

**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA ANABİLİM DALI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİĞE SAHİP YENİ POLİMERİK  
KOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

**AKİF ŞAFAKLI**

**KOCAELİ 2014**

**KOCAELİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**KİMYA ANABİLİM DALI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

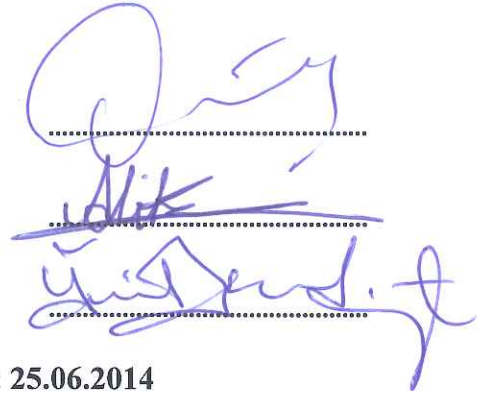
**ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİĞE SAHİP YENİ POLİMERİK  
KOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU**

**AKİF ŞAFAKLI**

**Doç.Dr. Nalan TEKİN  
Danışman, Kocaeli Üniv.**

**Doç.Dr. Ali KARA  
Jüri Üyesi, Uludağ Üniv.**

**Yrd.Doç.Dr. Ümüt KADİROĞLU  
Jüri Üyesi, Kocaeli Üniv.**



Three handwritten signatures in blue ink are positioned over horizontal dotted lines. The top signature is the most prominent, followed by a smaller one, and a third signature at the bottom right.

**Tezin Savunulduğu Tarih: 25.06.2014**

## **ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR**

Bu çalışmada, antimikrobiyal özellikleri olan polivinilimidazol, kitosan, Ag parçacıkları ve modifiye kil minerali kullanılarak kompozitler sentezlenmiştir. Sentezlenen kompozitlerin yapıları analiz edilmiş ve antimikrobiyal aktiviteleri incelenmiştir.

Tezimin her aşamasında yardımlarını ve desteklerini esirgemeyen, tecrübesi ve bilgi birikimiyle bana yol gösteren, öğrencisi olmaktan mutluluk duyduğum değerli danışmanım Sayın Doç. Dr. Nalan TEKİN'e teşekkürlerimi sunarım.

Kompozitlerin antimikrobiyal analizleri için bize zaman ayıran, analizleri gerçekleştiren ve yorumlayan Kocaeli Üniversitesi, Temel Tıp Bilimleri, Tıbbi Mikrobiyoloji Anabilim Dalı Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. Fatma BUDAK'a teşekkür ederim.

Eğitim hayatımın başlangıcından itibaren her anında yanımda olan ve benden maddi-manevi desteklerini esirgemeyen sevgili Aileme teşekkür ederim.

Haziran - 2014

Akif ŞAFAKLI

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR .....	i
İÇİNDEKİLER .....	ii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	iv
TABLOLAR DİZİNİ .....	vi
SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR .....	vii
ÖZET.....	viii
ABSTRACT .....	ix
GİRİŞ.....	1
1. GENEL BİLGİLER.....	5
1.1. Killer.....	5
1.1.1. Sepiyolit .....	6
1.1.1.1. Dünyada ve Türkiye’de sepiyolit.....	8
1.1.1.2. Sepiyolitin kullanım alanları.....	9
1.1.2. Organokiller .....	10
1.2. Kitin ve Kitosan .....	11
1.2.1. Kitosanın kimyasal yapısı.....	12
1.2.2. Kitosanın kullanım alanları.....	14
1.2.3. Kitosanın antimikrobiyal özelliği .....	16
1.3. Polivinilimidazol (PVI) .....	16
1.4. Gümüşün Genel Özellikleri.....	16
1.4.1. Gümüşün antimikrobiyal özelliği.....	17
1.5. Polimer- Kil nanokompozitleri.....	17
1.5.1. Polimer-kil nanokompozit çeşitleri.....	17
1.5.1.1. Mikrokompozit yapı .....	18
1.5.1.2. Aralanmış tabakalı (intercalated) yapı.....	18
1.5.1.3. Dağılmış tabakalı (exfoliated) yapı.....	18
1.5.2. Nanokompozit hazırlama yöntemleri.....	19
1.5.2.1. Eş-Anlı (In-Situ) polimerizasyon metodu.....	19
1.5.2.2. Erime ortamında araya girme metodu (Melt intercalation) .....	19
1.5.2.3. Çözeltilerin birleştirilme metodu (Solution intercalation) .....	20
1.5.3. Polimer-Kil nanokompozitlerinin karakterizasyonu.....	21
1.6. Önceki Çalışmalar .....	21
2. MALZEME VE YÖNTEM.....	25
2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler .....	25
2.2. Karakterizasyon Yöntemleri.....	26
2.2.1. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR) .....	26
2.2.2. X ışınları kırınımı (XRD).....	26
2.2.3. Ultraviyole spektrofotometresi (UV) .....	26
2.2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) .....	26
2.2.5. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) .....	26
2.3. Deneysel Kısım .....	26

2.3.1. Organo kil eldesi .....	26
2.3.2. PVI/Ag sentezi .....	27
2.3.3. Polivinilimidazol aşılı kitosanın hazırlanması .....	27
2.3.4. PVI/CS/Ag kompozitin sentezi .....	27
2.3.5. % 1'lik Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitin sentezi .....	27
2.3.6. %3'lük Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitin sentezi .....	28
2.3.7. %5'lik Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitin sentezi .....	28
2.3.8. Antibakteriyel duyarlılık deneyleri .....	28
3. BULGULAR VE TARTIŞMA .....	30
3.1. Sepiyolit ve Organosepiyolit Karakterizasyonu .....	30
3.1.1. Sepiyolit ve organosepiyolit FTIR analizi .....	30
3.1.2. Sepiyolit ve organosepiyolit XRD analizi .....	31
3.1.3. Sepiyolit ve organosepiyolit SEM analizi .....	31
3.2. PVI/Kitosan Kopolimerinin Karakterizasyonu .....	32
3.2.1. PVI/Kitosan kopolimerinin FTIR analizi .....	32
3.2.2. PVI, kitosan ve gümüşün XRD analizi .....	34
3.2.3. PVI ve kitosanın DSC analizi .....	35
3.2.4. PVI ve kitosan SEM analizi .....	36
3.3. PVI/Ag Kompozitlerin Karakterizasyonu .....	37
3.3.1. PVI/Ag kompozitlerinin FTIR analizi .....	37
3.3.2. PVI/Ag kompozitlerinin XRD analizi .....	38
3.3.3. PVI/Ag kompozitlerinin UV-vis analizi .....	38
3.3.4. PVI/Ag kompozitlerinin SEM analizi .....	39
3.4. PVI/Kitosan/Ag Kompozitlerin Karakterizasyonu .....	40
3.4.1. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin FTIR analizi .....	40
3.4.2. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin XRD analizi .....	41
3.4.3. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin UV-vis analizi .....	41
3.4.4. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin DSC analizi .....	42
3.4.5. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin SEM analizi .....	43
3.5. Kitosan/Organosepiyolit/Ag Kompozitlerinin Karakterizasyonu .....	43
3.5.1. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR analizi .....	43
3.5.2. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD analizi .....	45
3.5.3. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV-vis analizi .....	47
3.5.4. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin DSC analizi .....	48
3.5.5. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin SEM analizi .....	50
3.6. Antibakteriyel Duyarlılık Testleri .....	52
4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER .....	53
KAYNAKLAR .....	56
KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER .....	62
ÖZGEÇMİŞ .....	63

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1.	Bir tane tetrahedral hücre(a), tetrahedral hücrelerin oluşturduğu yaprak tabaka(b).....	6
Şekil 1.2.	Bir tane oktahedral hücre(a), oktahedral hücrelerin oluşturduğu yaprak tabaka(b).....	6
Şekil 1.3.	Sepiyolit kristal ve fiber yapısı .....	8
Şekil 1.4.	Yüzey aktif moleküllerinin kil tabakaları arasına yerleşim şekilleri. (a) bir tabakalı(monolayer), (b) çift tabakalı(bilayer), (c) Üç tabakalı(pseudotrilayer), (d) parafin tipi (paraffin type).....	10
Şekil 1.5.	Kitinin birincil yapısı .....	11
Şekil 1.6.	Deniz canlılarının kabuğundan ve mantardan kitin eldesi .....	12
Şekil 1.7.	Kitinin deasetillenmesi .....	12
Şekil 1.8.	Kitin, kitosan ve selülozun kimyasal yapıları .....	13
Şekil 1.9.	PVI'ün kimyasal yapısı .....	16
Şekil 1.10.	Polimer/kil nanokompozitlerde, kil dağılımına bağlı olarak gözlenen mikro-yapı farklılıkları .....	18
Şekil 1.11.	Eş-anlı polimerizasyon yöntemi ile nanokompozit sentezinin şematik gösterimi .....	19
Şekil 1.12.	Eriyikte harmanlama nanokompozit hazırlama metodunun şematik görünümü .....	20
Şekil 1.13.	Çözeltide harmanlama nanokompozit hazırlama metodunun şematik görünümü .....	20
Şekil 2.1.	Antibakteriyel duyarlılık testleri için hazırlanan kompozit diskleri:(a) CS/%3orgsep/Ag(0,025), (b) CS/%3orgsep/Ag(0,05) ve (c) CS/%3orgsep/Ag(0,1).....	29
Şekil 3.1	Organosepiyolit(a) ve sepiyolit(b) FTIR spektrumları .....	30
Şekil 3.2.	Sepiyolit ve organosepiyolit XRD desenleri.....	31
Şekil 3.3.	Sepiyolit ve organo sepiyolit SEM görüntüleri.....	31
Şekil 3.4.	(a) PVI ve (b) Kitosanın FTIR spektrumları .....	32
Şekil 3.5.	PVI/kitosan kopolimer FTIR spektrumu.....	33
Şekil 3.6.	PVI'ün kitosana bağlanmasının şematik gösterimi.....	34
Şekil 3.7.	PVI, kitosan ve gümüşün XRD desenleri.....	34
Şekil 3.8.	PVI ve kitosanın DSC eğrileri.....	35
Şekil 3.9.	(a) PVI, (b) Kitosan ve (c) PVI-Kitosan kopolimerin SEM görüntüleri .....	36
Şekil 3.10.	PVI/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları: (a) PVI/Ag(0,1), (b) PVI/Ag(0,05), (c) PVI/Ag(0,025).....	37
Şekil 3.11.	PVI/Ag kompozitlerin XRD desenleri .....	38
Şekil 3.12.	PVI/Ag kompozitlerin UV spektrumları .....	39
Şekil 3.13.	PVI/Ag kompozitlerin SEM görüntüleri: (a) PVI/Ag(0,025), (b)PVI/Ag(0,05) ve (c) PVI/Ag(0,1).....	39

Şekil 3.14. PVI/CS/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları: (A)PVI/CS/Ag(0,1), (b) PVI/CS/Ag(0,05), (c)PVI/CS/Ag(0,025) .....	40
Şekil 3.15. PVI/CS/Ag kompozitlerin XRD desenleri .....	41
Şekil 3.16. PVI/CS/Ag kompozitlerin UV spektrumları .....	41
Şekil 3.17. PVI/CS/Ag kompozitlerin DSC eğrileri.....	42
Şekil 3.18. PVI/CS/Ag kompozitlerin SEM görüntüleri: (a)PVI/CS/Ag(0,025) ve (b) PVI/CS/Ag(0,1).....	43
Şekil 3.19. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları: (a) CS/%1orgsep/Ag(0,1), (b) CS/%1orgsep/Ag (0,05), (c) CS/%1orgsep/Ag(0,025) .....	43
Şekil 3.20. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları: (a) CS/%3orgsep/Ag(0,1), (b) CS/%3orgsep/Ag (0,05), (c) CS/%3orgsep/Ag(0,025) .....	44
Şekil 3.21. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları: (a) CS/%5orgsep/Ag(0,1), (b) CS/%5orgsep/Ag (0,05), (c) CS/%5orgsep/Ag(0,025) .....	44
Şekil 3.22. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri .....	45
Şekil 3.23. Kitosan/%3organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri .....	46
Şekil 3.24. Kitosan/%5organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri .....	46
Şekil 3.25. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV spektrumları.....	47
Şekil 3.26. Kitosan/%3organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV spektrumları.....	47
Şekil 3.27. Kitosan/%5organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV spektrumları.....	48
Şekil 3.28. Kitosan/%3orgsep/Ag kompozitlerin DSC eğrileri.....	48
Şekil 3.29. Kitosan/%5orgsep/Ag kompozitlerin DSC eğrileri.....	49
Şekil 3.30. %1, %3, %5'lik Kitosan/Organosepiyolit/Ag(0,05) kompozitlerin DSC eğrileri .....	49
Şekil 3.31. Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitlerin SEM görüntüleri:(a)CS/%1orgsep/Ag(0,025), (b) CS/%1orgsep/Ag(0,05), (c) CS/%1orgsep/Ag(0,1), (d) CS/%3orgsep/Ag(0,025), (e) CS/%3orgsep/Ag(0,05), (f) CS/%3orgsep/Ag(0,1), (g) CS/%5orgsep/Ag(0,025), (h) CS/%5orgsep/Ag(0,05), (t) CS/%5orgsep/Ag(0,1) .....	51

## **TABLolar DİZİNİ**

Tablo 1.1. Sepiyolitın kullanım alanları.....	9
Tablo 1.2. Kitosanın çeşitli organik asitler içinde çözünebilirlik durumu.....	14
Tablo 1.3. Kitin, kitosan ve türevlerinin uygulama alanları .....	15
Tablo 2.1. Sepiyolitın kimyasal bileşimi .....	25
Tablo 2.2. Deneyde kullanılan kimyasallar ve özellikleri.....	25
Tablo 3.1. Kitosan/organosepiyolit/Ag nanokompozitlerin DSC verileri .....	50
Tablo 3.2. Kompozitlerin antibakteriyel test sonuçları.....	52



## SİMGELER DİZİNİ VE KISALTMALAR

T<sub>g</sub> : Camı geçiş sıcaklığı, (°C)

### Kısaltmalar

AIBN	: 2,2'-Azobis (2-metilpropionitril)
AIPEA	: Association International Pour L'étude des Argiles (Uluslararası Kil Çalışmaları Komitesi)
CS	: Chitosan (Kitosan)
DSC	: Differential Scanning Calorimetry (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre)
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrofotometrisi)
PVI	: Poly(vinylimidazole) (Polivinilimidazol)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Taramalı Elektron Mikroskobu)
TEM	: Transmission Electron Microscope (Geçirimli Elektron Mikroskobu)
UV-vis	: Ultraviolet-visible Spectroscopy (Ultraviyole Görünür Bölge Spektroskopisi)
XRD	: X-Ray Diffraction (X Işınları Kırınımı)

# ANTİMİKROBİYAL ÖZELLİĞE SAHİP YENİ POLİMERİK KOMPOZİTLERİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

## ÖZET

Patojenik mikroorganizmaların neden olduğu enfeksiyonlar, özellikle tıbbi cihazlar, ilaçlar, hastane malzemelerinin yüzeyleri, ameliyat ekipmanları, sağlık bakım ürünleri, hijyenik uygulamalar, su arıtma sistemleri, tekstil, gıdaların paketlenmesi ve saklanması gibi pek çok alanda endişe yaratmaktadır. Bulaşıcı hastalıklar diğer sebeplerle karşılaştırıldığında, dünya çapında çok daha fazla insanın ölümüne sebep olmaktadır. Spesifik antimikrobiyal sistemlerin kullanımı, bu enfeksiyonların etkilerinin azaltılmasına, onlarla savaşılmasına ve ortadan kaldırılmasına yardım edecektir. Bu anlamda içsel özellikleri nedeni ile polimerler, bu alanların hepsinde yaygın ve etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Ayrıca, yapısal olarak antimikrobiyal aktiviteli polimerlerin geliştirilmesi, mikroorganizmalar tarafından oluşturulan problemlerin çözümü üzerine odaklanan araştırmaların önemli bir alanını oluşturmaktadır. Bu alternatif, polimerik matris boyunca, insan vücudu için sıklıkla toksisiteye sebep olan düşük moleküler ağırlıklı biyositlerin difüzyonu ile oluşacak zararı önler. Kimyasal modifikasyon için literatürde kullanılan üç temel yaklaşım vardır. Bunlar; antimikrobiyal özelliğe sahip bir polimer ile aşılama, metal parçacıkları gibi antimikrobiyal inorganik bileşiklerin katılanması ve organokiller gibi antimikrobiyal modifiye inorganik sistemlerin eklenmesi. Bu çalışmada, antimikrobiyal özellikleri olan polivinilimidazol, kitosan, Ag parçacıkları ve modifiye kil minerali ile üç yöntem kullanılarak farklı kompozitler hazırlanmıştır. Hazırlanan kompozitlerin yapısal karakterizasyonları ve morfolojik özellikleri, FTIR, XRD, UV-vis, DSC, SEM teknikleri kullanılarak analiz edilmiştir. Analizden sonra ise, hazırlanan kompozitlerin antimikrobiyal özellikleri araştırılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Antimikrobiyal Kompozitler, Gümüş Parçacıkları, Kitosan, Polivinilimidazol, Sepiyolit.

## **SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF NOVEL POLYMERIC COMPOSITES WITH ANTIMICROBIAL PROPERTY**

### **ABSTRACT**

Infections by pathogenic microorganisms are of great concern in many fields, particularly in medical devices, drugs, hospital surfaces/furniture, dental restoration and surgery equipment, health care products and hygienic applications, water purification systems, textiles, food packaging and storage, major or domestic appliances, aeronautic, etc. Infectious diseases kill worldwide more people than any other single cause. Shortly, using of potent and/or specific antimicrobial systems will help to mitigate, combat and/or eradicate these infections, which means an improvement in the state of well-being. In this sense, polymers due to their intrinsic properties are extensively and efficiently employed in all of these fields. In addition, the development of polymers with antimicrobial activity themselves is also an important area of research focused on solve the problem of contamination by microorganisms. This alternative avoids the inconvenience of the diffusion of the low molecular weight biocides through the polymeric matrix, which often causes toxicity to the human body. Besides, antimicrobial polymers usually present longer-term activity. In the literature, three basic ways in which the chemical modification is involved are differentiated; grafting other antimicrobial polymers, addition of metal particles and inclusion of antimicrobial modified inorganic systems. In this study, by using three ways, different composites were prepared used to polyvinylimidazole, chitosan, Ag particles and modified clay mineral which have antimicrobial property. The structural characterizations and morphologic properties of the composites prepared were analyzed by used to FTIR, XRD, DSC, UV-vis, SEM. After the analyzed, the antimicrobial properties of the composites prepared were investigated.

**Keywords:** Antimikrobiaal Composites, Silver Particles, Chitosan, Polyvinylimidazole, Sepiolite.

## GİRİŞ

Son yıllarda, mikroorganizmaların neden olduğu problemlerin çözümü amacıyla, antimikrobiyal aktiviteye sahip polimerlerin geliştirilmesi, üzerinde çok çalışılan bir alan haline gelmiştir. Antimikrobiyal polimerlerin uzun vadede aktivitelerini korumaları da bu ilgiyi arttırmaktadır. Polimerik biyositler olarak da bilinen antimikrobiyal polimerler, bakteri ve mantar gibi mikroorganizmaların büyümesini engelleyen işlevselliğe sahip malzemelerdir. İmidazol halkası veya onun türevlerini içeren polimerler, antimikrobiyal aktivite gösterdikleri ve gelişmiş biyobozunurluğa sahip oldukları için kullanışlı biyomateryaller olarak bilinirler [1]. Antimikrobiyal tıbbi polimerlerin temel araştırma alanlarından biri, antimikrobiyal polimer kompozitlerin geliştirilmesidir. Bu amaçla farklı yöntemler kullanılarak hazırlanan polimerik kompozitler literatürde yer almaktadır. Kitosan/Ag kompozitleri en çok çalışılan türlerden biridir. Son yıllarda, polimer aşıllı kitosan/Ag [2], kitosan/kil/Ag [3] ve polimer/kitosan/kil/Ag kompozitleri [4] ile ilgili de çalışılmıştır. Özellikle son 20 yıldır polimerik kompozitlerde tabakalı kil minerallerinin kullanılması, mekanik, termal, elektrik ve optik özellikleri iyileştirilmiş, gelişmiş materyallerin elde edilmesine götürmüştür. Bu çalışmalarda polimer-kil uyumunun artırılabilmesi için killer modifiye edilerek organokil haline dönüştürülmüştür. Killerin modifiyesinde sıklıkla kullanılan kuaterner amonyum tuzları da antibakteriyel etki göstermektedir [5].

Patojenik mikroorganizmaların neden olduğu enfeksiyonlar, özellikle tıbbi cihazlar, ilaçlar, hastane malzemelerinin yüzeyleri, ameliyat ekipmanları, sağlık bakım ürünleri, hijyenik uygulamalar, su arıtma sistemleri, tekstil, gıdaların paketlenmesi ve saklanması gibi pek çok alanda endişe yaratmaktadır. Bulaşıcı hastalıklar diğer sebeplerle karşılaştırıldığında, dünya çapında çok daha fazla insanın ölümüne sebep olmaktadır. Özellikle hastane enfeksiyonları, yatan hastalarda hastane de kalma süresini uzatmakta, hasta maliyetini arttırmakta ve bazen de hasta kaybedilebilmektedir. Hastanelerde hasta bakıcı, hemşire, doktorların ve hasta refakatçilerinin enfekte ortamlara teması durumunda bu enfeksiyonlar diğer hastalara

ve sağlıklı kişilere taşınabilmektedir. Genellikle bu enfeksiyonlarla, onların etkilerine duyarlı antimikrobiyal ajanlar kullanılarak savaşılmaktadır. Bu bağlamda, antimikrobiyal polimerler enfeksiyonların ortaya çıktığı alanların tümünde yaygın ve etkili bir şekilde kullanılmaktadırlar [6]. Polimerik biositler olarak da bilinen antimikrobiyal polimerler, bakteri ve mantar gibi mikroorganizmaların büyümesini engelleyen işlevselliğe sahip malzemelerdir. İdeal antimikrobiyal polimerlerin aşağıdaki karakteristiklere sahip olmaları istenmektedir [7]:

- Kolay ve ucuz bir şekilde sentezlenmelidir,
- Uzun süreli kullanımlara dayanıklı olmalı ve uygulamanın gerektirdiği sıcaklıklarda saklanabilmelidir,
- Toksik ürünler oluşturmamalıdır,
- Kullanacak kişide toksik ya da tahriş edici etki göstermemelidir,
- Temas ettiği süre zarfında patolojik mikroorganizmaların geniş bir spektrumu için bakteri ve mantarları öldürebilmelidir.

Bağışıklık sistemimizin bakterileri öldürmek için kullandığı antimikrobiyal peptidlerin işlevini taklit eden bu malzemeler özel olarak üretilmektedir. Enfeksiyona karşı savaşmak için özellikle tıp alanında kullanımı yaygın olan antimikrobiyal polimerler, aynı zamanda bakteri oluşumunu engellemek için yiyecek endüstrisinde ve mikroorganizma büyümesini engellediği için su arıtma sistemlerinde de önemli bir yere sahiptir. Böylece, antimikrobiyal özelliklere sahip polimerik materyallerin kullanımı hem akademik hem de endüstriyel açıdan giderek önem kazanmaktadır.

Pek çok bakteriyel hücre duvarı, temel bileşen olarak fosfatidiletanolamin (%70) içerir ve negatif yüklüdür, bu nedenle antimikrobiyal polimerlerin pek çoğu da pozitif yüklüdür. Böylece kuaterner amonyum grupları içeren polimerler, polimerik biositler içerisinde muhtemelen en etkili olanlardır. Polikasyonik biositlerin, hücre duvarı veya sitoplazmik zarla etkileşerek tahribat yaptığı kabul edilmektedir. Kuaterner amonyum grubu taşıyan ve aromatik veya heterosiklik yapılar içeren kasyonik polimerlerden en çok bilinen ve üzerinde en çok çalışılanlar; polistiren ve polivinilpiridin türevleridir [6]. İmidazol türevleri, antimikrobiyal aromatik/heterosiklik polimerlerdir. İmidazol halkası veya onun türevlerini içeren polimerler, antimikrobiyal aktivite gösterdikleri ve gelişmiş biyobozunurluğa sahip oldukları için kullanışlı biyomateryaller olarak bilinirler.

