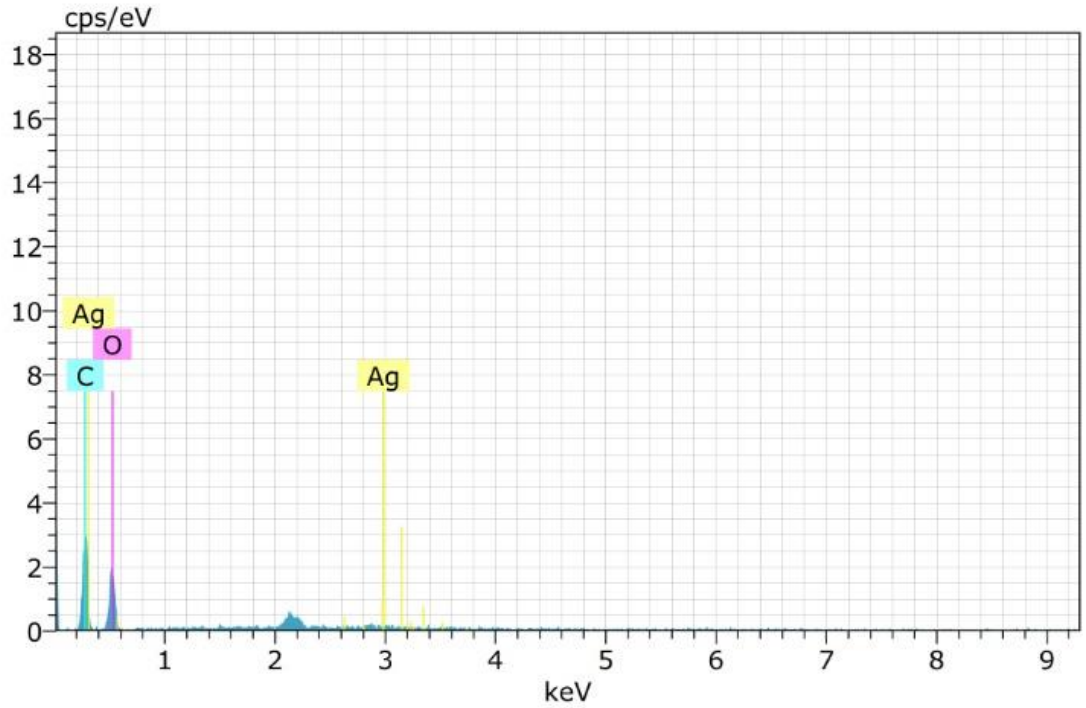
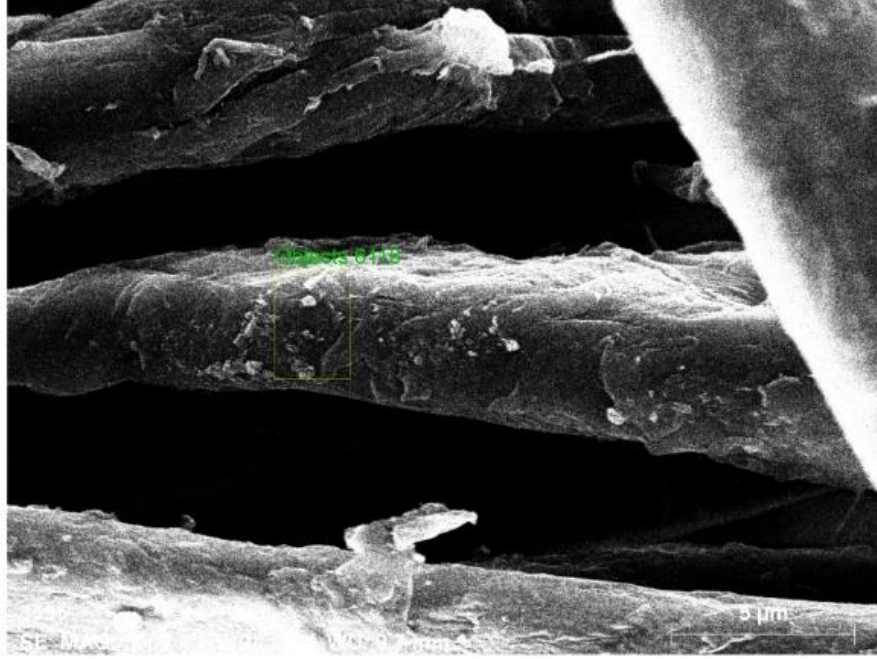