Kimyasal modifikasyon için literatürde kullanılan üç temel yaklaşım aşağıdaki gibi sıralanabilir [6]:

- antimikrobiyal özelliğe sahip bir polimer ile aşılama,
- metal parçacıkları gibi antimikrobiyal inorganik bileşiklerin katkılanması,
- organokiller gibi, antimikrobiyal modifiye inorganik sistemlerin eklenmesi.

Çalışmamızda üç yöntem de kullanıldı ve sentezlenen antimikrobiyal materyallerin aktiviteleri karşılaştırıldı. Çalışmamızın birinci bölümünde polivinilimidazol doğal bir polimer olan kitosana aşılandı. Doğal bir biyopolimer olan kitosan, özellikle son 50 yıldır araştırmacılar için ilginç bir materyal olarak yerini korumaktadır. Kitine göre birçok avantaja da sahip olan kitosan başta gıda, kozmetik, ziraat, tıp, kağıt ve tekstil olmak üzere birçok endüstri dalında kullanım alanı bulmuştur. Toksik olmaması, biyouyumluluğu, biobozunabilirliği ve bioaktivitesi gibi üstün özellikleri nedeni ile biomedikal alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır [2]. Literatürde pek çok çalışmada, özellikle ameliyatlardan sonra bağışıklık sisteminin korunması ve mantar ve bakterilerin aktivitelerinin kısıtlanmasına kitosanın etkileri araştırılmıştır. Çalışmamızın ikinci bölümünde, polivinilimidazol ve polivinilimidazol aşılı kitosan örneklerine gümüş parçacıkları katkılı ve antimikrobiyal aktiviteleri araştırıldı. Gümüş ve gümüş bileşiklerinin bakteri, virüs ve mantarlara karşı geniş antimikrobiyal spektruma sahip olduğu ve bakteri öldürücü aktivite gösterdiği bilinmektedir. Ag, diş ile ilgili çalışmalarda, kataterler ve yanma sonucu oluşan yaralanmaları içeren birçok uygulamada bakteri gelişimini kontrol etmek amacı ile kullanılmaktadır. Gümüş iyonları ve gümüş bazlı bileşikler, mikroorganizmalar için hayli zehirlidir. Özellikle diğer metal parçacıklarıyla kıyaslandığında, gümüş parçacıkları polimerik kompozitlerde en çok kullanılan antimikrobiyal ajanlardır. Metalik haldeki gümüş, nemle reaksiyona girerek iyonize olur ve aktivitesi yüksek  $Ag^+$  iyonları salınır. İyonlaşmış gümüş, hücre ölümüne neden olan, hücre duvarında ve çekirdek zarında yapısal değişiklikler meydana getirecek şekilde proteinlere bağlanabilir.  $Ag^+$  iyonu da, mikroorganizmaların çoğalmasını engellemek için DNA ve RNA'da bulunan bazlarla kompleks oluşturur [6].

Çalışmamızın son bölümünde ise, kitosan ile organosepiyolitinin kompozitleri hazırlanarak gümüş parçacıkları ilave edilerek antimikrobiyal aktiviteleri belirlendi.

Minerallerin tedavi edici ve sađaltıcı olarak kullanımı binlerce yıldır insan sađlığını etkilemektedir. Smektit ve illit gibi saf kil mineralleri jeolojik kökenli nano materyallerdir.

Bu alandaki ilk çalıřmalarda, kil minerallerinin üstün adsorplama özelliklerine odaklanılmıř ve cildi koruma, temizleme ve sindirim sistemine olan faydaları ortaya konmuřtur. Kil minerallerinin insan sađlığı üzerine yararlı etkileri ve kil minerallerinin antibakteriyel özellikleri pek çok çalıřma ile araştırılmıřtır. Bu çalıřmada seçilen sepiyolit, Sepiyolit-Paligorskit grubuna ait, magnezyum hidrosilikattan ibaret dođal bir kil mineralidir. Tetrahedral ve oktahedral oksit tabakalarının istiflenmesi sonucu oluřan lifsi bir yapısı vardır ve lif boyunca devam eden kanal boşluklarına sahiptir [8].

Bu çalıřmada antimikrobiyal ajan olarak Ag parçacıklarının ve kil minerali olarak da organosepiyolit kullanılacağı farklı polimerik kompozitler sentezlendi, elde edilen kompozitlerin yapısal karakterizasyonları FTIR, XRD; termal özellikleri DSC; morfolojik özellikleri SEM ve gümüş tayini UV-vis analizleriyle belirlendi. Son ařamada sentezlenen kompozitlerin antimikrobiyal özellikleri araştırıldı ve birbirleriyle karşılaştırıldı.

## 1. GENEL BİLGİLER

### 1.1. Killer

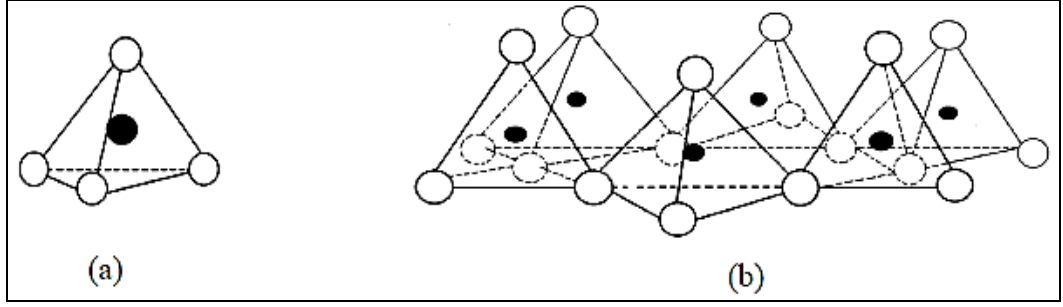
Killer için birçok farklı tanımlar yapılmaktadır. Kil, jeoloji ve toprak bilimine göre partikül boyutu 2  $\mu\text{m}$ 'den daha küçük olan mineral karışımları veya topraklardır [9]. Başka bir tanıma göre; kil, kolloidal özellik gösteren yüklü partiküllerden oluşan kristal yapılu maddelerdir. AIPEA (Association International Pour L'étude des Argiles) terimler komitesinin son raporuna göre kil ve kil mineralleri ince taneli minerallerden oluşan ve toprağın doğal olarak meydana gelmiş kısmıdır [10].

Killer, feldspatlı volkanik kayaların kimyasal veya mekanik bozulmaları sonucu oluşan, iyon değiştirme ve su tutma güçleri yüksek hidratlanmış alüminyum silikat bileşikleridir [11]. Kil türüne göre magnezyum ve demir gibi elementleri de içerir [12].

Killer, ısıtılınca çok yumuşarlar ve parçalanmadan şekil alabilirler, bundan dolayı plastik özellik kazanırlar. Kurutulduklarında veya pişirildiklerinde ise çok sertleşirler, suyu geçirmezler ve elektriği iletmezler [12].

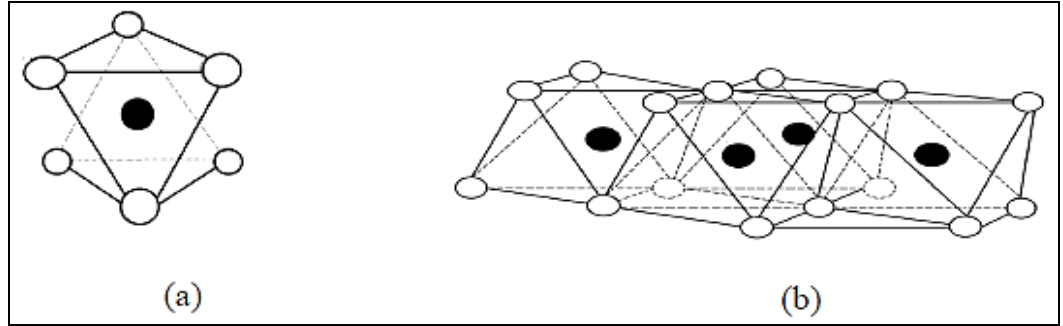
Kil mineralleri biri düzgün dörtyüzlü (tetrahedral) diğeri ise düzgün sekizyüzlü (oktahedral) yapıda olmak üzere iki farklı kristal yapıdan oluşmaktadır. Şekil 1.1'de tetrahedral yapı görülmektedir, merkezde silisyum iyonu köşelerde ise oksijen veya hidroksil iyonu bulunur. Tetrahedral tabakalar düzgün dörtyüzlü tabanlarının aynı düzlemde olmak üzere köşelerinden 6'lı halkalar vererek birleşmesiyle oluşurlar. Bu yapıya silika tabakası da denmektedir.





Şekil 1.1. (a) Bir tane tetrahedral hücre, (b) tetrahedral hücrelerin oluşturduğu yaprak tabaka

Oktahedral yapıda ise merkez de alüminyum iyonu köşelerde de oksijen veya hidroksil iyonu vardır, Şekil 1.2’de oktahedral hücre ve yaprak tabaka görülmektedir. Birer yüzeyleri aynı düzlemde kalarak köşelerinden birleşerek oktahedral tabakalar oluşmaktadır. Bu tabakalara alümina tabakalar da denmektedir. Al yerine merkezde Mg iyonu yer alırsa magneza tabakası oluşur [9,15].



Şekil 1.2. (a) Bir tane oktahedral hücre, (b) oktahedral hücrelerin oluşturduğu yaprak tabaka

Temel birimlerin oluşturdukları örgü tabakalarının değişik kombinasyonu ile kil minerallerinin kristal yapıları oluşur ve kil mineralleri bu oluşumlara göre sınıflandırılır. Tabakalar, bir tetrahedral ve bir oktahedralden oluşuyorsa 1:1 tabakalı, iki tetrahedral ve bir oktahedralden oluşuyorsa 2:1 tabakalı, iki oktahedral, bir tetrahedral ve bir oktahedralden oluşuyorsa 2:1+1 tabakalı olarak adlandırılır [9,13].

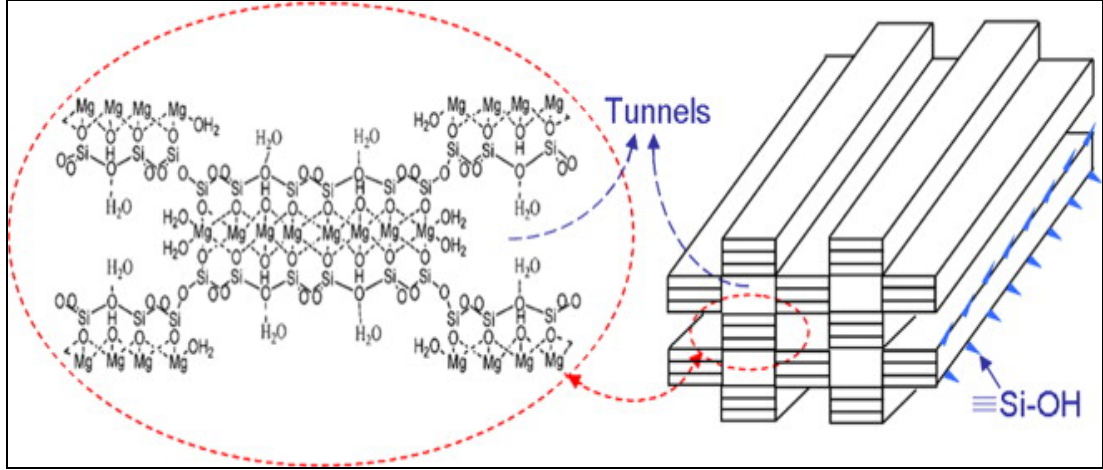
### 1.1.1. Sepiyolit

Sepiyolitın kimyasal formülü  $(Si_{12}Mg_8O_{30}(OH)_4(H_2O)_4 \cdot 8H_2O)$  olup, sepiyolit terimi ilk defa 1847 yılında Glocker tarafından kullanılmıştır ve adı Yunanca ‘mürekkep balığı’ anlamındaki kelimelerden türetilmiştir [14].

Sepiyolit bir magnezyum silikat mineralidir. Mikro ve mezo gözeneklere sahiptir, mikro gözeneklerin çapı 15 Å iken mezo gözeneklerin çapı 15 ile 45 Å arasındadır. Teorikte sepiyolitın dış yüzey alanı 400 m<sup>2</sup>/g, iç yüzey alanı 500 m<sup>2</sup>/g olarak hesaplanmıştır. Sepiyolitın yoğunluğu 1-2 g/cm<sup>3</sup>'tür ve gözenekleri sayesinde yüzme özelliğine sahiptir [11,15].

Sepiyolit doğada iki şekilde bulunmaktadır. Bunlardan birincisi lületaşı olarak bilinen α-sepiyolit'tir. Dış görünüşü deniz köpüğünü andıran lületaşı amorf, kompakt halde ve masif yumrular şeklindedir. Lületaşı, doğrudan ya da işlendikten sonra ısıtıldığında bünyesindeki suyu kaybeder. Bu nedenle hafifler ve önemli ölçüde direnç kazanır. İkincisi ise β-sepiyolit'tir. Küçük, yassı ve yuvarlak partiküller veya amorf agregatlar şeklindedir. α-sepiyolit pratik ve ticari anlamda işlenmeye elverişlidir, β-sepiyolit ise tabakalı bir yapıya sahiptir [11].

Sepiyolit minerali diğer kil minerallerinde olduğu gibi iki farklı yapı taşından oluşmaktadır. Bunlar, düzgün dörtyüzlü (tetrahedral) ve düzgün sekizyüzlü (oktahedral)'dür. Sepiyolit, tetrahedralların altıgen halkalardan oluşan zincirler şeklinde uzaması ve bu zincirlerin merkezinde magnezyum iyonları bulunan oktahedralların birbirine bağlanması sonucu lifli bir yapıya sahiptir [16]. Sepiyolit 2 tetrahedral ve 1 oktahedral yapıdan oluştuğu için, 2:1 tabakalıdır, fakat ters ve düzensiz olan silika tabakalarına sahip olması nedeniyle tünellere benzeyen büyük boşlukları vardır [17]. Yapıda, tetrahedral tabakalar süreklilik göstermesine rağmen her altı tetrahedral tabakadan biri ters dönmekte ve zincirler arasındaki bağlar, Si-O-Si (siloksan) köprüleriyle sağlanmaktadır [18]. Sepiyolitın kristal ve fiber yapısı Şekil 1.3'te görülmektedir.



Şekil 1.3. Sepiyolit kristal ve fiber yapısı [71]

Sepiyolit yapılarında, değişik kimyasal konumlarda olmak üzere 4 çeşit su molekülü bulunmaktadır. Bunlar:

a-Higroskopik Su: Sepiyolit yüzeyine adsorplanmış su molekülü.

b-Zeolitik Su: Kendi aralarında veya bağlı su molekülleri ile hidrojen bağı yaparak kanal içlerinde veya yüzeyde yerleşmiş su molekülü.

c-Bağlı Su (kristal suyu): Talk benzeri zincirlerin kenarlarında bulunan ve yapıdaki oktahedral tabakanın uç magnezyum koordinasyonunda yer alan su molekülü.

d-Hidroksil Suyu (bünye suyu): Yapıdaki oktahedral tabakanın ortasında magnezyum koordinasyonunda yer alan hidroksil gruplarının bozunması sonucu oluşan su molekülü [19].

Sepiyolit minerali yapısında bulunan zeolitik ve adsorplanmış su molekülleri ön ısıtma ile kaybolur. Yüksek sıcaklıklarda ısıtma sonucu yapısal değişime bağlı olarak mikro gözenekler yıkılır [10].

#### 1.1.1.1. Dünyada ve Türkiye’de sepiyolit

Dünya sedimanter sepiyolit üretiminin hemen hemen tamamı İspanya tarafından karşılanmaktadır. Pek çok sepiyolit yatağı bulunan bu ülkeye ait sepiyolit rezervleri 15-20 milyon ton civarındadır. Türkiye'nin ekonomik olarak değerlendirilebilecek sanayi veya tabakalı tip sepiyolit yatakları, Eskişehir, Çanakkale, Bursa, Kütahya ve Isparta'da bulunmaktadır [20].

### 1.1.1.2. Sepiyolit kullanım alanları

Sepiyolit, yüksek yüzey alanı, lifsi ve gözenekli yapısı, fiziko-kimyasal aktivitesi vs. gibi özelliklerinden dolayı adsorban killer arasında yaygın bir kullanım alanına sahiptir. Sepiyolit kullanım alanları Tablo 1.1’de verilmiştir [20].

Tablo 1.1. Sepiyolit kullanım alanları

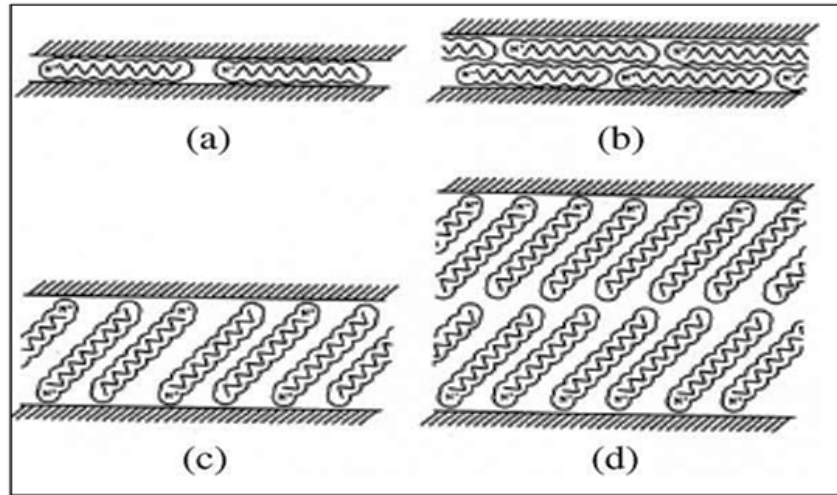
Sorptif Uygulamalar	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Hayvan altlığı (pet-litter)</li><li>➤ Renk giderici madde</li><li>➤ Tarım ve böcek ilaçları taşıyıcısı</li><li>➤ İlaç sanayinde</li><li>➤ Sigara filtrelerinde</li><li>➤ Deterjan ve temizlik maddelerinde</li><li>➤ Karbonsuz kopya kağıdı ve deodorant etkili kağıt yapımında</li></ul>
Katalitik Uygulamalar	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Katalizör taşıyıcı olarak</li></ul>
Reolojik uygulamalar	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Polyesterlerde</li><li>➤ Boyalarda</li><li>➤ Asfalt kaplamalarında</li><li>➤ Gres kalınlaştırıcı</li><li>➤ Kozmetiklerde</li><li>➤ Plastisollerde</li><li>➤ Tarımda</li><li>➤ Toprak düzenleyici; Akışkan taşıyıcı Tohum kaplama maddesi Gübre süspansiyonlarında</li><li>➤ Besicilikte; Gelişimi hızlandırıcı İlave katkıları taşıyıcı</li><li>➤ Sondaj çamuru olarak</li><li>➤ Kauçuk sanayinde</li></ul>
Diğer uygulamalar	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Seramik üretiminde</li><li>➤ Fren balatalarında asbest yerine</li><li>➤ Lif takviyeli çimento üretiminde</li><li>➤ Kaplanmış ark-kaynak elektronlarında</li><li>➤ Biyoreaktörlerde</li></ul>

### 1.1.2. Organokiller

Killeri ve kil minerallerini modifiye etmek için, inorganik ve organik katyonlarla iyon deęiřimi, adsorpsiyon, uç kısımlara organik ve inorganik anyonları baęlama, asitlerle reaksiyona sokma, partikül ii ve paracıklar arası polimerizasyon, dehidroksilasyon ve kalsinasyon delaminasyon, ultrason ve plazma gibi eřitli yntemler uygulanabilir [21].

Yaklařık %70'i polimer nanokompozitlerin hazırlanmasında kullanılan organokillerin bir kısmı da kozmetik, atıklar, boyalar, reolojik kontrol ajanları, topraktaki organik kirlilikleri adsorplamak iin kullanılırlar [21-22].

Kil minerallerinin sahip oldukları tabaka aralıklarının geniřlemesi polimerlerle etkileřimini kolaylařtırır ve oluřacak nanokompozitin yapısında nemli rol oynar. Kilin kristal yapıları birbirlerine Van Der Waals baęlarıyla baęlıdır. Tabaka ierindeki izomorfik yer deęiřtirmeler kristal yapı tabakalarının yzeylerinin negatif ykl olmasına sebep olur. Bu negatif ykl yzeyler, kristal yapı tabaka aralıklarında alkali ya da toprak alkali katyonlarla dengelenirler. Bu katyonlar ortama gelen bařka katyonlarla kolayca yer deęiřtirebilir [23-24]. Őekil 1.4'te yzey aktif molekllerinin kil tabakaları arasına yerleřim Őekilleri gsterilmiřtir [25].



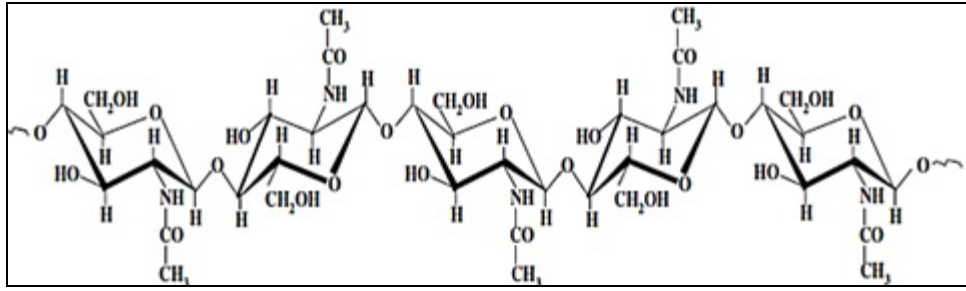
Őekil 1.4. Yzey aktif molekllerinin kil tabakaları arasına yerleřim Őekilleri. (a) bir tabakalı(monolayer), (b) ift tabakalı (bilayer), (c) Ü tabakalı(pseudotrilayer), (d) parafin tipi (paraffin type)

## 1.2. Kitin ve Kitosan

Kitin, selülozdan sonra dünyada en yaygın olarak bulunan ikinci biyopolimerdir. Kitin, karides, istakoz, yengeç gibi deniz canlıları kabuğundan, mantarlardan ve bazı omurgasızlardan elde edilmektedir [26-27].

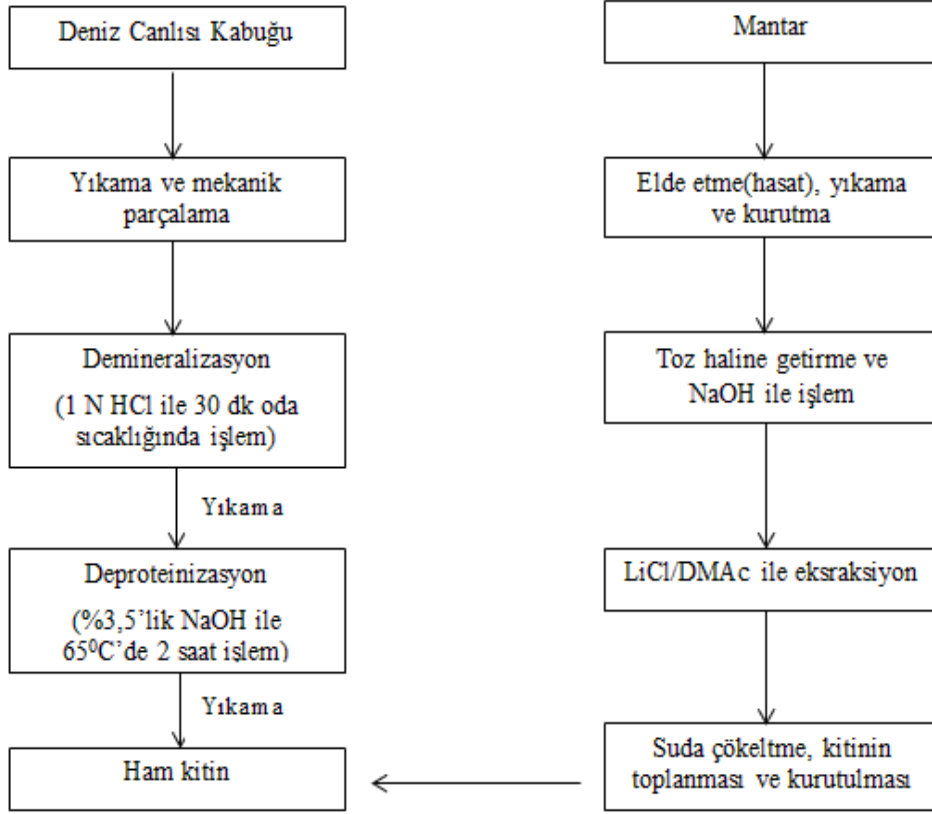
Deniz canlısı kabuğundan ve mantarlardan kitin eldesi farklı proseslerle yapılmaktadır. Şekil 1.6’da bu süreçler şematize edilmiştir [28].

1811 yılında Frençman Bracannot bazı yüksek funguslardan izole ettiği alkaliye dayanıklı fraksiyonu ‘fungine’ olarak adlandırmıştır. Odier ise 1823 yılında ‘fungine’ benzer bir materyali böcek kütükilinden izole etmiştir ve bu materyali Yunanca ‘post ceketi’ anlamına gelen ‘chiton’ kelimesinden hareketle ‘chitin’ olarak isimlendirmiştir. Kitinin birincil yapısı Şekil 1.5’te görülmektedir [28-29].



Şekil 1.5. Kitinin birincil yapısı

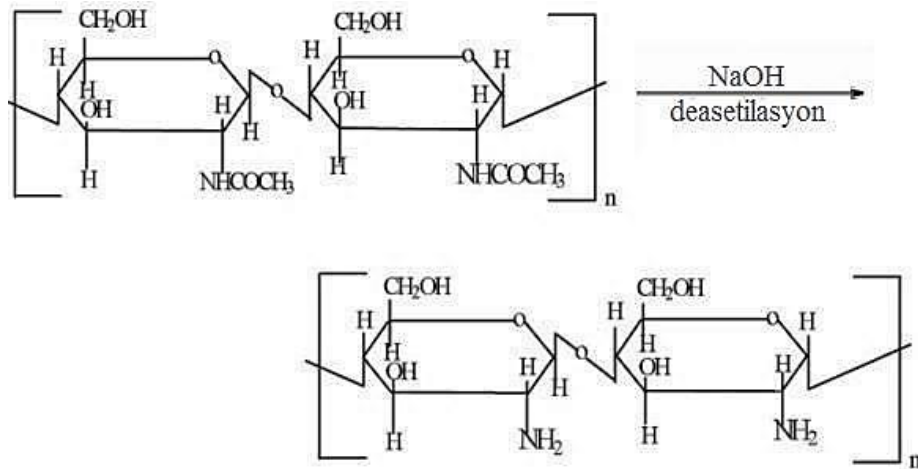
Kitin ve kitosan arasındaki temel farklılık, yapılarındaki asetil içeriğinden kaynaklanmaktadır. Kitinin yapısında bulunan aminoasetil gruplarından asetil grubunun uzaklaştırılma derecesine ‘Deasetilasyon derecesi’ denir. Deasetilasyon işlemiyle yapıda sadece amin grubu kalmaktadır. Kitinin belli derecede deasetilenmesi sonucu (%60 ve üzeri) kitosan elde edilmektedir [ 30-31].



Şekil 1. 6. Deniz canlılarının kabuğundan ve mantardan kitin eldesi

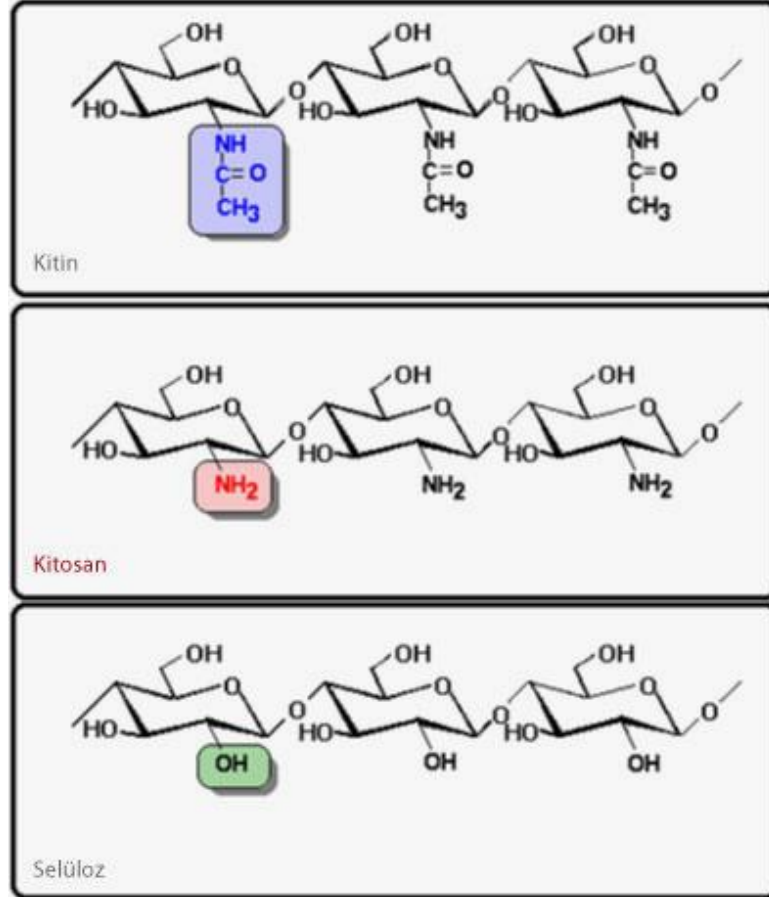
### 1.2.1. Kitosanın kimyasal yapısı

Kitosan B-(1-4) bağlantılı bir polisakkarit olup selüloza benzer bir yapıdadır. Fakat kitosan ile selüloz arasındaki önemli bir fark (1→4)-2-amino-2-deoksi-D-glikoz yapısında olmasıdır [32]. Kitinin deasetillenmesi Şekil 1.7'de gösterilmiştir.



Şekil 1.7. Kitinin deasetillenmesi [32]

Kitin ve kitosan kimyasal olarak selüloza benzer bir yapıya sahiptirler. Şekil 1.8’de görüldüğü gibi sadece ikinci karbon atomuna bağlı R gruplarında farklılık vardır. Bu gruplar selülozda hidroksil (-OH), kitinde asetamid (-NHCOCH<sub>3</sub>), kitosanda ise amin (-NH<sub>2</sub>)’dir [34].



Şekil 1.8. Kitin, kitosan ve selülozun kimyasal yapıları [35]

Molekül yapıları benzer olan kitin ve kitosanın kimyasal özellikleri önemli derecede birbirinden farklıdır. Kitinin yapısında bulunan molekül içi ve moleküler arası hidrojen bağları nedeniyle kimyasal olarak daha karardır ve kitosandan daha fazla kristalizasyona sahiptir. Kitinin çözünürlüğü sınırlıdır. Kitosanın zincir boyunca çok fazla katyonik kısmının olması polarite ve itme derecesini artırır ve bu özellikler kitosanın çözünürlüğüne önemli derecede katkı sağlar. Çözünürlük derecesi kitosanı kitinden ayıran en önemli farklılardan biridir. Kitosanın çeşitli organik asitlerde çözünürlüğü Tablo 1.2’de verilmiştir.



Tablo 1.2. Kitosanın çeşitli organik asitler içinde çözünürlük durumu

Asitler	Kitosan Konsantrasyonu				
	% 1	% 5	% 10	% 50	>% 50
Asetik	+	+	+		
Sitrik	-	+	+		
Formik	+	+	+	+	+
Laktik	+	+	+		
Malik	+	+	+		
Malonik	+	+	+		
Tartarik	-	-	+		

(+): çözünür, (-) çözünmez

Safılık, viskozite, deasetilasyon derecesi, molekül ağırlığı ve polimorf yapısı kitosanın kalitesini belirlemektedir [32].

### 1.2.2. Kitosanın kullanım alanları

Doğada bulunan kaynaklardan bol miktarda elde edilebilen bir biyopolimer olan kitosan, canlılara karşı toksik özelliğinin olmaması, biyolojik olarak parçalanabilirliği, biyouyumluluğu, kimyasal ve fiziksel özellikleri bakımından diğer biyopolimerlere göre üstün özellikler göstermesi nedeniyle gıda, kozmetik, ziraat, tıp, kağıt ve tekstil olmak üzere birçok endüstri dalında kullanılmaktadır. Tablo 1.3'te kitin, kitosan ve türevlerinin uygulama alanları gösterilmiştir [32].

Tablo 1. 3. Kitin, kitosan ve türevlerinin uygulama alanları

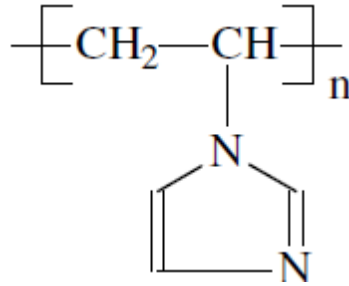
Uygulama Alanı	Spesifik Kullanımları
Su arıtımı	Kirlenmiş atık sular için koagülasyon ve flokülasyon Atık sudaki metal iyonlarının uzaklaştırılması ve geri kazanımı
Ziraat	Bitki katkı maddesi Antimikrobiyal madde Bitki tohumu kaplanması Gübre yapımı Insektisid ve nematositlerde
Biyoteknoloji	Kromatografik yöntemlerde Enzim immobilizasyonunda
Gıda	Doğal kıvamlaştırıcı Hayvan yemlerini de içeren yiyecek katkı maddesi Yiyecek işlemede (örneğin şeker işleme) Filtreleme ve temizleme Hipokolestrolemik madde (zayıflama maddesi) Atık yiyeceklerin tekrar işlenmesi
Kozmetik	Saç şekillendirici yapımı Cilt nemlendirmede (nemlendirici kremlerde) Antikolestrol ve yağ bağlayıcı olarak zayıflama maddesi Aftershave, deodorantlarda koku giderici madde
Medikal Alan	Hayvan ve insanlar için yara bandı yapımında Sargı bezi yapımında ve yara tedavisinde (yara tedavisini % 30 oranında hızlandırmaktadır.) Yanık tedavisinde acıyı dindirme ve iyileştirme etkisi Kanı pıhtılaştırıcı madde Hidrojel yapımı Antikoagülant ve antitrombojenik materyaller (sülfatlanmış-kitin türevleri olarak) Hemostatik madde Kontakt lens yapımı İlaç salımı

### 1.2.3. Kitosanın antimikrobiyal özelliği

Kitosanın Antimikrobiyal özelliği polikatyonik yapısından kaynaklanmaktadır. Bakteri membranının polianyonik olması polikatyonik kitosana etkileşime girmesini sağlar ve bu etkileşim sonucu bakteri hayati fonksiyonlarını yerine getiremez. Kitosanın DNA ile etkileşime girebiliyor olması da antimikrobiyal ajan olarak kullanımına olanak sağlar [36].

### 1.3. Polivinilimidazol (PVI)

Antimikrobiyal etkiye sahip oldukları ve biyobozunurluğu geliştirdikleri için imidazol halkası veya türevlerini içeren polimerler biyomateryal olarak kullanılırlar [1]. PVI önemli özellikleri olan hidrofilik polimerdir ve polimerik boya, katalizör, iyon değiştirme reçinesi, biyolojik aktif makro molekül yapımında, ilaç taşıma sisteminde kullanılmaktadır. PVI'ün teknik karakteristiği ve biyolojik aktifliği asit-baz özelliğinden kaynaklanmaktadır [37]. PVI'ün kimyasal yapısı Şekil 1.9'da görülmektedir [ 38].



Şekil 1.9. PVI'ün kimyasal yapısı

### 1.4. Gümüşün Genel Özellikleri

Periyodik cetvelin birinci grubunda yer alan gümüş, parlak, beyaz renkli, ışığı çok iyi yansıtan bir metaldir. Gümüşün erime ve kaynama noktası sırasıyla  $950,5^{\circ}C$  ve  $1980^{\circ}C$ 'dir. Gaz halinde mavi renkli ve tek atomlu olan gümüşün özgül ağırlığı  $10,5 g/cm^3$  'tür. Tel ve levha haline gelebilen gümüş elektrik iletkenliği en iyi olan metaldir [39-40].

Gümüş çoğu bileşiklerinde +1 yükseltgenme basamağında bulunur. Saf gümüş kolay paslanmaz fakat havada bulunan çok az miktardaki hidrojen sülfür gazının etkisiyle kararmaktadır [40].

#### **1.4.1. Gümüşün antimikrobiyal özelliği**

Eski zamanlardan beri gümüşün mikroorganizmalara karşı etkin olduğu bilinmektedir. Gümüşün antimikrobiyal madde olarak kullanılmasının çok önemli iki avantajı vardır. Bunlar; çok geniş spektrumlu bir antibiyotik olması ve gümüşe bakteri direncinin neredeyse hiç bulunmamasıdır. Gümüşün antimikrobiyal etkisinin, tiyol gruplarıyla reaksiyona girip onları etkisiz hale getirmesiyle veya bakteri DNA'sıyla etkileşip bakteri çoğalmasını engellemesiyle sağladığı düşünülmektedir [40].

#### **1.5. Polimer- Kil Nanokompozitleri**

Kil-polimer nanokompozitleri özellikleri çok farklı iki çeşit malzemenin birlikte biçimlendirilmesidir [42]. Polimerik nanokompozitler, bileşenlerinden en az birinin boyutunun nanometre ( $10^{-9}$  m) düzeyinde olması gereken polimerik kompozit malzemelerdir [43].

Yapılarında bulunan organik ve inorganik bileşenlerden farklı özelliklere sahip polimerik nanokompozitler, termal iletkenlik, termal kararlılık, yüksek reaktif indeks, yüksek mekanik dayanım ve  $T_g$  (camsı geçiş sıcaklığı) gibi özellikler yönünden çoğunlukla hazırlandıkları malzemelerden daha üstün özelliklere sahiptirler [44].

#### **1.5.1. Polimer-kil nanokompozit çeşitleri**

Polimer-kil nanokompozitlerde, kil tabakalarının polimer fazı içindeki dağılımlarına bağlı olarak temelde üç tip mikro yapı tanımlanmaktadır. Bunlar; mikrokompzit yapı, tabakalar arası ya da aralanmış tabakalı nanokompzit yapı (intercalated) ve dağılmış ya da dağıtılmış nanokompzit (exfoliated) yapılarıdır. Şekil 1.10'da 3 mikro yapı gösterilmiştir [45].

### 1.5.1.1. Mikrokompozit yapı

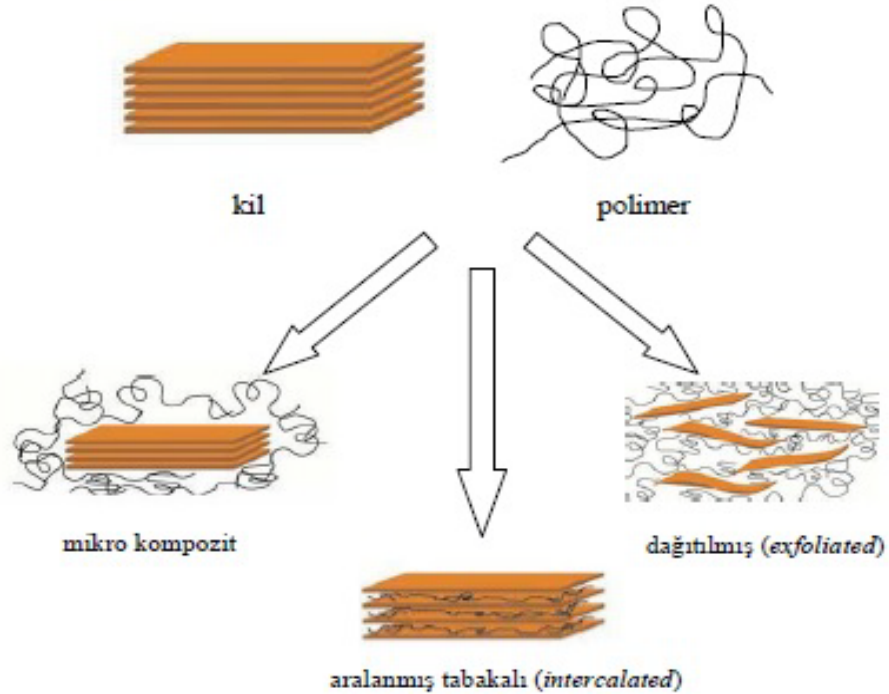
Polimer ve kil arasındaki yüzey etkileşimlerinin en zayıf olduğu ve kil tabakalarının polimer içindeki dağılımının en düşük oranda gerçekleştiği kompozit yapıdır [45].

### 1.5.1.2. Aralanmış tabakalı (intercalated) yapı

Polimer zincirinin kil tabakaları arasına girdiği ve kil tabakaları arasındaki mesafeyi bir miktar genişlettiği fakat tabakaların kristal düzenlerinin halen tam olarak bozulmadığı nanokompozitlerde gözlenen morfolojik yapı aralanmış tabaka yapısına sahip nanokompozitlerdir [45].

### 1.5.1.3. Dağılmış tabakalı (exfoliated) yapı

Polimer-kil etkileşiminin maksimum düzeyde olduğu bu yapıda polimer tüm tabaka yüzeyine temas edebilmektedir. Kil tabakaları polimer fazı içinde düzenli yığılım yapısının tamamen bozularak maksimum dağılım gösterdikleri için mekaniksel ve fiziksel özelliklerinde önemli iyileşme sağlar [45].



Şekil 1.10. Polimer/kil nanokompozitlerinde, kil dağılımına bağlı olarak gözlenen mikro-yapı farklılıkları [45]

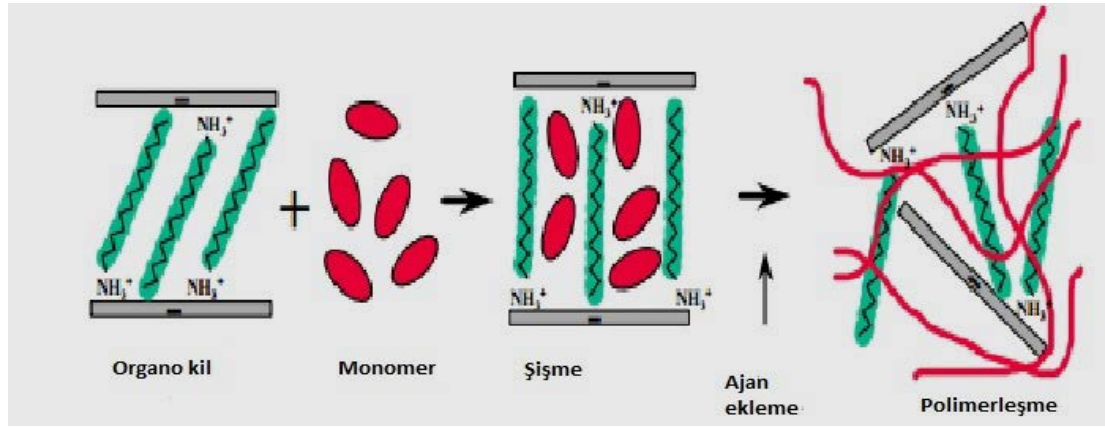
## 1.5.2. Nanokompozit hazırlama yöntemleri

Polimer-kil nanokompozitlerini hazırlamak için çeşitli yöntemler tanımlanmış fakat bu yöntemlerden en çok üç tanesi çalışmalarda tercih edilmiştir [46].

### 1.5.2.1. Eş-Anlı (In-Situ) polimerizasyon metodu

Bu yöntemde ilk olarak, organokilin sıvı monomer ya da monomer solüsyonu içinde bekletilerek şişmesi sağlanır. Bu aşama, monomer molekülünün polaritesi, organokilin yüzey muamelesi ve şişme sıcaklığından dolayı zaman gerektirir. Monomerin polaritesi onun kil tabakaları arasına nüfuz etmesine yardımcı olur. Polimerleşme reaksiyonu, yayılma belli dengeye ulaştığında ısı, radyasyon veya katalizör kullanılarak başlatılır [47-49].

Dağılmış tabakalı (Exfoliated) kompozit elde etmek için en uygun bu yöntem olup, geniş uygulama alanına sahiptir [46]. Şekil 1.11'de eş-anlı polimerizasyon yöntemi ile nanokompozit sentezi şematize edilmiştir.

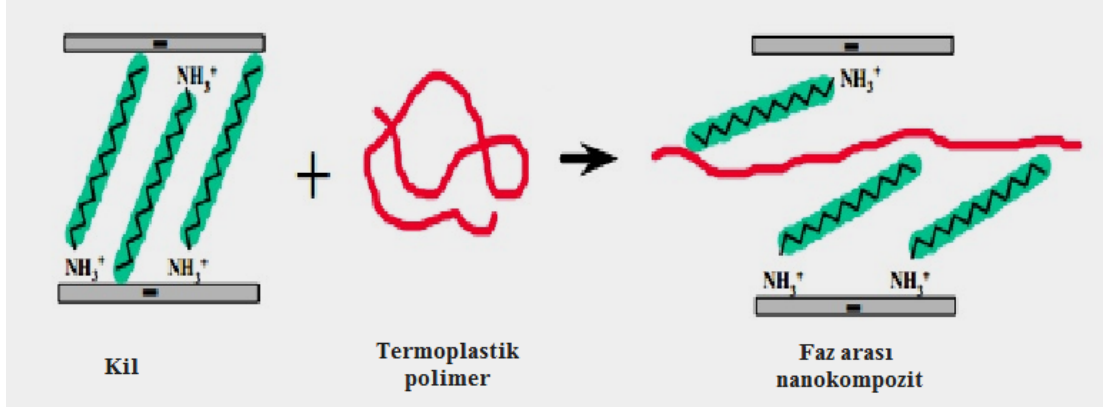


Şekil 1.11. Eş-anlı polimerizasyon yöntemi ile nanokompozit sentezinin şematik gösterimi [48]

### 1.5.2.2. Erime ortamında araya girme metodu (Melt intercalation)

Kil ve polimerin erimiş halde karıştırıldığı bu yöntemde, polimer önce camsı geçiş sıcaklığına kadar ısıtılır ve sonra kille karıştırılarak kil tabakaları arasına dağılması sağlanır. Tabakaların yüzeyi polimerlerle yeterince kaplanmışsa, polimer tabaka aralarından içeri girer.

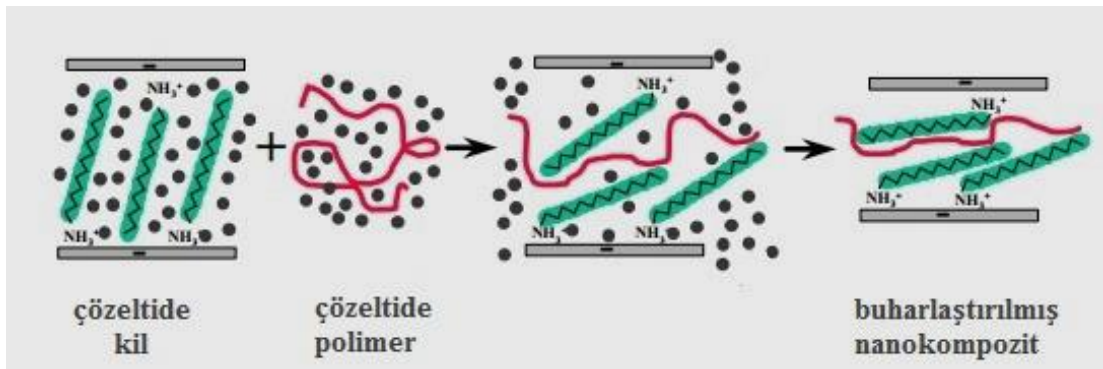
Bu yöntem kısmi dağılmış tabakalı (Exfoliated) kompozit oluşturduğu için Eş-Anlı (In-Situ) polimerizasyon metodu kadar etkili olmayabilir [46,59]. Şekil 1.12’de eriyikle harmanlama yöntemi ile nanokompozit sentezi şematize edilmiştir



Şekil 1.12. Eriyikte harmanlama nanokompozit hazırlama metodunun şematik gösterimi [48]

### 1.5.2.3. Çözeltilerin birleştirilme metodu (Solution intercalation)

Kil bir çözücü içinde dağıtılır ve şişmesi sağlanır. Polimer de aynı tür çözücüde çözünür ve iki sistem karıştırılır. Polimer zincirleri kristal yapı tabakaları arasına yerleşir. Belirli polimer/çözücü sistemleri için geçerli olan bu yöntemde çözücünün sistemden çıkarılmasıyla kompozit oluşur [50]. Şekil 1.13’de Çözeltide harmanlama yöntemi ile nanokompozit sentezi şematize edilmiştir.