Spectrum: Objects 6109

El	AN	Series	unn. [wt.%]	C norm. [wt.%]	Atom. [at.%]	C Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	52.78	52.78	47.79	12.57
C	6	K-series	42.80	42.80	51.62	9.79
Ag	47	L-series	4.42	4.42	0.59	0.38
Total:			100.00	100.00	100.00	

Şekil 7.18: S-β-CD + AgNP içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu

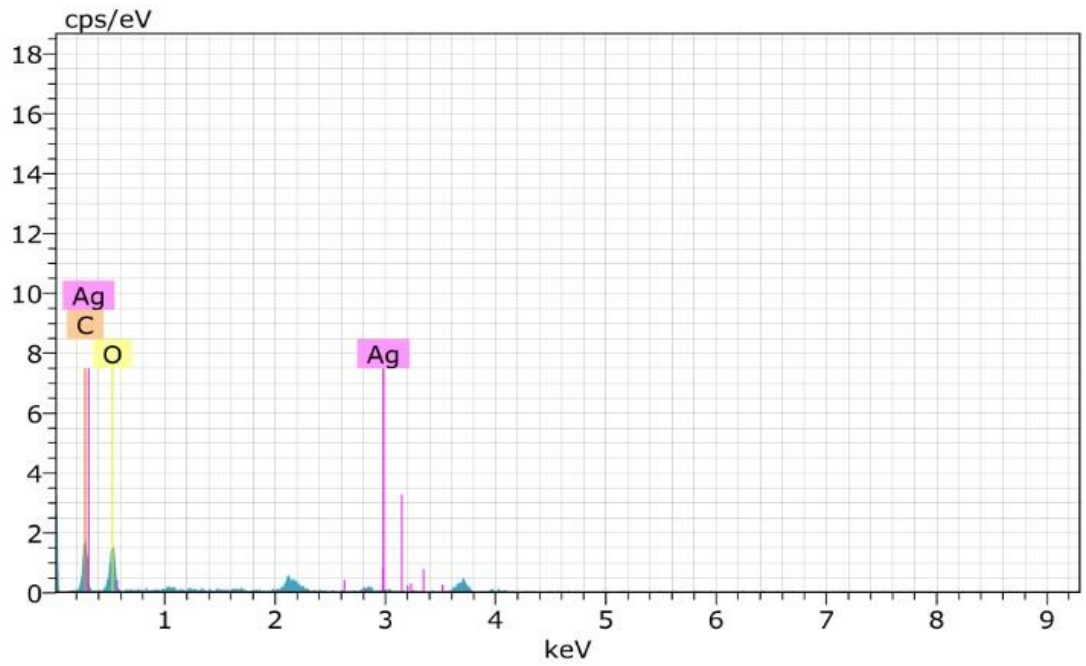
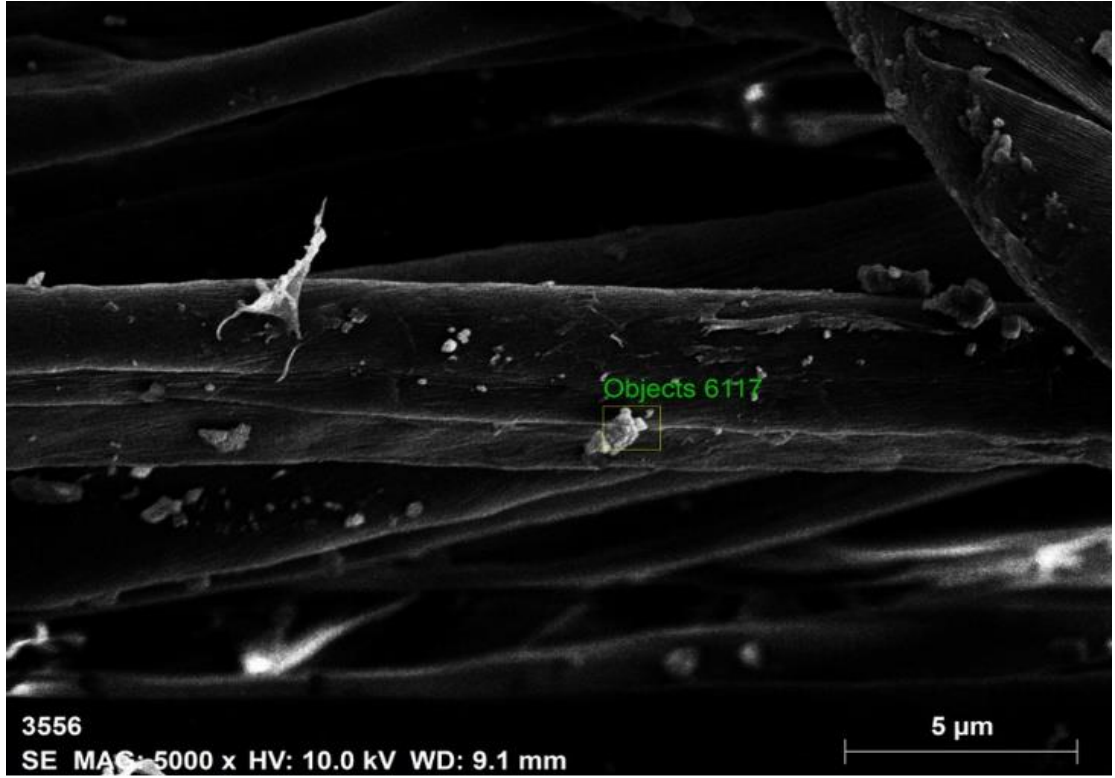