Şekil 1.13. Çözeltide harmanlama nanokompozit hazırlama metodunun şematik gösterimi [48]

### 1.5.3. Polimer-Kil nanokompozitlerin karakterizasyonu

Nanokompozitleri karakterize etmek için genellikle iki tamamlayıcı teknik olan XRD (X ışını difraksiyonu) ve TEM (Transmisyon elektron mikroskobu) kullanılmaktadır. XRD kilin pozisyonunu, şeklini ve yoğunluğundaki bazal yansımaları görüntüleyebilir [46]. TEM ise nanokompozit yapının gerçek resminin ortaya çıkmasını ve iç yapının kalitatif olarak anlaşılmasını sağlar.

Kompozit yapıyı aydınlatmakta kullanılan XRD ve TEM'i desteklemek için FTIR ve NMR gibi yöntemler de kullanılır [51-52].

### 1.6. Önceki Çalışmalar

Caner ve arkadaşları [1], başlatıcı olarak serik iyonu kullanarak seyreltik asetik asit çözeltisinde kitosan üzerine poli(N-vinylimidazol) aşılamışlardır. Gram-pozitif ve gram-negatif bakterilerle yapılan çalışmada, aşılama poli(N-vinylimidazol)'ün yüzde miktarı arttıkça antibakteriyel aktivitesinin arttığını bulmuşlardır.

Shameli ve arkadaşları [53], kimyasal indirgeme yöntemiyle polilaktik asit içerisinde gümüş nanoparçacıklarını sentezlemişler ve gümüş/polilaktik asit nanokompozit filmlerinin antibakteriyel karakteristiklerini çalışmışlardır. Gümüş/polilaktik asit nanokompozit filmlerinin polilaktik asit içerisindeki Ag nanoparçacık miktarının artmasıyla gram-pozitif ve gram-negatif bakterilere karşı güçlü antibakteriyel aktivite gösterdiklerini bulmuşlardır. Bu çalışmada, herhangi bir tabakalı kil minerali kullanılmadığı gibi, farklı bir polimer kullanılarak aşılama da yapılmamıştır.

Honary ve arkadaşları [54], sulu kimyasal indirgeme yöntemi kullanarak, bir seri farklı boyutlu kitosan-gümüş nanoparçacıkları üretmişler ve karakterize ederek antibakteriyel aktivitelerini incelemişlerdir. Kitosanın gümüş nanoparçacıklarının hazırlanmasında etkili bir ajan olduğunu ve nanoparçacıkların *Staphylococcus aureus* karşı gösterdikleri antibakteriyel aktivitenin, yüzey alanındaki artma sebebiyle parçacık boyutundaki azalmayla arttığını bulmuşlardır. Bu çalışmada, herhangi bir tabakalı kil minerali kullanılmadığı gibi, farklı bir polimer kullanılarak aşılama da yapılmamıştır.



Bin Ahmad ve arkadaşları [55], gümüş nanoparçacıklarını montmorillonitin tabakalar arası boşluklarında kimyasal indirgeme yöntemi ile sentezlemişler ve elde ettikleri Ag/montmorillonit nanokompozitlerin disk difüzyon metoduyla gram-negatif ve gram-pozitif bakterilere karşı antibakteriyel aktivitelerini çalışmışlardır. Ag nanoparçacıklarının boyutları küçüldükçe daha yüksek antibakteriyel aktiviteye sahip olduklarını ve gümüş nanoparçacıklarının ameliyat aletleri gibi tıbbi uygulamalarda ve farklı biyolojik sistemlerde kullanılabileceğini bulmuşlardır. Çalışmada polimer kullanılmamış ve tabakalı kil minerali olarak montmorillonit tercih edilmiştir.

Yilgor ve arkadaşları [56], distearildimetil amonyum klorür ile modifiye ettikleri montmorillonit ve polidimetil sikloheksan-üre kopolimerleri ile nanokompozitler hazırlamışlardır. Elde ettikleri nanokompozitlerin fiziksel özelliklerini belirlemişler ve E. coliye karşı uzun dönem antibakteriyel etki gösterdiğini bulmuşlardır. Çalışmada nano metal parçacıklarının katkılanması çalışılmamıştır.

Sanpui ve arkadaşları [57], kitosan-gümüş nanoparçacıkları kullanarak kompozit malzemeler sentezlemişler, bu malzemelerin antibakteriyel özelliklerinin sadece kitosan ve sadece gümüş nanoparçacıkları ile karşılaştırıldığında daha yüksek olduğunu bulmuşlardır. Bu çalışmada, herhangi bir tabakalı kil minerali kullanılmadığı gibi, farklı bir polimer kullanılarak aşılama da yapılmamıştır.

Shameli ve arkadaşları [58], UV ışın metodunu kullanarak gümüş/montmorillonit/kitosan nanokompozitlerini sentezlemişler ve antibakteriyel aktivitelerini çalışmışlardır. Gümüş nanoparçacıklarını montmorillonitin tabakaları arasındaki boşlukta ısı uygulaması ve indirgeyici ajana gerek kalmadan hazırlamışlardır. Ag/montmorillonit/kitosan bionanoparçacıklarının gram-pozitif ve gram-negatif bakterilere karşı güçlü antibakteriyel aktivite gösterdiğini bulmuşlardır.

Shameli ve arkadaşlarının [3], yapmış olduğu bir başka çalışmada, gümüş nanoparçacıkları montmorillonit/kitosan tabaka aralığında kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak sentezlenmiştir. Gümüş/montmorillonit/kitosan bionanokompozitlerinin antibakteriyel aktiviteleri disk difüzyon metodu kullanılarak, gram-pozitif ve gram-negatif bakteriler için belirlenmiştir. Çalışmada sentezlenen tüm bionanokompozitlerinin antibakteriyel aktivitelerinin yüksek olduğu bulunmuştur. Çalışmada kitosana farklı bir polimer ile aşılama yapılmamıştır.

An ve arkadaşları [2], kitosan üzerine metil metakrilatın aşı kopolimerizasyonu ve kitosanın sulu asetik asit çözeltisinde Ag iyonlarının in situ kimyasal indirgenmesiyle, metal metakrilat aşılı kitosan/Ag nanokompozitlerini hazırlayarak antimikrobiyal aktivitelerini çalışmışlardır. Kitosan ve gümüş nanoparçacıkları ile hazırladıkları kompozitlerin çok iyi antimikrobiyal aktivite gösterdiğini fakat bu kompozitlerin zayıf mekanik performanslarının kullanım alanlarını sınırlandırdığını bulmuşlardır. Polimetil metakrilatın iyi termal, kimyasal ve mekanik özelliklere sahip olması nedeniyle kitosan yüzeyine metil metakrilat aşılamışlar ve sonuçta elde ettikleri kompozitin antimikrobiyal özelliğinin sadece kitosan ve kitosan/Ag kompozitlerinden daha yüksek olduğunu bulmuşlardır. Bu çalışmada, herhangi bir tabakalı kil minerali kullanılmamıştır.

Zhou ve arkadaşları [4], gümüş-kitosan, gümüş-kitosan/kil ve polimer/gümüş-kitosan/kil nanokompozitlerini sentezleyerek, gram-pozitif ve gram-negatif bakterilere karşı antibakteriyel özelliklerini çalışmışlardır.

Gürbüz ve arkadaşları [59], herhangi bir modifikasyon yapmadan polivinilimidazolün pek çok mantar ve bakteri türü için güçlü antimikrobiyal özelliğe sahip olduğunu bulmuşlardır.

Sabaa ve arkadaşları [60], başlatıcı olarak potasyum persülfat kullanarak sulu çözeltide karboksimetil kitosan üzerine poli(N-vinilimidazol)ü aşılıyarak antimikrobiyal aktivite çalışmışlardır. Sonuçta, aşılı ürünün karboksimetil kitosandan daha fazla antibakteriyel aktivite gösterdiğini bulmuşlardır.

Soykan ve arkadaşları [61], farklı oranlarda N-vinylimidazol ve fenacil metakrilat kopolimerlerini hazırlayarak antibakteriyel ve antifungal özelliklerini çalışmışlardır.

Garg ve arkadaşları [62], 2-bromo ethan sülfonik asitle poli(N-vinilimidazol)ün muamelesi sonucu vinil imidazol bazlı polisülfobetainleri hazırlayarak üç farklı mantar için antibakteriyel aktivitelerini çalışmışlar.

Saravanan ve arkadaşları [63], bazı imidazol-5-4(H)on türevlerini sentezleyerek antibakteriyel özelliklerini çalışmışlar ve imidazolonlar üzerinde süstitüent olarak

bulunan ve  $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$ ,  $-\text{CONH}_2$  ve  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{H}(\text{CH}_3)_2$  gruplarını içeren bileşiklerin potansiyel antibakteriyel ajanlar olduklarını ortaya koymuşlardır.

## 2. MALZEME VE YÖNTEM

### 2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Deneyleerde kullanılan sepiyolit Aktaş Lületaş (Eskişehir, Türkiye)'den temin edilmiştir. Sepiyolit kimyasal bileşimi Tablo 2.1'de verilmiştir ve analizi XRF ile yapılmıştır.

Tablo 2.1. Sepiyolit kimyasal bileşimi

Bileşen	Yüzde Miktarı (%)
SiO <sub>2</sub>	53,47
MgO	23,55
CaO	0,71
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,19
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,16
NiO	0,43
Yanma Kaybı	21,49

Deneyleerde kullanılan diğer kimyasallar ve özellikleri Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2. Deneyde kullanılan kimyasallar ve özellikleri

Kimyasal Adı	Açık Formül	Marka	Molekül Ağırlığı(g/mol)	Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )
1-vinylimidazol	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub>	Sigma		-
Kitosan	-	Sigma	Düşük	-
Gümüş Nitrat	AgNO <sub>3</sub>	Merck	-	-
Sodyum Borhidrür	NaBH <sub>4</sub>	Merck	37,83	-
n-dodecyl trimetil amonyum bromür	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>11</sub> N(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> Br	Merck	308,34	-
Aseton	CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	Merck	58,07	0,79
Etanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	Merck	46,07	0,805
2,2'-Azobis(2-metilpropionitril)	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub>	Sigma	164,21	-

## **2.2. Karakterizasyon Yöntemleri**

### **2.2.1. Fourier dönüşümlü kızılötesi spektrofotometresi (FTIR)**

FTIR spektrumları ATR Bruker-Tensor 27 model spektrometre kullanılarak 4000-600  $\text{cm}^{-1}$  aralığında ve  $4\text{cm}^{-1}$  çözünürlüğünde 30 tarama yapılarak alındı.

### **2.2.2. X ışınları kırınımı (XRD)**

Örneklerin kristal özellikleri Ultima IV In-plane X-Işını Difraktometresi ile Cu ışın tüpü kullanılarak  $5-50^\circ$  tarama aralığı ve  $1^\circ/\text{dk}$  tarama hızında yapılmıştır.

### **2.2.3. Ultraviyole spektrofotometresi (UV)**

Kompozit örneklerinde bulunan gümüşün tayini için Shimadzu- UV-2450 UV/Visible spektrofotometresi kullanıldı ve 360-460 nm dalga boyları arasındaki absorpsiyon pik şiddetleri incelendi.

### **2.2.4. Taramalı elektron mikroskobu (SEM)**

Örneklerin morfolojik yapısı Phillips XL 30 SFEG model taramalı elektron mikroskobu kullanılarak incelendi.

### **2.2.5. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC)**

Örneklerin termal özellikleri Mettler Toledo TG/DTA 851 model termogravimetrik analiz cihazı kullanılarak incelendi. Termal analizler  $20-500^\circ\text{C}$  aralığında,  $10^\circ\text{C}/\text{dk}$  tarama hızında,  $\text{N}_2$  gazı ortamında gerçekleştirildi.

## **2.3. Deneysel Kısım**

### **2.3.1. Organo kil eldesi**

0,5 g sepiyolite, 1g n-Dodecyl trimetil-amonyum bromür 50 mL saf suya konuldu ve geri soğutucu altında  $70^\circ\text{C}$ 'de 24 saatte reaksiyon gerçekleşti. Daha sonra organokil 4 kez etanol su karışımında ve 2 kez saf suyla yıkandı, yıkamanın tam olup olmadığını anlamak için arjantometrik analizi yapıldı. Son olarak organokil  $60^\circ\text{C}$ 'de 24 saat kurutuldu ve öğütüldü.

### 2.3.2. PVI/Ag sentezi

PVI'ü sentezlemek için, balona 20mL saf su, 20mL Vım ve 0,32 g AIBN konarak 65 °C' de ve 200 dk azot gazı altında reaksiyon gerçekleştirildi. Polimer 4 kez asetonla yıkandıktan sonra önce oda sıcaklığında daha sonra vakumlu etüvde 70 °C' de 24 saat kurutuldu [64]. 3 tüpe 0,04 g PVI kondu ve 1 mL %2'lik asetik asit eklenip çözüldü, sırasıyla 0,1, 0,05 ve 0,025 mL AgNO<sub>3</sub> (0,5M) ilave edildi ve 12 saat karıştırıldı. Her bir tüpe Ag miktarının 4 katı kadar NaBH<sub>4</sub> eklendi ve bir saat karıştırıldı. Daha sonra madde 4 kere saf suyla yıkandı ve süzüldü. Önce oda sıcaklığında daha sonra vakumda 50 °C' de kurutuldu.

### 2.3.3. Polivinilimidazol aşılı kitosanın hazırlanması

0,624 g PVI + 0,01g AIBN + 10 mL %4'lük kitosan azot gazı atmosferinde geri soğutucuda 70 °C' de 200 dk ısıtıldı, oluşan kopolimer asetonla yıkandı ve kopolimer yapısına katılmayan polimerleri uzaklaştırmak için etanol ile 2 gün ekstrakte edildi. Vakumda 50 °C' de kurutuldu.

### 2.3.4. PVI/Kitosan/Ag kompozit sentezi

3 tüpe 0,04 g PVI/kitosan kopolimeri kondu ve 1 mL %2'lik asetik asit eklenip çözüldü, sırasıyla 0,1, 0,05 ve 0,025 mL AgNO<sub>3</sub> (0,5M) ilave edildi ve 12 saat karıştırıldı. Her bir tüpe Ag miktarının 4 katı kadar NaBH<sub>4</sub> eklendi ve bir saat daha karıştırıldı. Daha sonra madde 4 kere saf suyla yıkandı ve süzüldü. Önce oda sıcaklığında daha sonra vakumda 50 °C' de kurutuldu.

### 2.3.5. %1'lik Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozit sentezi

%4'lük kitosandan 50 mL alındı ve 0,02 g organosepiyolit eklendi ve 12 saat karıştırıldı. Karışım 3 eşit parçaya bölündü ve her birine AgNO<sub>3</sub> (0,5M) (0,04g maddeye sırasıyla 0,1-0,05-0,025mL 0,5M AgNO<sub>3</sub> eklendi yani 10mL %4'lük kitosanda 0,4 g kitosan olduğundan buna sırasıyla 1-0,5-0,25mL AgNO<sub>3</sub> eklenmektedir) ilave edildi 12 saat daha karıştırıldı. Her bir çözeltiliye Ag miktarının 4 katı olacak şekilde NaBH<sub>4</sub> eklendi ve bir saat karıştırıldı. Daha sonra elde edilen madde 4 kere saf su ile yıkandı ve süzüldü. Önce oda sıcaklığında daha sonra vakumda 50 °C' de kurutuldu.

### **2.3.6. %3'lük Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozit sentezi**

%4'lük kitosandan 50 mL alındı ve 0,06 g organosepiyolit eklendi ve 12 saat karıştırıldı. Karışım 3 eşit parçaya bölündü ve her birine AgNO<sub>3</sub> (0,5M) ilave edilerek 12 saat karıştırıldı. Çözeltilerin her birine Ag miktarının 4 katı kadar NaBH<sub>4</sub> eklendi ve bir saat daha karıştırıldı. Daha sonra elde edilen madde 4 kere saf su ile yıkandı ve süzüldü. Önce oda sıcaklığında daha sonra vakumda 50 °C'de kurutuldu.

### **2.3.7. %5'lik Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozit sentezi**

%4'lük Kitosandan 50 mL alındı ve 0,1 g organosepiyolit eklendi ve 12 saat karıştırıldı. Karışım 3 eşit parçaya bölündü ve her birine AgNO<sub>3</sub> (0,5M) ilave edilerek 12 saat karıştırıldı. Çözeltilerin her birine Ag miktarının 4 katı kadar NaBH<sub>4</sub> eklendi ve bir saat daha karıştırıldı. Daha sonra elde edilen madde 4 kere saf su ile yıkandı ve süzüldü. Önce oda sıcaklığında daha sonra vakumda 50 °C'de kurutuldu.

### **2.3.8. Antibakteriyel duyarlılık deneyleri**

Sentezlenen kompozitler kullanılarak 11mm çaplı diskler hazırlandı. Kompozitlerin antibakteriyel duyarlılık deneyleri CLSI'nın önerdiği standartlara uygun olarak yapılmıştır [67]. *Enterococcus faecalis* (ATCC 29212), *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Esherichia coli* (ATCC 25922) ve *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853) standart suşlarına disk difüzyon yöntemi uygulanmıştır. Besiyeri olarak Mueller Hinton Agar kullanılmıştır. Bir gecelik taze kültürden alınan bakteriler serum fizyolojik ile bulanıklığı 0.5 Mac Farland'a ayarlanarak Mueller Hinton Agar'a steril eküvyonla yayılmıştır. Kimyasal madde emdirilmiş olan diskler yerleştirilmiş, bir gece boyunca 37 °C'lik etüvde inkübe edilmiştir. Kontrol olarak kloramfenikol ve sefotaksim diskleri kullanılmıştır. Deneyler iki defa tekrarlanmıştır.

Şekil 2.1’de CS/%3Orgsep/Ag kompozitleriyle hazırlanan diskler görülmektedir. Örneklerde gümüş miktarının artmasıyla renkler koyulaşmıştır.



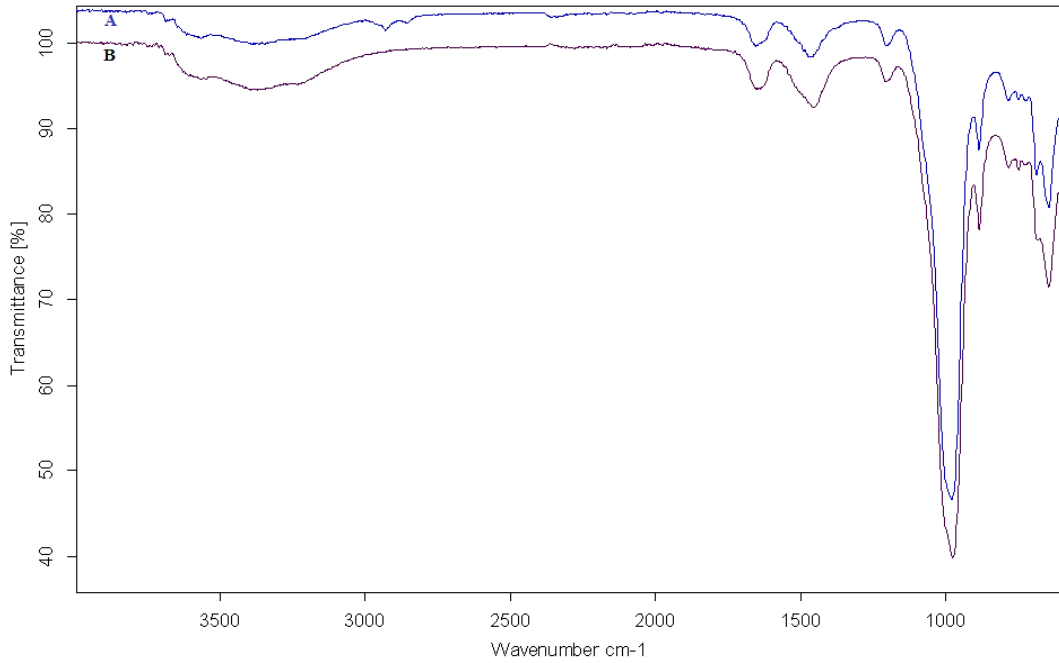
Şekil 2.1. Antibakteriyel duyarlılık testleri için hazırlanan kompozit diskleri (a) CS/%3Orgsep/Ag(0,025) , (b) CS/%3Orgsep/Ag(0,05), (c) CS/%3Orgsep/Ag(0,1)



### 3. BULGULAR VE TARTIŞMA

#### 3.1. Sepiyolit ve Organosepiyolitın Karakterizasyonu

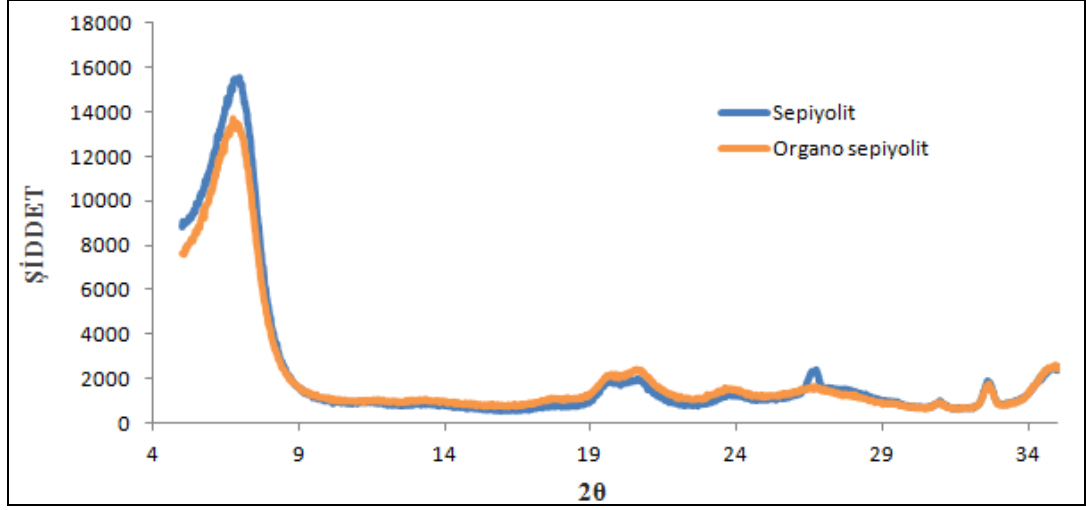
##### 3.1.1. Sepiyolit ve organosepiyolitın FTIR analizi



Şekil 3.1. Organosepiyolit(a) ve Sepiyolit(b) FTIR spektrumları

Şekil 3.1’de spektrumda görülen  $1205$  ve  $975\text{ cm}^{-1}$  pikleri sepiyolitın karakteristik pikleri olup bu Si-O-Si gerilme bandıdır.  $783$  ve  $645\text{ cm}^{-1}$ ’deki bantlar Mg-OH iç bağ gerilimi bantlarıdır.  $3000$  ile  $3600\text{ cm}^{-1}$ ’de gözlenen geniş bant sepiyolitın yapısında bulunan su kaynaklı bantlardır. Zeolitik, iç veya kanal suyu OH gerilim bandı  $1648\text{ cm}^{-1}$ ’de görülmektedir.  $1457\text{ cm}^{-1}$ ’de gözlenen pik ise  $\text{CO}_3^{-2}$ ’den kaynaklanmaktadır. Sepiyolitte gözlenen  $3000$  ile  $3600\text{ cm}^{-1}$ ’de geniş bandın n-dodecyl trimetil amonyum bromür (DTMA) ile modifiye edilmiş sepiyolitte şiddetinin azaldığı ve  $2854$  ve  $2929\text{ cm}^{-1}$ ’de DTMA kaynaklı simetrik ve asimetrik metilen grubunun gerilim pikleri görülmektedir [66-67].