Spectrum: Objects 6116

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
C	6	K-series	49.98	49.98	57.52	8.50
O	8	K-series	49.02	49.02	42.35	9.24
Ag	47	L-series	1.01	1.01	0.13	0.12
Total:			100.00	100.00	100.00	

Şekil 7.19:  $\beta$ -CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu



Spectrum: Objects 6117

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	55.06	55.06	52.61	10.39
C	6	K-series	36.27	36.27	46.16	7.10
Ag	47	L-series	8.67	8.67	1.23	0.78
Total:			100.00	100.00	100.00	

Şekil 7.20: S-β-CD + AgNP + EDTA içeren kumaşa ait EDX analiz sonucu

## 8. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı	: Çağla SARI
Doğum Yeri ve Tarihi	: Zonguldak / 1991
Lisans Üniversite	: Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü
Elektronik posta	: caglasari@yahoo.com
İletişim Adresi	: Pamukkale / DENİZLİ

2009 yılında Pamukkale Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde başladığı Lisans eğitiminin 2013-2014 Eğitim-Öğretim Yılı'nı, öğrenci değişim programı ile University of Oradea, Romanya'da tamamladı. 2014 yılında Pamukkale Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü'nden 2013-2014 ders yılı itibariyle yüksek onur belgesi ile mezun oldu. Hazır giyim sektöründe öncü yabancı markaların müşteri temsilcisi olarak çeşitli fabrikalarda çalıştı. Askerlik görevinden sonra, 2017 yılında Pamukkale Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans programına başladı ve aktif iş hayatına devam etti. Yüksek Lisans eğitiminin 2018-2019 Eğitim-Öğretim Yılı'nı, öğrenci değişim programı ile Technical University Gheorghe Asachi of Iasi, Romanya'da tamamladı. 2020 yılında Pamukkale Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans programından mezun oldu.