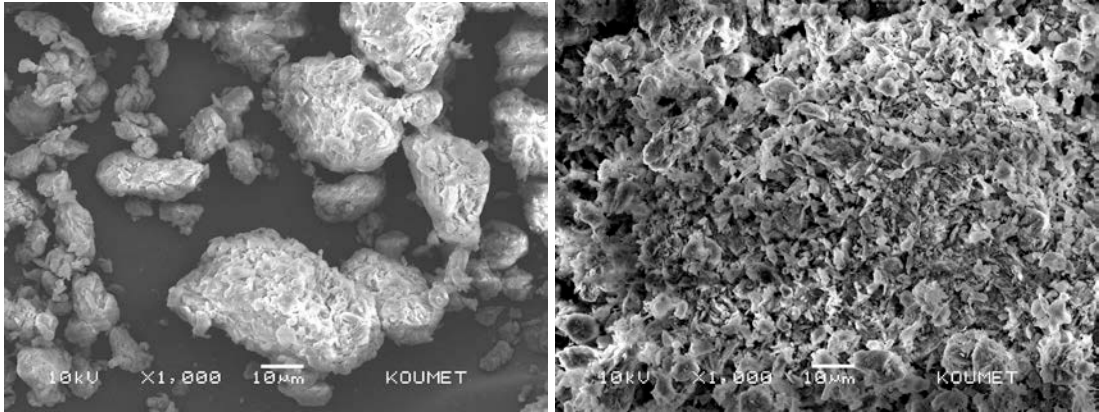
### 3.1.2. Sepiyolit ve organosepiyolitın XRD analizi



Şekil 3.2. Sepiyolit ve organosepiyolitın XRD desenleri

Sepiyolit ve organosepiyolitın X-ışınları analizi sonucunda  $2\theta=6,95^{\circ}$  açısındaki kristal düzlemleri arasındaki uzaklık (d) sırasıyla 12,69 ve 12,73Å olarak tespit edilmiştir. XRD analizi sonucunda sepiyolitın modifiye edildiği ve tabakalar arası boşluğun arttığı görülmüştür. Sepiyolit ve organo sepiyolitın XRD desenleri Şekil 3.2’de verilmiştir.

### 3.1.3. Sepiyolit ve organosepiyolitın SEM analizi



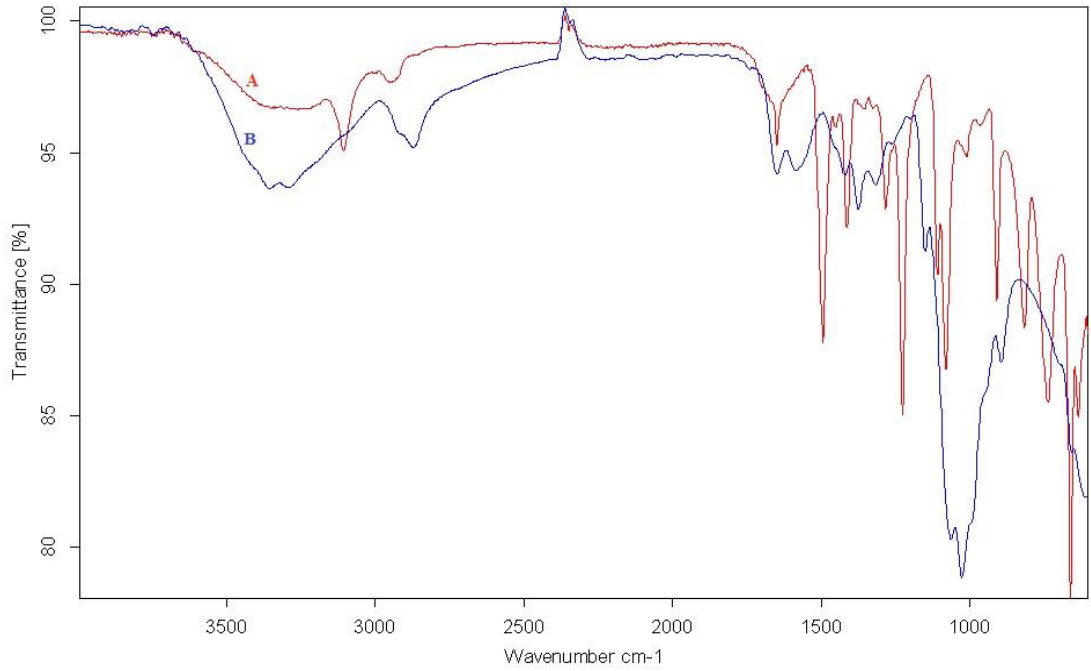
Şekil 3.3. Sepiyolit ve organosepiyolitın SEM görüntüleri

Bu çalışmada kullanılan polimerler, kil, gümüş ve kompozitlerin morfolojik özellikleri SEM analizleri ile belirlenmiştir. Sepiyolit ve organo sepiyolitın morfolojik analizi Şekil 3.3’de görülmektedir.

Sepiyolit yüzeyi girintili ve lifsi bir yapıya sahiptir. Sepiyolit tanecek boyutları değişiklik göstermektedir. Sepiyolit işlem gördükten sonra daha homojen olmuştur.

## 3.2. PVI/Kitosan Kopolimerinin Karakterizasyonu

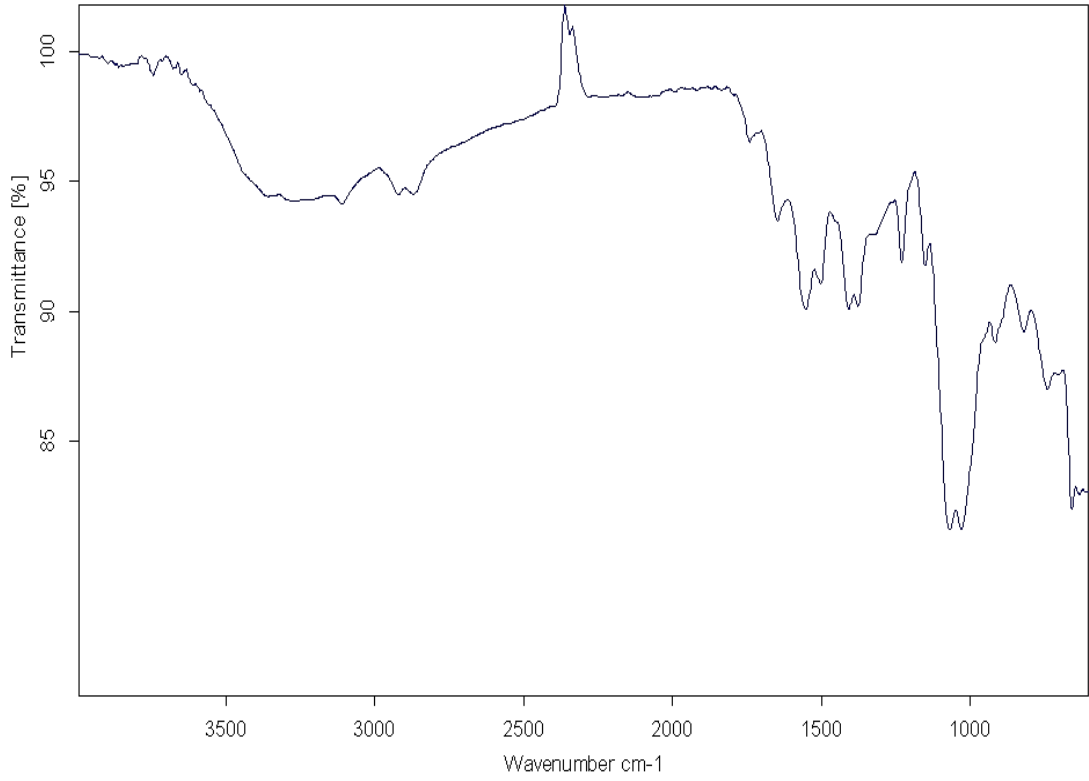
### 3.2.1. PVI/Kitosan kopolimerinin FTIR analizi



Şekil 3.4. (a) PVI ve (b) Kitosanın FTIR spektrumları

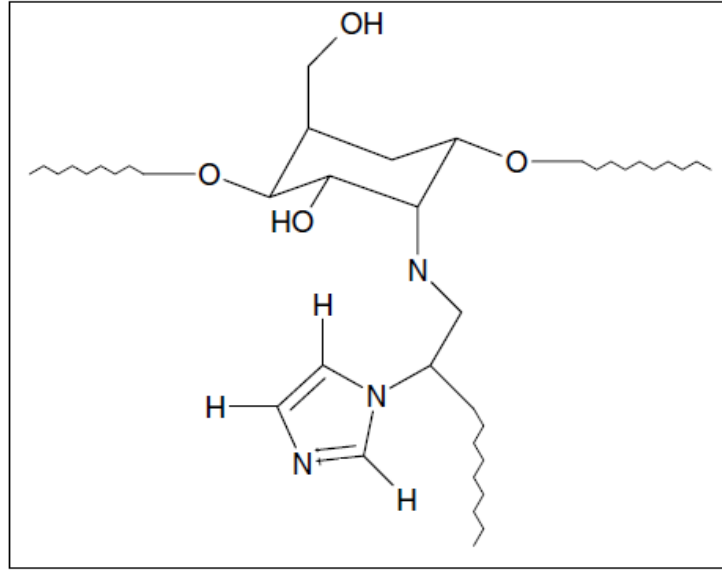
Kitosanın ve PVI'ün FTIR spektrumları Şekil 3.4'de verilmiştir. Kitosanın karakteristik pikleri olan -OH ve -NH gerilimleri  $3354$  ve  $3292$   $\text{cm}^{-1}$ 'de, alifatik C-H gerilimi ise  $2872$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir.  $1647$   $\text{cm}^{-1}$ 'de -NH titreşim bandı ve  $1584$   $\text{cm}^{-1}$ 'de N-H bağı piki gözlenmiştir. Glikozit bağlarından gelen C-O titreşim bandı  $1063$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir [68].

PVI'ün FTIR spektrumunda C=C-H ve N=C-H gerilim bandı  $3106$   $\text{cm}^{-1}$ 'de, CH, CH<sub>2</sub> temel gerilim bandı  $2952$   $\text{cm}^{-1}$ 'de, C=C gerilim bandı ise  $1648$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir. İmidazol halkasında bulunan C=C ve C=N bağı titreşim bantları  $1495$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmüştür.  $1413$ ,  $1282$  ve  $1226$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülen pikler imidazol halkasından kaynaklanmaktadır. Azol yapısında bulunan C-H gerilim bantları  $1108$  ve  $1079$   $\text{cm}^{-1}$ 'de gözlenirken, heterosiklik titreşim bantları  $908$  ve  $816$   $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir.  $736$   $\text{cm}^{-1}$ 'de CH<sub>2</sub> salınımı,  $660$   $\text{cm}^{-1}$ 'de halka burulması bandı ve  $634$   $\text{cm}^{-1}$ 'de C=C-H, N=C-H salınım titreşim piki görülmektedir [69].



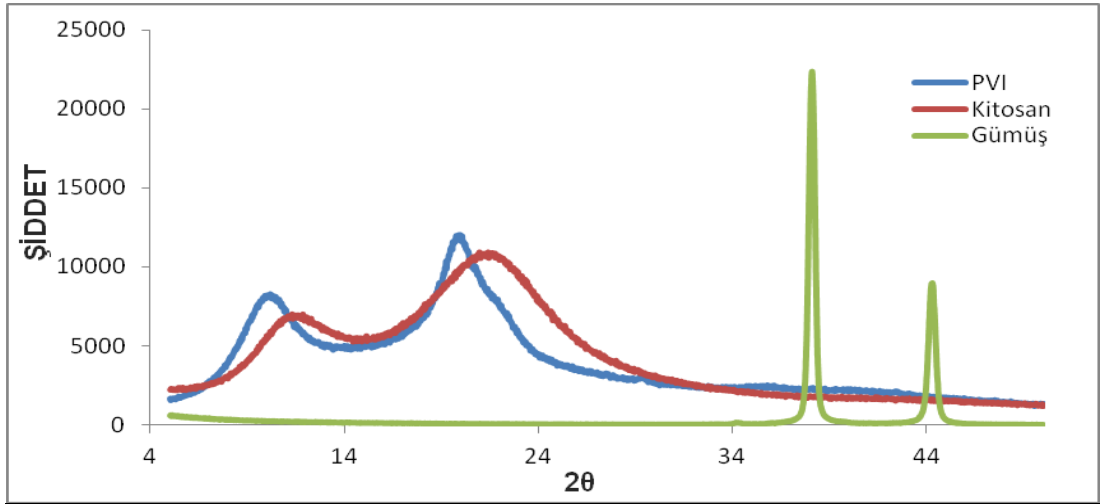
Şekil 3.5. PVI/kitosan kopolimer FTIR spektrumu

Şekil 3.5'te PVI/kitosan kopolimer FTIR spektrumu görülmektedir. Kitosanın yapısında bulunan 1647 ve 1584  $\text{cm}^{-1}$ 'deki -NH titreşim bandı ve N-H bağı pikleri kaybolmuş ve PVI'dan gelen C=C piki 1648  $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmüştür. İmidazol halkasında bulunan C=C ve C=N pikleri 1551 ve 1501  $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir. Glikozit bağlarından gelen C-O titreşim bantları 1029 ve 1068  $\text{cm}^{-1}$ 'e kaymıştır. PVI kaynaklı imidazol halkasının piki 1229  $\text{cm}^{-1}$ 'de, heterosiklik titreşim bandı,  $\text{CH}_2$  salınması ve halka burulması pikleri sırasıyla 818, 736 ve 657  $\text{cm}^{-1}$ 'de görülmektedir [1]. PVI'ün kitosana bağlanması Şekil 3.6'da şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.6. PVI'ün kitosana bağlanmasının şematik gösterimi [1]

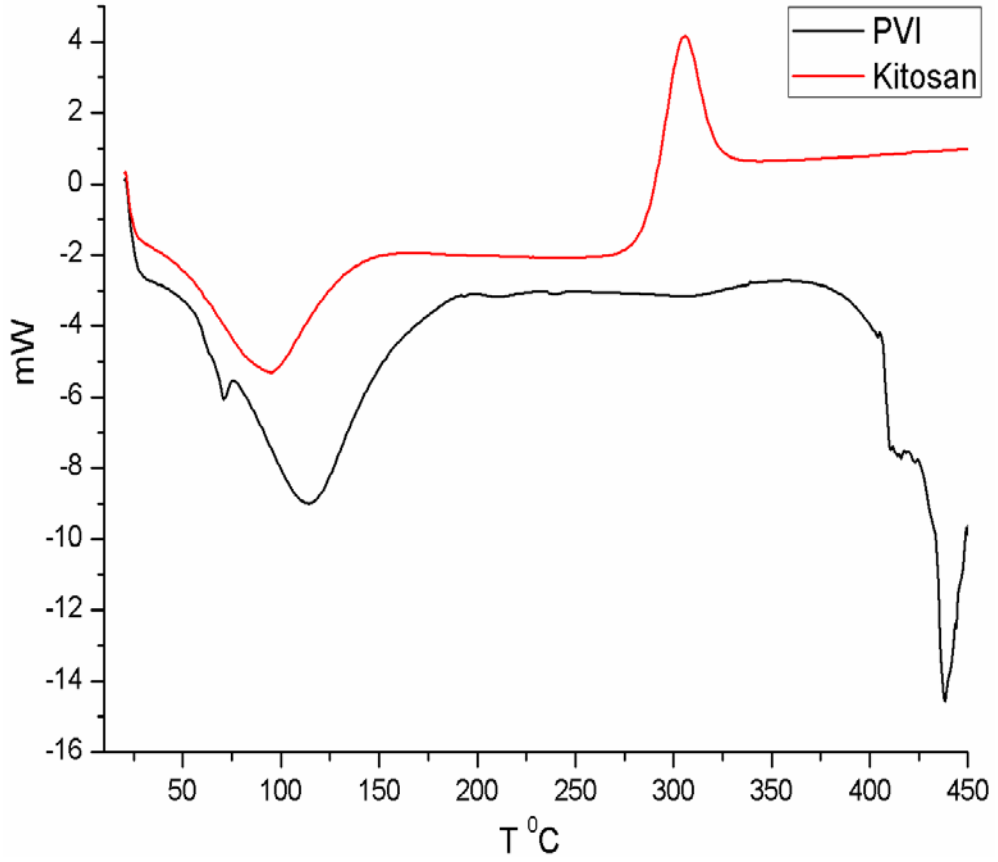
### 3.2.2. PVI, kitosan ve gümüşün XRD analizi



Şekil 3.7. PVI, kitosan ve gümüşün XRD desenleri

PVI'ün XRD deseninde kristallenmeden dolayı iki güçlü pik görülmektedir [71].  $2\theta=11,1^{\circ}$  ve  $21,4^{\circ}$  açılarında sırasıyla uzaklıklar(d) 7,9 ve 4,1 Å'tur. Kitosanın XRD deseninde görülen  $2\theta=9,98^{\circ}$  ve  $19,52^{\circ}$  pikler kitosanın kristal(1) ve kristal(2) olan karakteristik pikleridir [70]. Kitosan ve PVI da olduğu gibi gümüşün de kristal yapısından kaynaklı iki karakteristik piki bulunmaktadır.  $2\theta=38^{\circ}$  ve  $44,2^{\circ}$  açılarında sırasıyla uzaklıklar(d) 2,36 ve 2,04 Å'tur. PVI, kitosan ve gümüşün XRD desenleri Şekil 3.7'de verilmiştir.

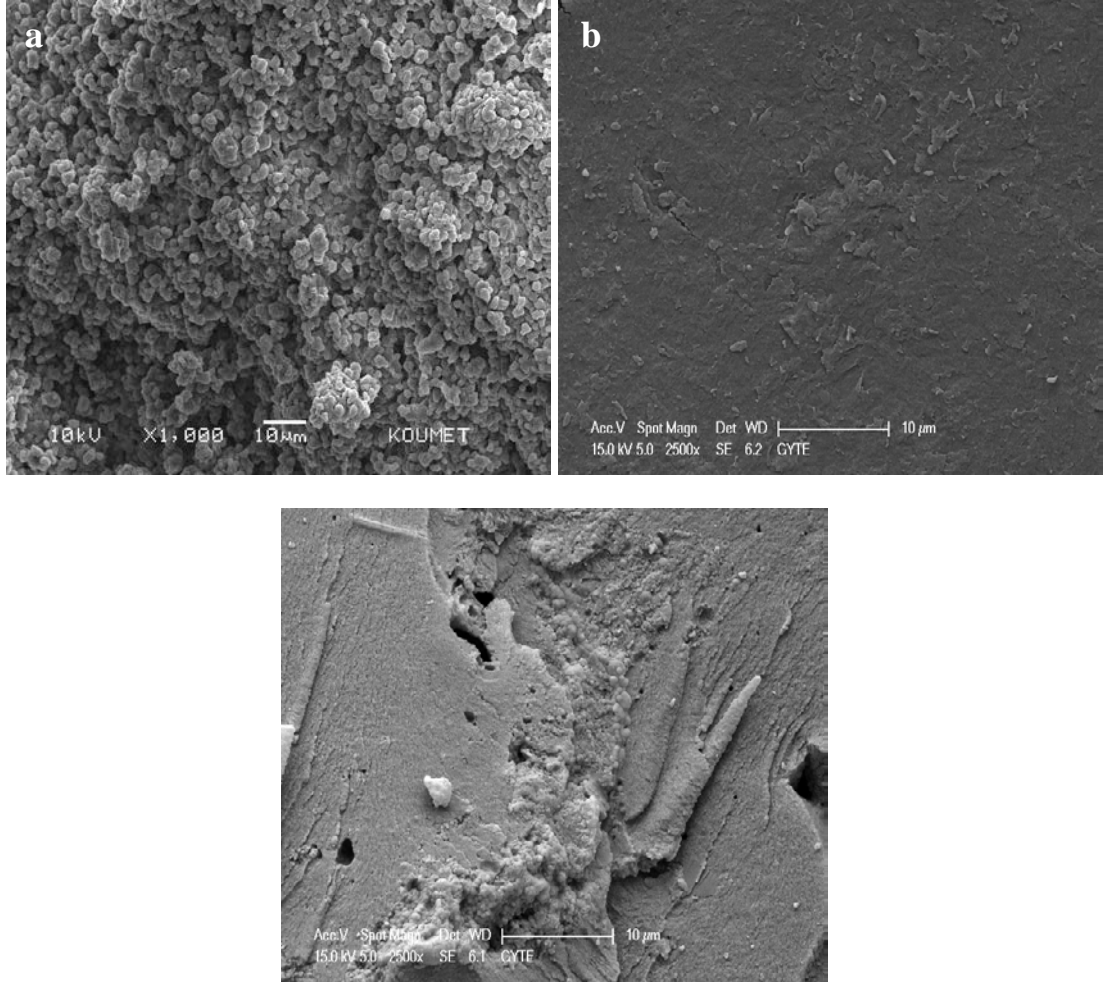
### 3.2.3. PVI ve kitosanın DSC analizi



Şekil 3.8. PVI ve kitosanın DSC eğrileri

Şekil 3.8’de PVI ve kitosanın DSC eğrileri verilmiştir. 55 ile 104 °C’de görülen endotermik pik kitosanın yapısında bulunan suyun kaybindan kaynaklanmaktadır. 306 °C’deki ekzotermik pik kitosanın bozulma sıcaklığıdır. Kitosanın DSC eğrisinde camsı geçiş sıcaklığı ( $T_g$ ) saptanamamıştır. PVI’ün ise camsı geçiş sıcaklığı 171 °C olarak tespit edilmiştir.

### 3.2.4. PVI ve kitosan SEM analizi

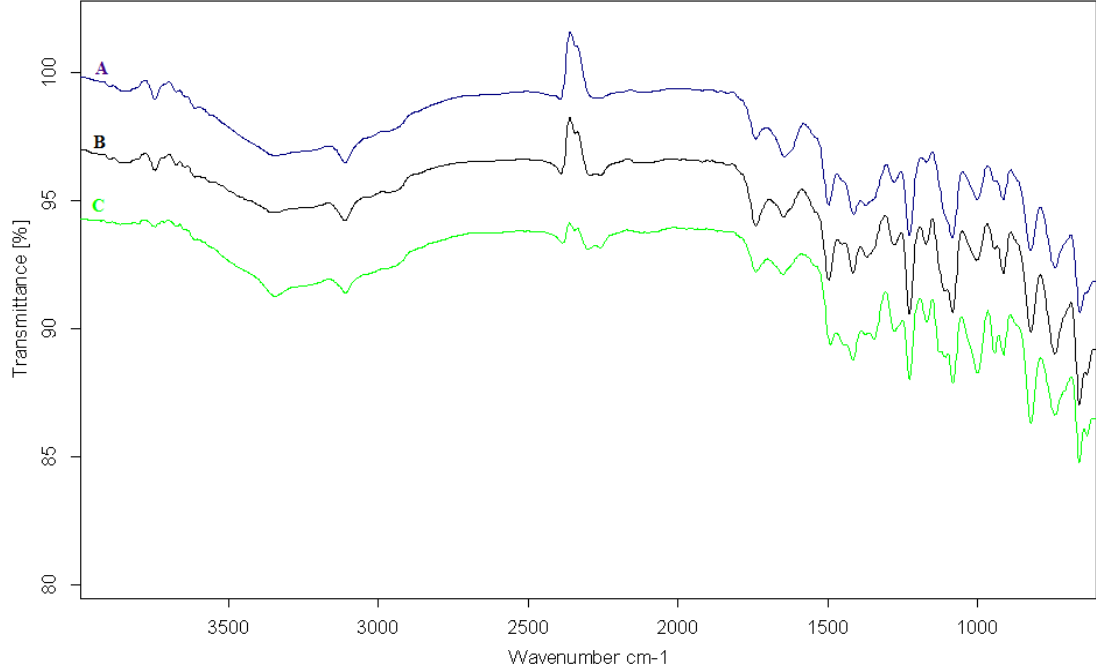


Şekil 3.9. (a) PVI, (b) Kitosan ve (c) PVI/Kitosan kopolimerinin SEM görüntüleri

Şekil 3.9’da verilen SEM görüntülerinde, saf PVI girintili ve gözenekli bir yapıya sahipken, saf kitosan pürüzsüz düzgün bir yapı göstermektedir. PVI/Kitosan kopolimerinde ise hem PVI’ün hem kitosanın yapılarını görmek mümkündür.

### 3.3. PVI/Ag Kompozitlerinin Karakterizasyonu

#### 3.3.1. PVI/Ag kompozitlerinin FTIR analizleri

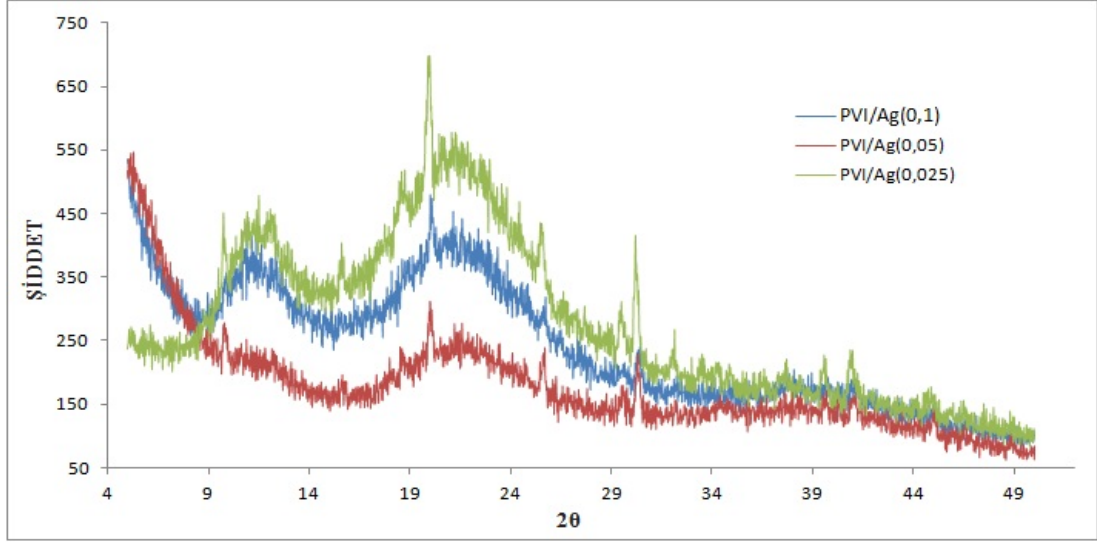


Şekil 3.10. PVI/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları: (a) PVI/Ag(0,1), (b)PVI/Ag(0,05), (c) PVI/Ag(0,025)

Şekil 3.10'da PVI/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları verilmiştir. PVI/Ag kompozitlerinde piklerin gümüş miktarının artmasıyla yayvanlaştığı, özellikle PVI/Ag(0,1) kompozitinde 1413 cm<sup>-1</sup>'de görülen imidazol halkası bandının genişlediği görülmektedir. Yine gümüş miktarının artmasıyla PVI'ün 965cm<sup>-1</sup>'deki piki kaybolmuştur. 633 cm<sup>-1</sup>'de görülen C=C-H, N=C-H sallanma titreşim pikinin Ag miktarının artmasıyla şiddeti azalmıştır. Ag partiküllerin PVI ile tamamıyla bütünleştiği ve bağların etkileşimini azaltarak PVI'ün spesifik piklerinin şiddetini düşürdüğü düşünülebilir.



### 3.3.2. PVI/Ag kompozitlerinin XRD analizi

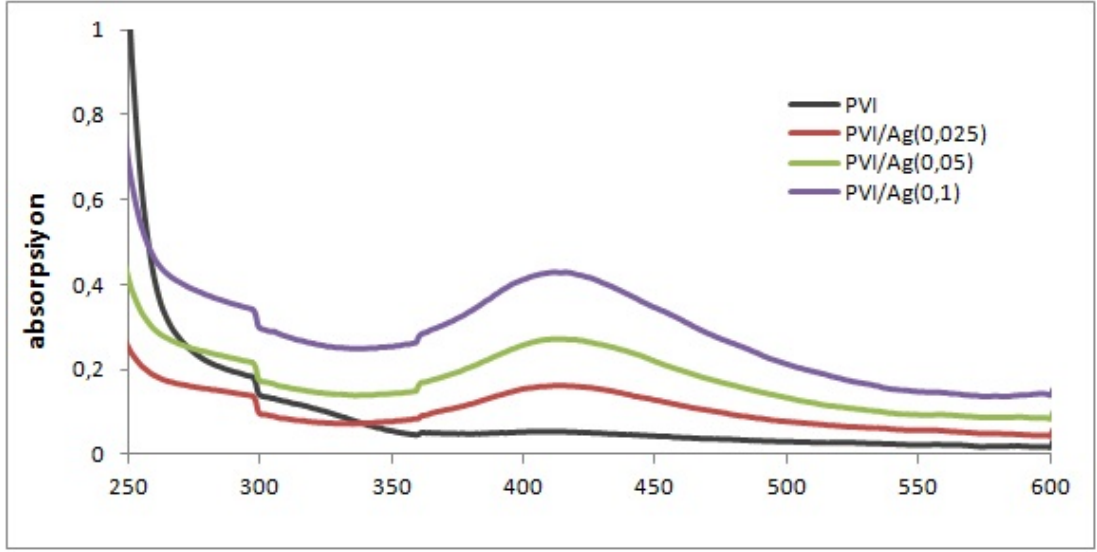


Şekil 3.11. PVI/Ag kompozitlerinin XRD desenleri.

PVI/Ag kompozitlerinin XRD desenleri Şekil 3.11’de görülmektedir. PVI/Ag(0,025) kompozitlerinin X-ışınları analizi sonucunda  $2\theta=11,21^{\circ}$  ve  $21,16^{\circ}$  açısındaki kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar (d) sırasıyla 7,89 ve 4,2Å olarak tespit edilmiştir. Gümüş miktarının arttığı PVI/Ag(0,1) kompozitinde iki piki  $2\theta=11,18^{\circ}$  ve  $21,65^{\circ}$  açısındaki kristal düzlemleri arasındaki uzaklıklar (d) sırasıyla 7,91 ve 4,1Å’dur.

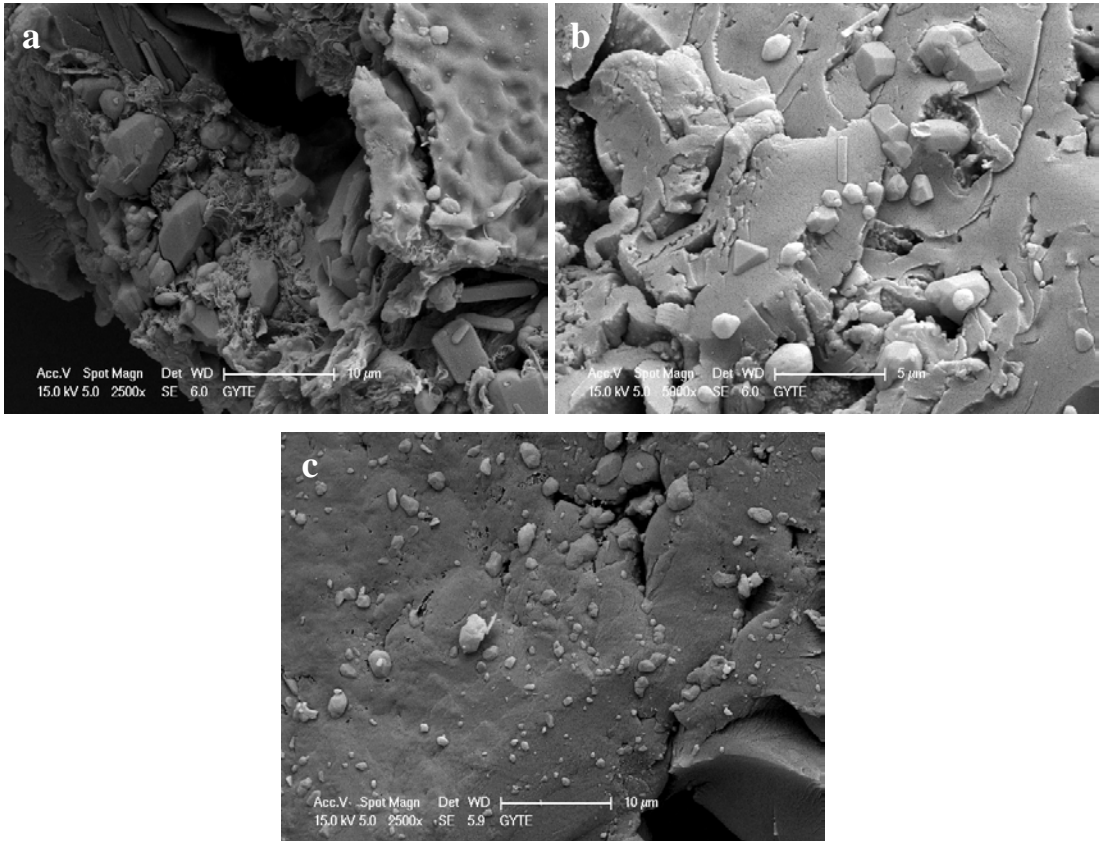
### 3.3.3. PVI/Ag kompozitlerinin UV-vis analizi

PVI/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları Şekil 3.12’de verilmiştir. PVI’ün 390-440 nm dalgaboyları arasında absorpsiyon piki görülmemektedir. PVI/Ag kompozitlerinin absorpsiyonunun gümüş miktarının artmasıyla şiddeti artmıştır. Kompozitler 413 nm’de maksimum pik vermişlerdir ve Ag partiküllerden kaynaklanan bu pikler, Ag partiküllerin 10 nm’den küçük olduğunu göstermektedir [53].



Şekil 3.12. PVI/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları

### 3.3.4. PVI/Ag kompozitlerinin SEM analizleri



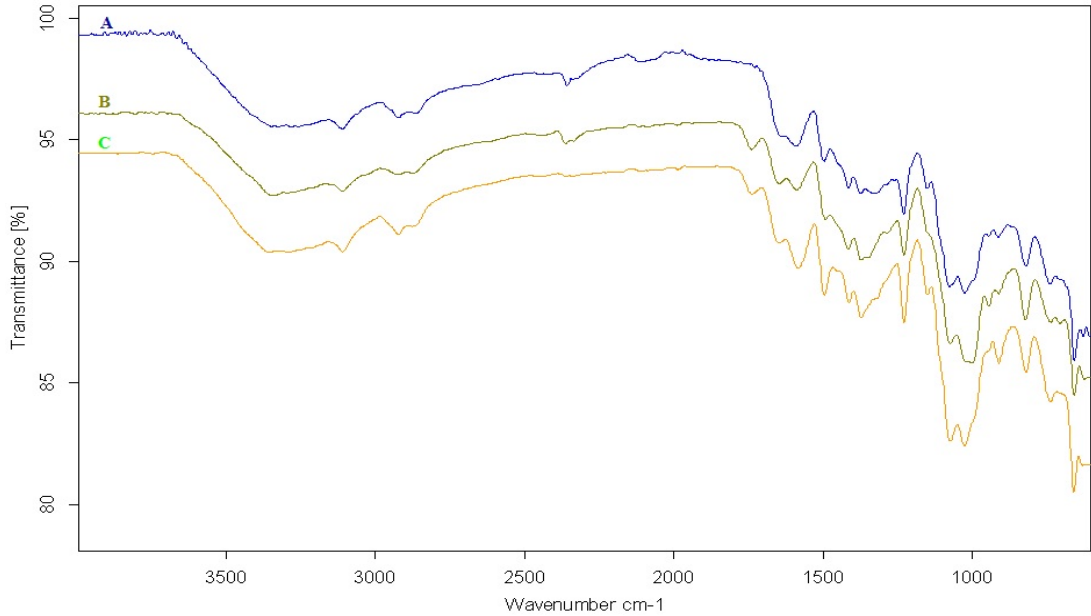
Şekil 3.13. PVI/Ag kompozitlerinin SEM görüntüleri: (a) PVI/Ag(0,025), (b) PVI/Ag(0,05) ve (c) PVI/Ag(0,1)

Şekil 3.13’de PVI ve Ag ile hazırlanan üç farklı kompozitin SEM görüntüleri bulunmaktadır. PVI/Ag kompozitlerinde gümüş miktarı artmasıyla yapıya daha fazla gümüşün katıldığı görülmektedir. Aynı zamanda yapıdaki gümüş miktarının artmasıyla gümüş parçacıklarının boyutu da azalmıştır. PVI/Ag(0,1) kompozitinde, 0,1 µm boyutunda gümüş parçacıkları görülmektedir.

### 3.4. PVI/Kitosan/Ag Kompozitlerinin Karakterizasyonu

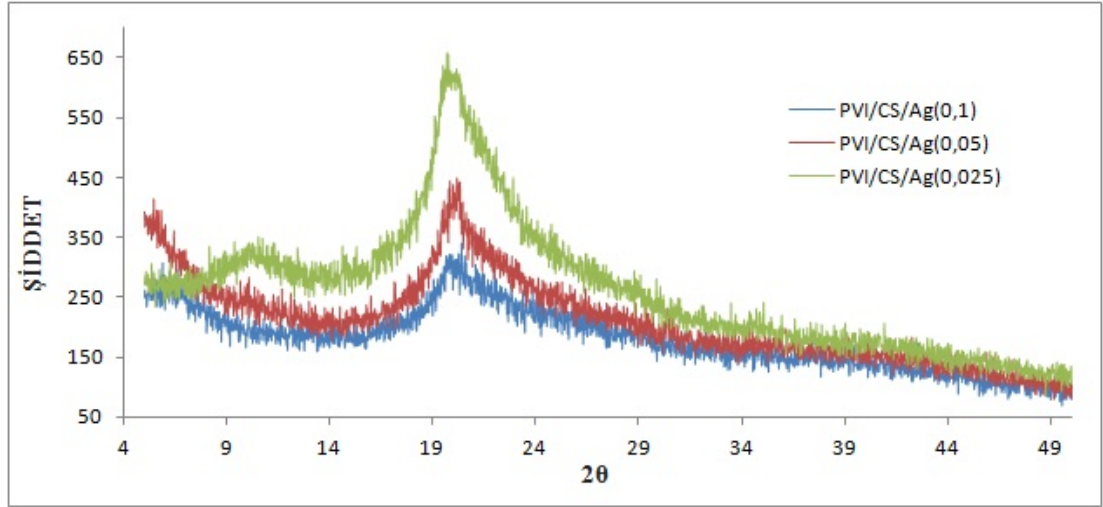
#### 3.4.1. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin FTIR analizleri

PVI/CS/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları Şekil 3.14’te verilmiştir. PVI/CS/Ag kompozitlerinde, kitosanın yapısında bulunan C-O titreşim bandı 1025 ve 1073  $\text{cm}^{-1}$ ’e kaymıştır. 1025  $\text{cm}^{-1}$ ’deki pikin şiddeti gümüş miktarının artmasıyla azalmıştır. Yine 1228  $\text{cm}^{-1}$ ’de imidazol piki görülmekte ve aynı şekilde gümüş miktarının artmasıyla şiddeti azalmıştır. 1371  $\text{cm}^{-1}$ ’deki -CH bükülmeleri kaynaklı piklerin şiddeti gümüş miktarıyla ters orantılı olarak değişmektedir. Kitosan kaynaklı 1647  $\text{cm}^{-1}$ ’de -NH titreşim bandı ve 1584  $\text{cm}^{-1}$ ’de N-H bağı piki şiddeti gümüş ile azalmıştır. İmidazol halkasında bulunan C=C ve C=N bağı titreşim bandları da 1495  $\text{cm}^{-1}$ ’de azalarak görülmüştür.



Şekil 3.14. PVI/CS/Ag kompozitlerin FTIR spektrumları, (a)PVI/Kit/Ag(0,1), (b) PVI/Kit/Ag(0,05), (c) PVI/Kit/Ag(0,025)

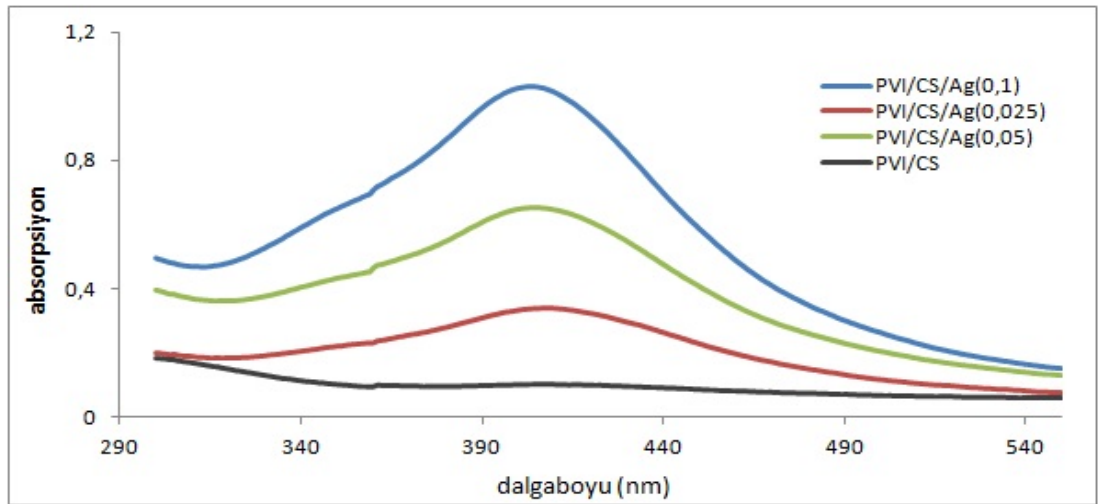
### 3.4.2. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin XRD analizi



Şekil 3.15. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin XRD desenleri

PVI/CS/Ag kompozitlerin XRD desenleri Şekil 3.15’de görülmektedir. PVI/CS/Ag(0,025), PVI/CS/Ag(0,05) ve PVI/CS/Ag(0,1) kompozitlerin pikleri sırasıyla  $2\theta=20,19^{\circ}$ ,  $20,16^{\circ}$  ve  $19,41^{\circ}$  açılarında görülmektedir. PVI/CS/Ag(0,1) kompozitinin  $2\theta=10,1^{\circ}$  açısında bir piki daha vardır ve her iki pikin açısı saf kitosanın pik açılarına yakındır.

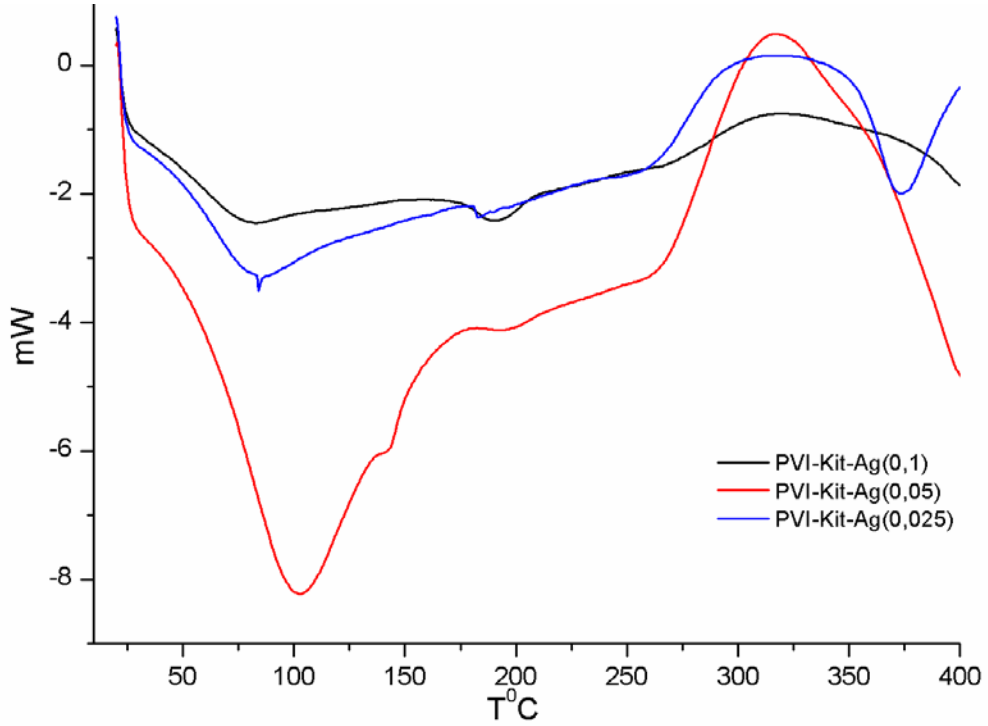
### 3.4.3. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin UV-vis analizi



Şekil 3.16. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları

Şekil 3.16'da görüldüğü gibi, 405 nm dalgaboyunda PVI/Kitosan kopolimeri absorpsiyon yapmamıştır. PVI/CS/Ag kompozitlerinin absorpsiyonu Ag kaynaklıdır ve Ag miktarı arttıkça absorpsiyon şiddeti artmıştır. Kompozitlerin 390-410 nm dalgaboyları arasında absorpsiyon yapması, Ag partikül boyutlarının 10 nm'den küçük olduğunu göstermektedir [53].

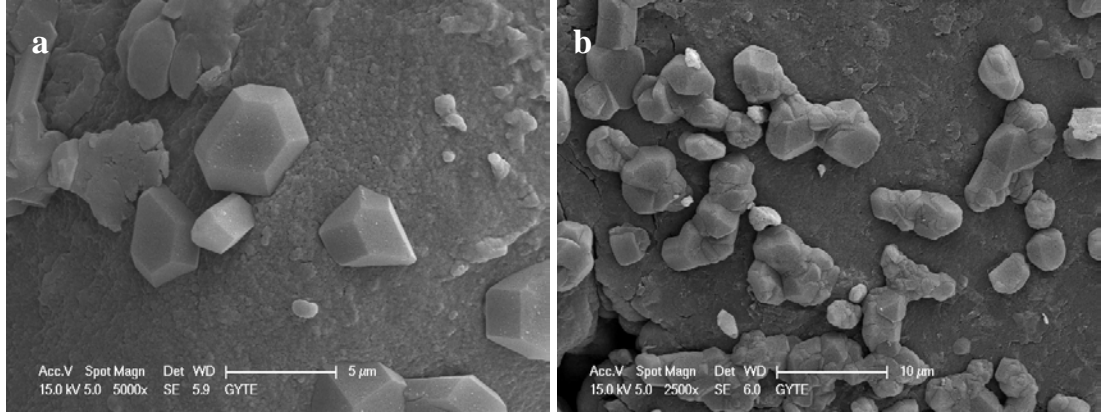
#### 3.4.4. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin DSC analizi



Şekil 3.17. PVI/CS/Ag kompozitlerin DSC eğrileri

PVI/CS/Ag kompozitlerinin DSC eğrileri Şekil 3.17'de verilmiştir. Saf kitosanın DSC eğrisinde camsı geçiş sıcaklığı saptanamamış, saf PVI'ün ise 171 °C olarak belirlenmiştir. PVI/CS/Ag(0,1), PVI/CS/Ag(0,05) ve PVI/CS/Ag(0,025) kompozitlerin camsı geçiş sıcaklıkları sırasıyla 182, 186 ve 178,5 °C'dir. Kompozitlerin bozunma sıcaklığı kitosanın bozunma sıcaklığına göre artmıştır. PVI/CS/Ag(0,1), PVI/CS/Ag(0,05) ve PVI/CS/Ag(0,025) kompozitlerinin bozunma sıcaklıkları sırasıyla 314,2, 316,6 ve 318 °C'dir.

### 3.4.5. PVI/Kitosan/Ag kompozitlerinin SEM analizi

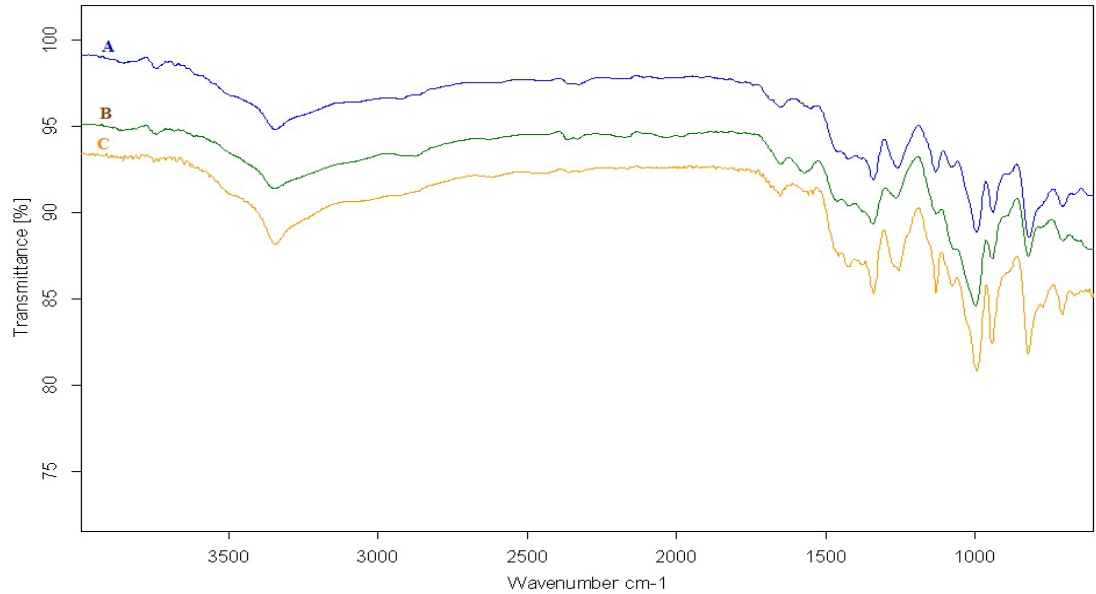


Şekil 3.18. PVI/CS/Ag kompozitlerinin SEM görüntüleri: (a) PVI/CS/Ag(0,025) ve (b) PVI/CS/Ag(0,1)

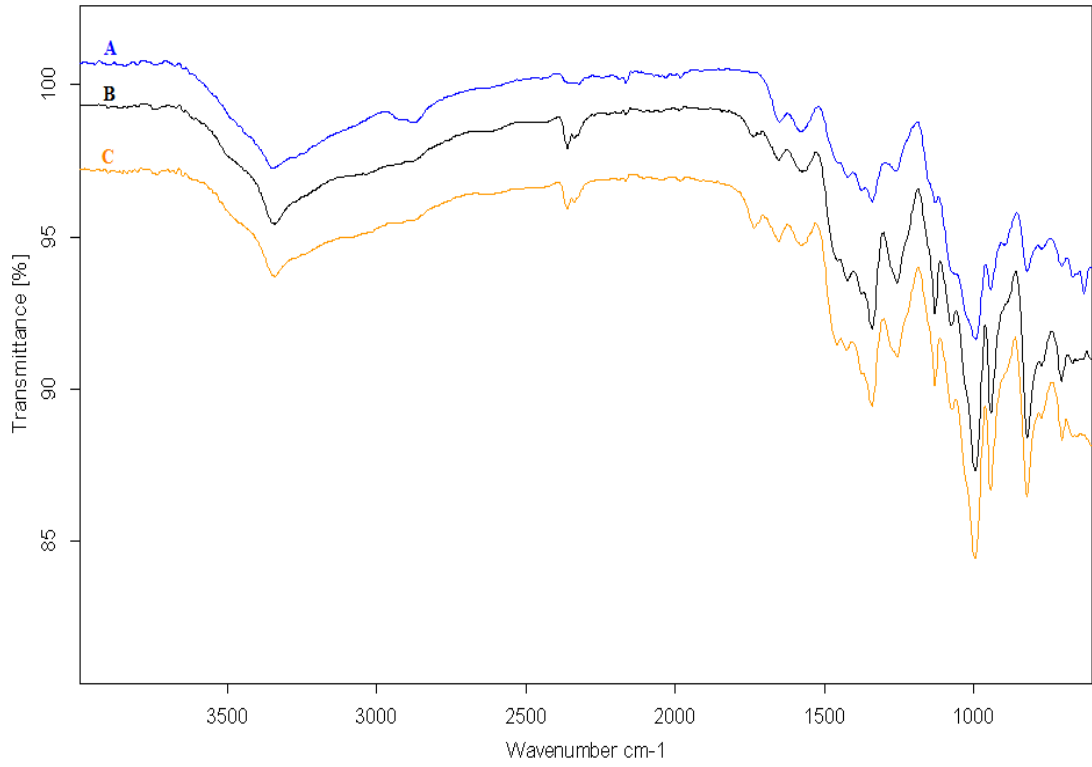
PVI/CS/Ag kompozitlerinin SEM görüntüleri Şekil 3.18’de verilmiştir. PVI/kitosan kopolimerine gümüş parçacıkları başarıyla katılmıştır. PVI/CS/Ag(0,025) kompozitinde gümüş parçacıkları dağınık şekilde yerleşmişken, yapıdaki gümüş miktarının artmasıyla gümüş parçacıkları homojen dağılmamış ve agregat oluşturmuşlardır.

### 3.5. Kitosan/Organosepiyolit/Ag Kompozitlerinin karakterizasyonu

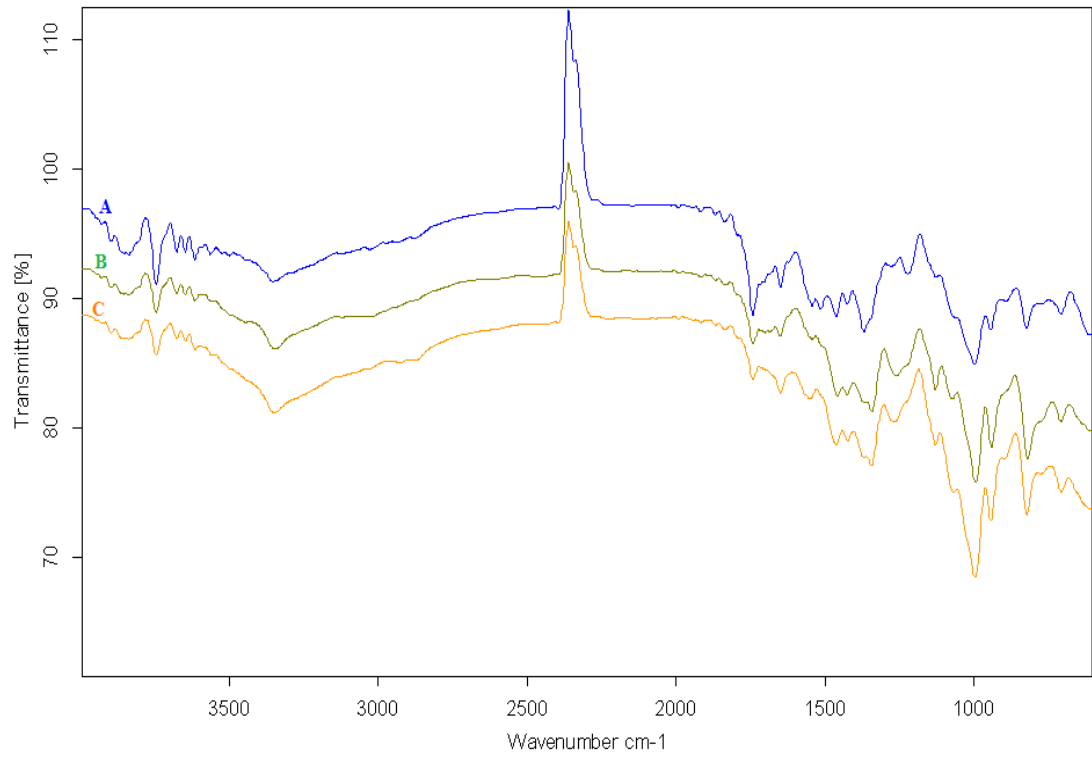
#### 3.5.1. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR analizleri



Şekil 3.19. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları: (a)CS/%1orgsep/Ag(0,1), (b) CS/%1orgsep/Ag(0,05), (c) CS/%1orgsep/Ag(0,025)



Şekil 3.20. Kitosan/%3organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları: (a)CS/%3orgsep/Ag(0,1), (b) CS/%3orgsep/Ag(0,05), (c) CS/%3orgsep/Ag(0,025)

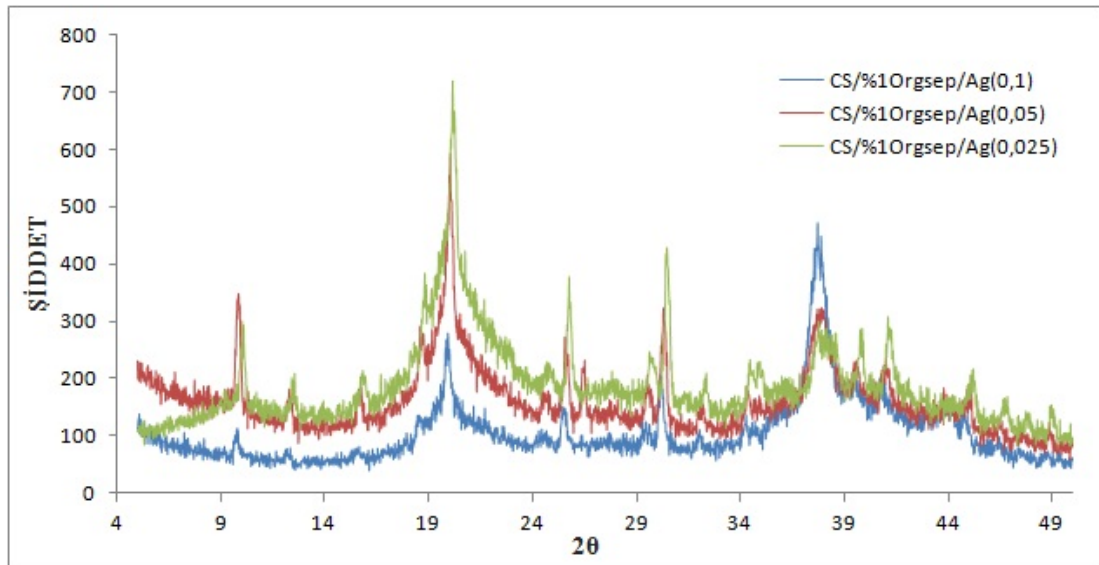


Şekil 3.21. Kitosan/%5organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları: (a)CS/%5orgsep/Ag(0,1), (b)CS/%5orgsep/Ag(0,05), (c) CS/%5orgsep/Ag(0,025)

Şekil 3.19, 3.20 ve 3.21’de Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin FTIR spektrumları verilmiştir. Kitosanın spesifik pikleri olan N-H bağı ve -NH titreşim pikleri zayıflamış olarak 1554 ve 1651  $\text{cm}^{-1}$ ’de görülmektedir. Kitosanda 1419, 1375 ve 1317  $\text{cm}^{-1}$ ’de gözlenen bandlar C-H bükülmesini göstermektedir. Sepiyolitın spesifik pikleri 1740  $\text{cm}^{-1}$  ve 997  $\text{cm}^{-1}$ ’de gözlenmiştir. Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitlerinde bu spesifik piklerin zayıfladığı net bir şekilde görülürken gümüş miktarının azalmasıyla şiddeti artmıştır. Kompozitlerde organosepiyolit miktarı arttıkça 1740  $\text{cm}^{-1}$ ’deki pikin arttığı gözlenmiştir.

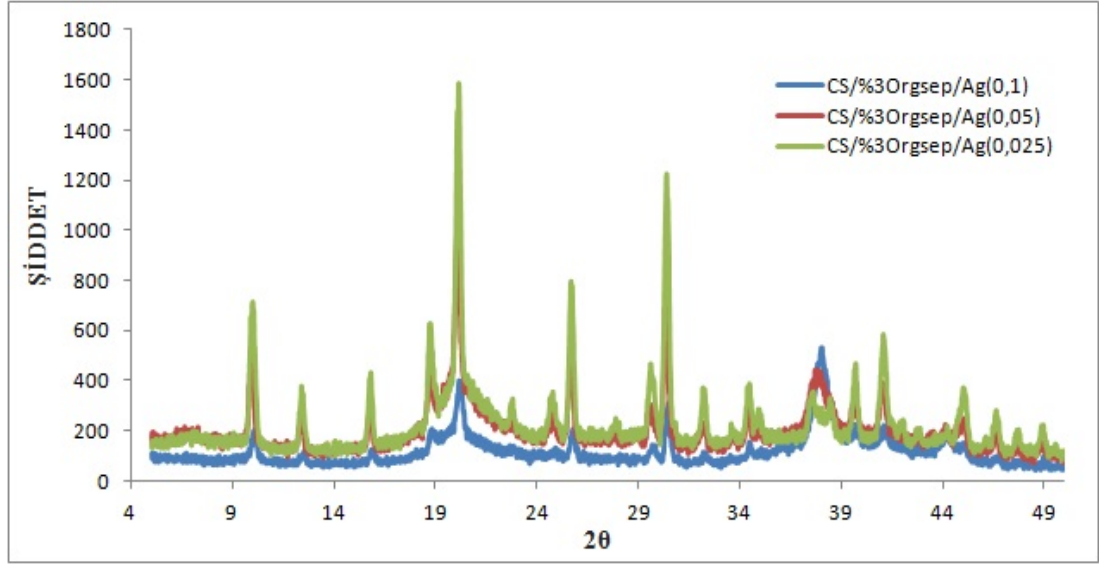
### 3.5.2. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD analizleri

Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD spektrumları Şekil 3.22, 3.23 ve 3.24’te verilmiştir. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinde  $2\theta=20^\circ$  ve  $2\theta=37^\circ$  açılarında sırasıyla kitosan ve gümüşün kuvvetli pikleri görülmektedir. Gümüş miktarının artmasıyla kitosan pik şiddetinin azaldığı ve gümüşün kristal yapısının değişmeden yapıya katıldığı pik şiddetinin artmasıyla anlaşılmaktadır [2]. %1’lik kompozitlerde organosepiyolit piki görülmemektedir, bu da organosepiyolitın polimerde tam olarak dağılarak dağılmış tabakalı (Exfoliated) yapı oluşturduğunu göstermektedir. Organokil miktarının artmasıyla ise dolayı organosepiyolit polimer içinde tam olarak dağılamadığından %3’lük ve %5’lik kompozitlerde  $2\theta=6,95^\circ$  civarında çok küçük bir pik vardır. Fakat %3’lük kompozitlerde tabakalar arası fazla açılmışken aynı durum %5’lik kompozitler için geçerli değildir.

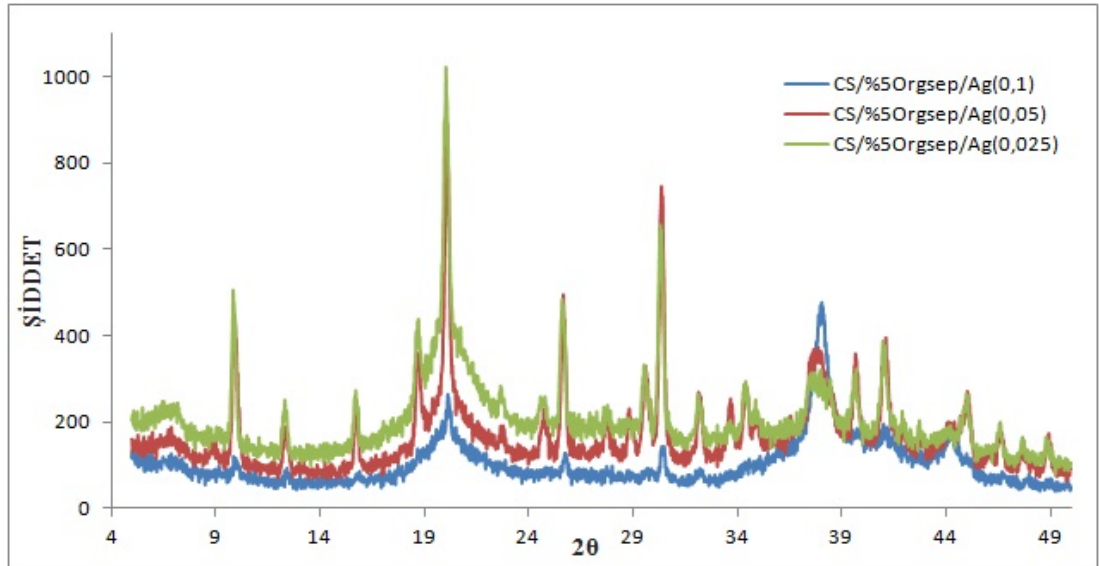


Şekil 3.22. Kitosan/%1organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri



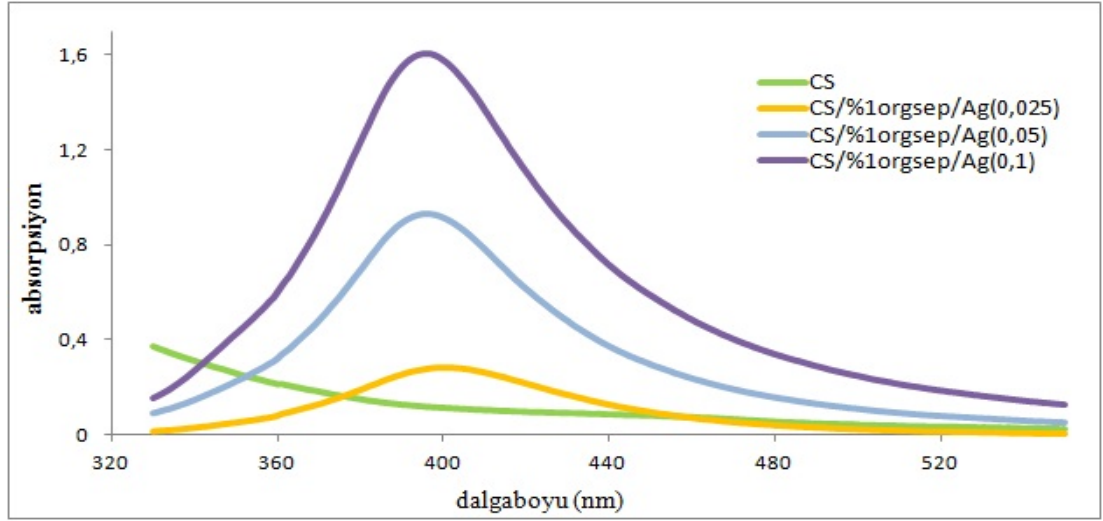


Şekil 3.23. Kitosan/%3organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri

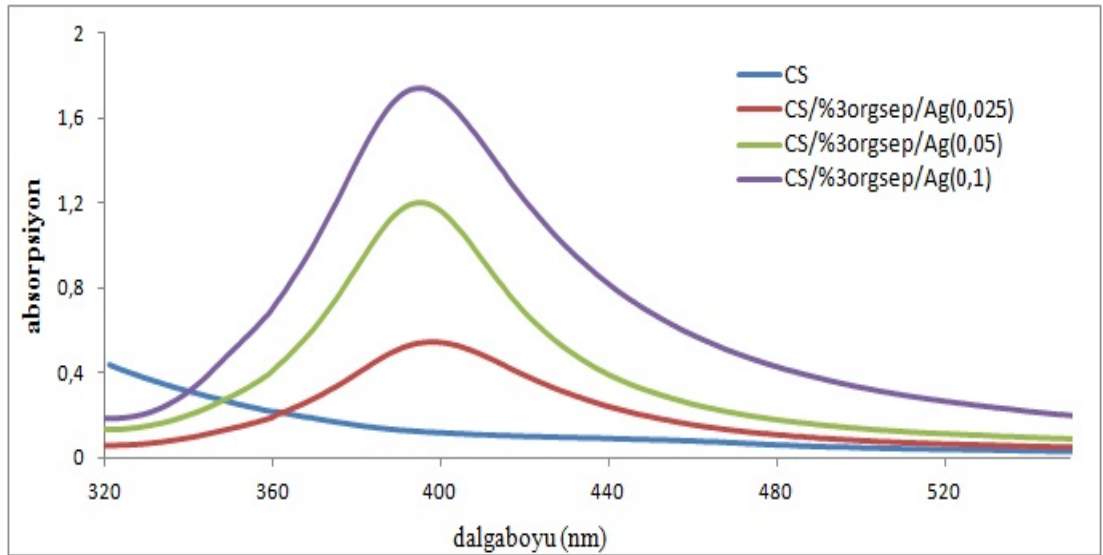


Şekil 3.24. Kitosan/%5organosepiyolit/Ag kompozitlerinin XRD desenleri

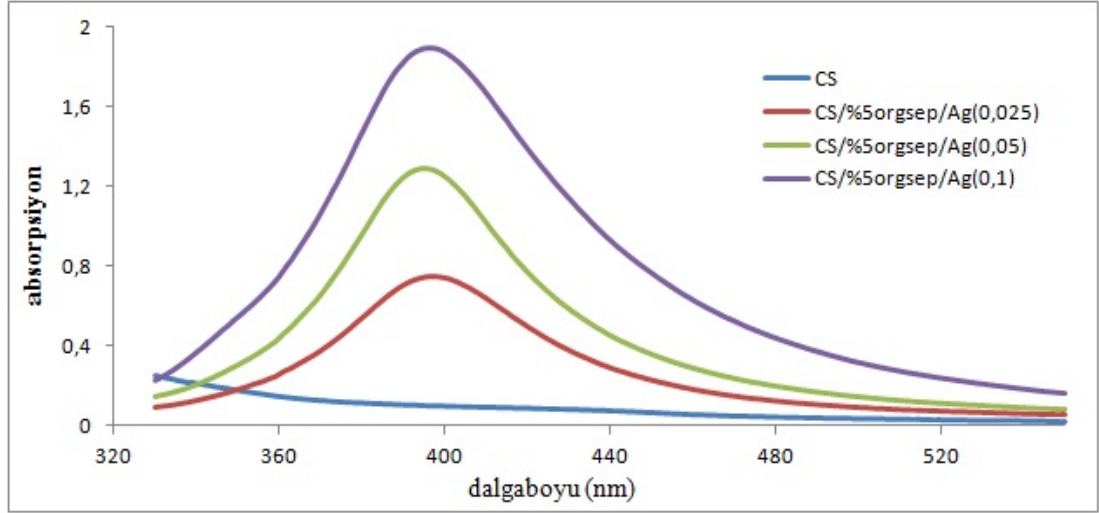
### 3.5.3. Kitosan-Organosepiyolit-Ag kompozitlerinin UV-vis analizleri



Şekil 3.25. Kitosan/1% organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları



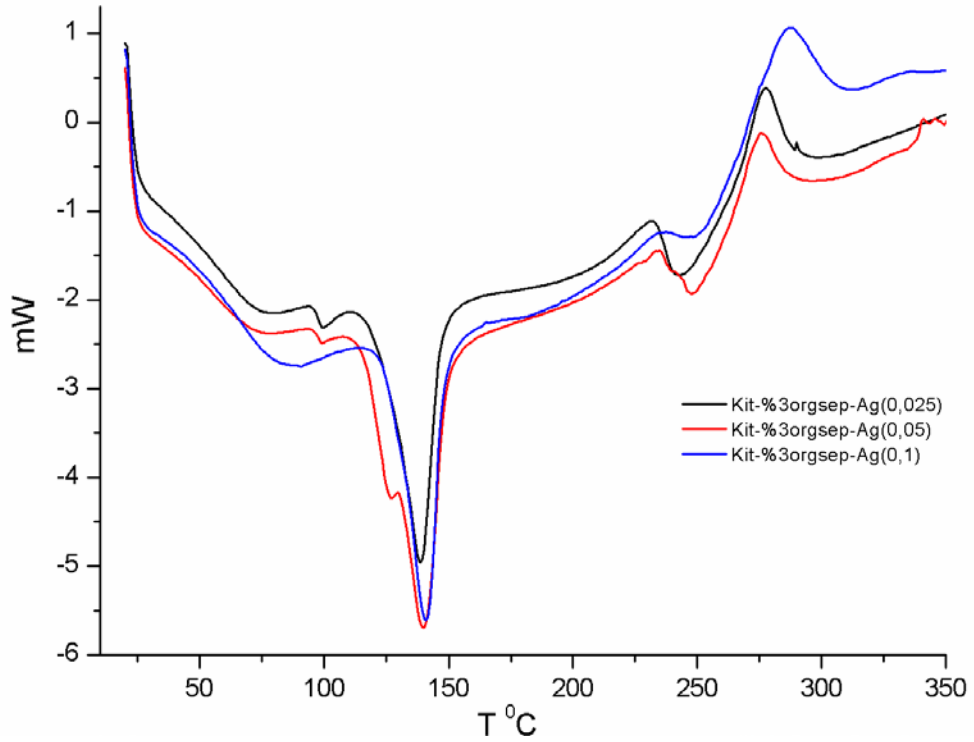
Şekil 3.26. Kitosan/3% organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları



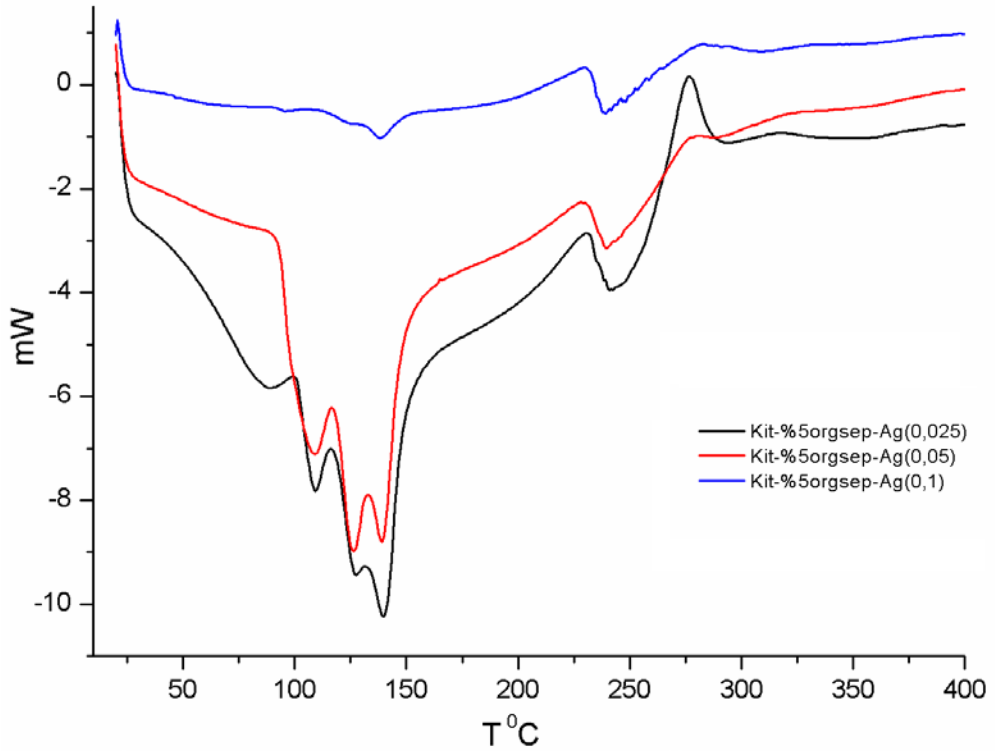
Şekil 3.27. Kitosan/%5organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları

Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitlerinin UV-vis spektrumları Şekil 3.25, 3.26 ve 3.27'de verilmiştir. Kitosan 395-400 nm dalga boyları arasında absorpsiyon yapmamaktadır ve kitosan/organosepyolit/Ag kompozitleri bu dalga boyları arasında Ag kaynaklı absorpsiyon yapmıştır. Ag miktarı arttıkça absorpsiyon pikleri artmıştır, bu da Ag partiküllerinin boyutunun 10 nm'den küçük olduğunu göstermektedir [53].

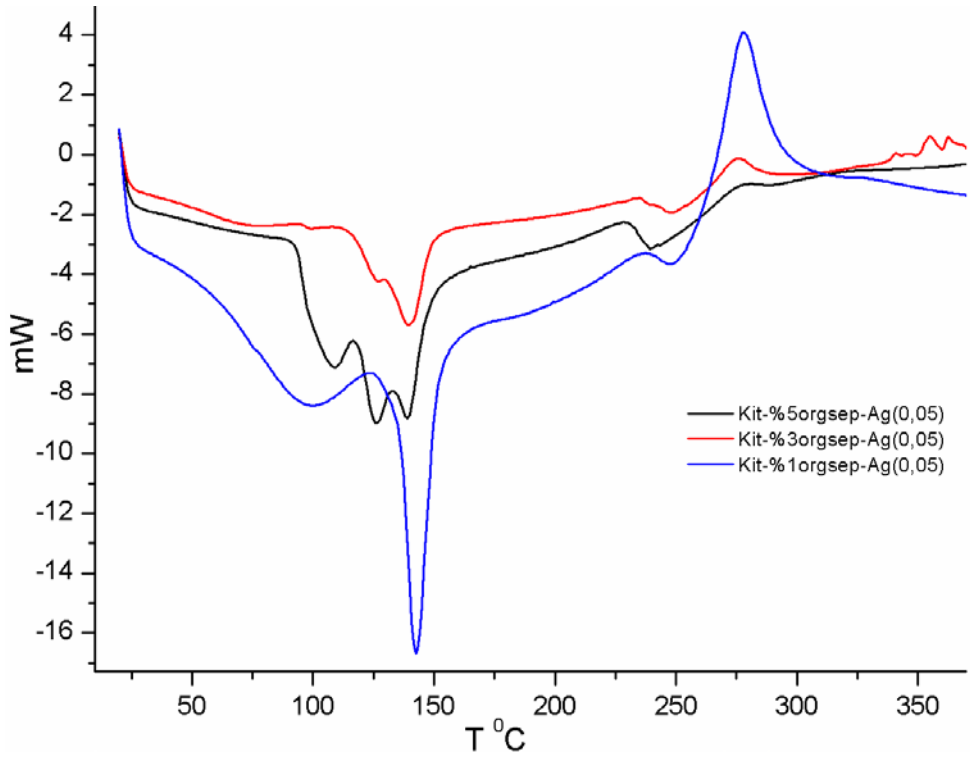
### 3.5.4. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin DSC analizi



Şekil 3.28. Kitosan/%3organosepiyolit/Ag kompozitlerinin DSC eğrileri



Şekil 3.29. Kitosan-%5organosepiyolit-Ag kompozitlerinin DSC eğrileri



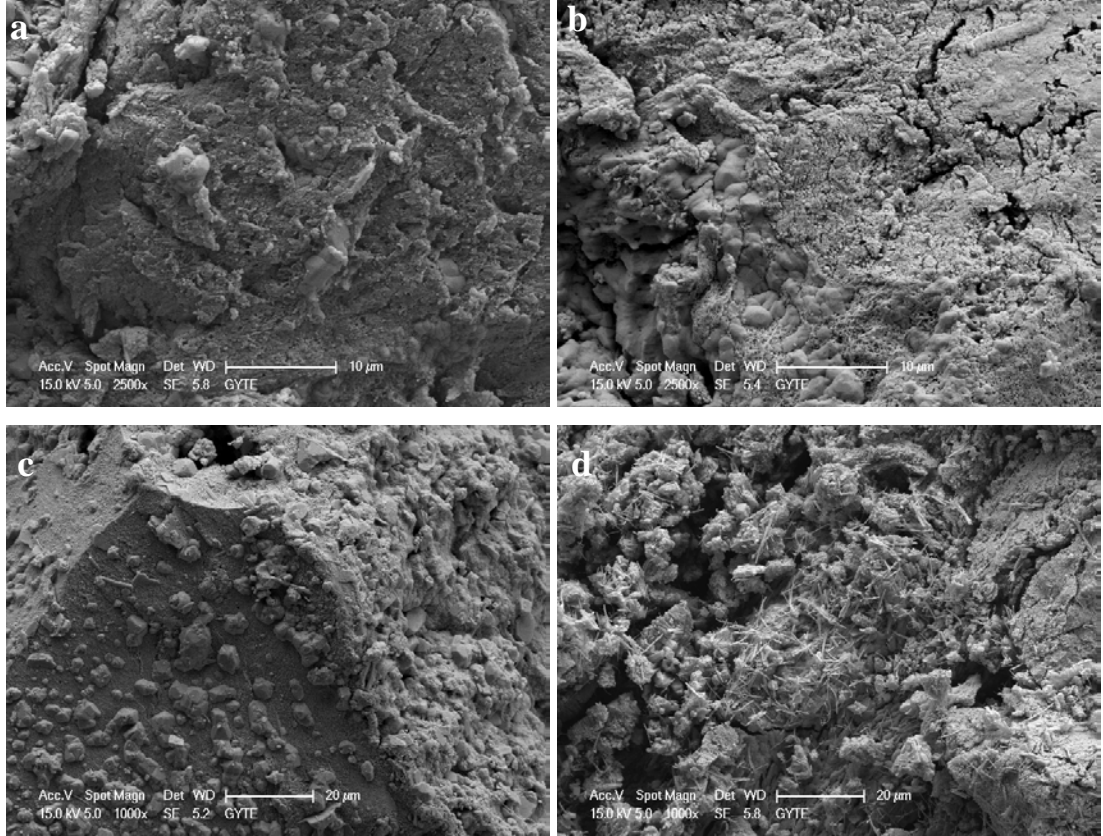
Şekil 3.30. %1, %3, %5'lik Kitosan/Organosepiyolit/Ag(0,05) kompozitlerinin DSC eğrileri

Tablo 3.1. Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitlerinin DSC verileri

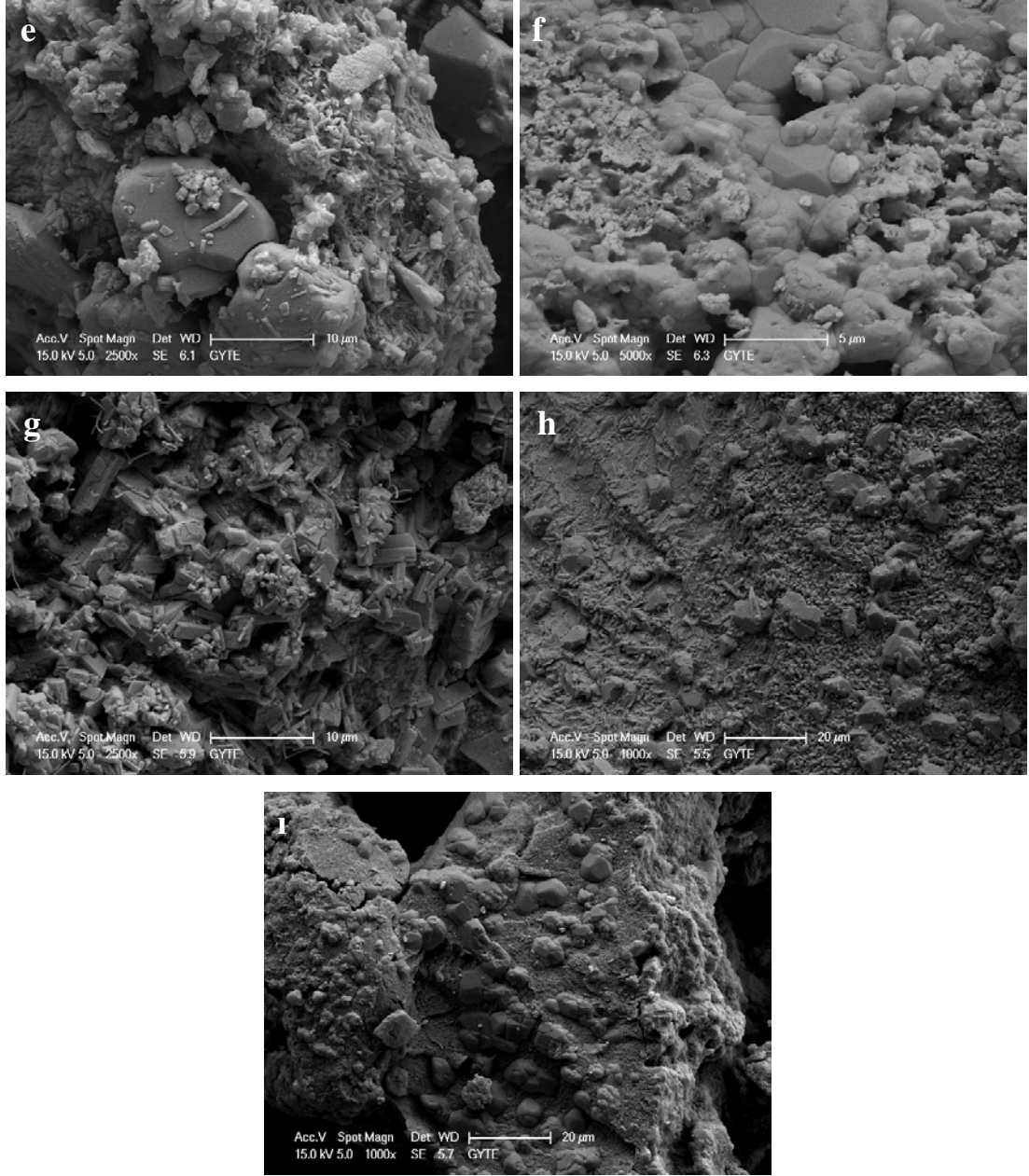
kompozitler	Bozunma Sıcaklığı (°C)
Kit/%1orgsep/Ag(0,05)	278,3
Kit/%3orgsep/Ag(0,1)	287,5
Kit/%3orgsep/Ag(0,05)	275,8
Kit/%3orgsep/Ag(0,025)	277,5
Kit/%5orgsep/Ag(0,1)	283,3
Kit/%5orgsep/Ag(0,05)	280,8
Kit/%5orgsep/Ag(0,025)	276,6

Kit/orgsep/Ag kompozitlerinin DSC eğrileri Şekil 3.28, 3.29 ve 3.30'da ve DSC verileri Tablo 3.1'de verilmiştir. Kit/%3orgsep/Ag(0,1) kompoziti en yüksek bozunma sıcaklığını göstermiştir. Kompozitlerdeki gümüş miktarının artmasıyla bozunma sıcaklığı yükselmiştir.

### 3.5.5. Kitosan/Organosepiyolit/Ag kompozitlerinin SEM analizi



Şekil 3.31. CS/orgsep/Ag kompozitlerin SEM görüntüleri



Şekil 3.31. (Devam) (a) CS/%1orgsep/Ag(0,025), (b) CS/%1orgsep/Ag(0,05), (c)CS/%1orgsep/Ag(0,1), (d)CS/%3orgsep/Ag(0,025), (e) CS%3orgsep/Ag(0,05), (f)CS/%3orgsep/Ag(0,1), (g) CS/%5orgsep/Ag(0,025), (h) CS/%5orgsep/Ag(0,05), (i) CS/%5orgsep/Ag(0,1) kompozitlerinin SEM görüntüleri

Şekil 3.31’de kitosan/organosilicat/gümüş kompozitlerinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM analizi sonucunda, gümüş parçacıklarının farklı boyutlara sahip olduğu ve gümüş miktarının az olduğu kompozitlerde (Ag-0,025) gümüş parçacıklarının homojen şekilde dağıldığı belirlenmiştir. Gümüş miktarının artmasıyla gümüş parçacıkları birbirine yakınlaşmış ve gümüşün en fazla olduğu (Ag-0,1) kompozitlerde bazı bölgelerde gümüş parçacıkları agregat oluşturmuşlardır.

%1'lik kompozitlerin SEM görüntülerinde modifiye edilmiş sepiyolit saptanamamıştır. %1'lik kompozitlerde organosepiyolit polimer içinde tabakalarına ayrılmış ve homojen dağılmıştır. %3'lük kompozitlerde ise organosepiyolit homojen dağılmış fakat tabakalarına ayrılamamış ve yapraklanmıştır. En fazla kil içeren kompozitlerde ise organosepiyolit tabakalar arası boşluğun açılmış olmasına rağmen polimer içinde homojen olarak dağılamamış ve agregatlar oluşturmuştur ve bu sonuçlar XRD ile de desteklenmektedir.

### 3.6. Antibakteriyel Duyarlılık Testleri

Tablo 3.2'de tez çalışmasında sentezlenen kompozitlerin antibakteriyel test sonuçları bulunmaktadır.

Tablo 3.2. Kompozitlerin antibakteriyel test sonuçları

Maddeler	Antibakteriyel inhibisyon çapları (mm)			
	S. aureus	E. faecalis	P. aeruginosa	E. coli
Sefotaksim	27	27	20	30
Kloramfenikol	20	20	-	25
Kitosan – PVI - Ag (0,1)	28	23	30	26
Kitosan – PVI - Ag (0,05)	21	20	20	20
Kitosan - PVI - Ag (0,025)	22	21	23	21
Kitosan –Orgkil(%1) – Ag (0,1)	22	22	30	30
Kitosan - Orgkil(%1) – Ag (0,05)	20	24	20	20
Kitosan - Orgkil(%1) – Ag (0,025)	22	22	22	22
Kitosan - Orgkil(%3) – Ag (0,1)	25	22	25	20
Kitosan - Orgkil(%3) – Ag (0,05)	28	25	30	23
Kitosan - Orgkil(%3) – Ag (0,025)	25	23	25	25
<b>Literatür ile karşılaştırma [3]</b>				
Kitosan/montmorillonit/Ag (%1)	8,4			11,1
Kitosan/montmorillonit/Ag (%2)	7,8			10,9
Kitosan/montmorillonit/Ag (%5)	6,8			9,7

#### 4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Patojenik mikroorganizmaların neden olduğu enfeksiyonlar, özellikle tıbbi cihazlar, ilaçlar, hastane malzemelerinin yüzeyleri, ameliyat ekipmanları, sağlık bakım ürünleri, hijyenik uygulamalar, su arıtma sistemleri, tekstil, gıdaların paketlenmesi ve saklanması gibi pek çok alanda endişe yaratmaktadır. Özellikle hastane enfeksiyonları, yatan hastalarda hastane de kalma süresini uzatmakta, hasta maliyetini arttırmakta ve bazen de hasta kaybedilebilmektedir. Genellikle bu enfeksiyonlarla, onların etkilerine duyarlı antimikrobiyal ajanlar kullanılarak savaşılmaktadır. Bu bağlamda, antimikrobiyal polimerler enfeksiyonların ortaya çıktığı alanların tümünde yaygın ve etkili bir şekilde kullanılmaktadırlar.

Mikroorganizmaların neden olduğu problemlerin çözümü amacıyla, antimikrobiyal aktiviteye sahip polimerlerin geliştirilmesi, üzerinde çok çalışılan bir alan haline gelmiştir. Antimikrobiyal polimerlerin uzun vadede aktivitelerini korumaları da bu ilgiyi arttırmaktadır.

Bu tez çalışmasında da antimikrobiyal özelliğe sahip polimerler, kil ve gümüş kullanılarak elde edilen kompozitlerin hem antimikrobiyal hem de termal özelliklerini geliştirmek amaçlanmıştır. Çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir:

1. Çalışmanın ilk kısmı olan kilin modifikasyonu işlemi sonucunda, XRD analiz sonuçlarından izlenebileceği gibi DTMA'nın kilin yapısına yerleştiği ve kilin tabakalar arası uzaklığının açılarak 12,73Å olduğu bulunmuştur.
2. PVI/Ag kompozitlerinin SEM analizleri sonucu kompozitlerde gümüş miktarının artmasıyla gümüş parçacıkların boyutunun küçüldüğü görülmüştür.
3. Kitosan, PVI'a -NH<sub>2</sub> grubundan bağlanmıştır. PVI/kitosan kopolimerin SEM görüntüsünde, PVI'ün iki ucuna kitosanın bağlandığı görülmektedir. PVI/CS/Ag kompozitlerinin DSC analizi sonucunda camsı geçiş sıcaklıkları yükselmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı en yüksek olan kompozit;



PVI/CS/Ag(0,05)dir. Bozunma sıcaklıkları da artan kompozitlerde maksimum bozunma sıcaklığına sahip olan PVI/CS/Ag(0,025)'dir ve bozunma sıcaklığı 318 °C'dir. Gümüş miktarının artmasıyla yapıya daha fazla gümüş katılmıştır, fakat gümüş parçacıkları artan oranla birlikte bazı bölgelerde bir araya gelerek agregatlar oluşturmuşlardır.

4. Üç farklı oranda organosepiyolit (%1, %3 ve %5) ve gümüş (0,025, 0,05 ve 0,1 ml) kullanılarak Kitosan-organosepiyolit-Ag kompozitleri sentezlenmiştir. %1'lik kompozitlerde, XRD analizinde organosepiyolite ait spesifik pik görülmemiştir. Killer tabakalarına ayrılarak polimer içinde homojen dağılmıştır, SEM görüntüleri de bunu desteklemektedir. %3'lük kompozitlerde kilin tabakalar arası boşluğu artmış fakat tam olarak ayıramamıştır, polimer içinde ise homojen dağılmıştır XRD deseninde sepiyolit piki düşük şiddette görülmektedir. SEM görüntülerinde ise killerin yapraksı yapıda olduğu anlaşılmaktadır. %5'lik kompozitte ise killerin tabakalar arası boşluğunun biraz arttığı fakat polimer içinde dağılmayarak agregat oluşturduğu XRD analizinden anlaşılmaktadır, SEM görüntüleri de bu bulguyu desteklemektedir.
5. UV-vis spektroskopisi ile gümüş analizi yapılmış ve Kitosan/organosepiyolit/Ag kompozitlerinde gümüş miktarının artmasıyla yapıya daha fazla gümüşün yerleştiği bulunmuştur. XRD analiziyle bu sonuç desteklenmiş ve XRD deseninde gümüşün spesifik pikleri de olduğu için gümüşün yapısı değişmeden kompozit oluşturmuştur. Gümüş miktarı 0,025 olan kompozitlerde gümüş parçacıkları homojen dağılım gösterirken, en fazla gümüşün olduğu CS/orgsep/Ag(0,1) kompozitlerinde gümüş parçacıkları bazı bölgelerde homojen olarak dağılamamış ve agregatlar oluşturmuşlardır.
6. DSC analiz sonuçlarına göre, kompozitler saf kitosana göre daha düşük sıcaklıkta bozunmaktadırlar. Saf kitosanın bozunma sıcaklığı 306 °C iken en yüksek bozunma sıcaklığına sahip olan CS/%3orgsep/Ag(0,1) kompozitinin bozunma sıcaklığı 287,5 °C'dir.
7. Sonuç olarak; tüm kompozitlerde gümüş miktarının artmasıyla daha fazla gümüş parçacığı yapıya eklenmiştir fakat gümüş miktarının artmasıyla bazı bölgelerde dağılımın homojenliği azalmış ve gümüş parçacıkları belli bölgelerde agregatlar

oluşturmuşlardır. PVI/CS/Ag kompozitlerinde yapıdaki gümüş miktarının artmasıyla bozunma sıcaklığı azalmıştır. CS/orgsep/Ag kompozitlerinde ise gümüş miktarının artmasıyla kompozitlerin bozunma sıcaklıkları da artmıştır.

8. %1'lik kil içeren CS/orgsep/Ag kompozitlerinde kil tabakalarına ayrılmış ve homojen dağılmıştır. Kil miktarının artmasıyla, kilin tabakalarına ayrılması zorlaşmış ve %5'lik CS/orgsep/Ag kompozitlerinde kil tabakaları ayrılmamış ve yapıda heterojen şekilde dağılarak belli bölgelerde agregatlar oluşturmuşlardır.
9. Antibakteriyel duyarlılık testi yapılan tüm kompozitler *P. aeruginosa*'ya duyarlıdır. Bunun dışında CS/%1orgsep/Ag(0,05mL) kompoziti *E.coli*'ye, CS/%3orgsep/Ag(0,05mL) kompoziti *S. aureus* duyarlıdır.

Bu çalışmada hazırlanan kompozitlerdeki gümüş miktarları; 0,1, 0,05 ve 0,025 mL (0,5 mol/L'lik AgNO<sub>3</sub> çözeltisi kullanıldı)'dir. Daha düşük miktarda gümüş içeren kompozitler sentezlenerek antibakteriyel özelliklerin yanında fiziksel özelliklere de bakılabilir.

Ülkemizde bol miktarda bulunan ve doğal olan sepiyolit kullanılarak PVI/organokil kompozitleri sentezlenip antibakteriyel özellikleri araştırılabilir. PVI'den başka imidazol grubu içeren antibakteriyel özelliğe sahip polimerler kitosana aşılabilir ve sepiyolit ve gümüş kullanılarak farklı kompozitler elde edilerek fiziksel ve antibakteriyel özellikleri incelenebilir.

## KAYNAKLAR

- [1] Caner H., Yılmaz E., Yılmaz O., Synthesis, characterization and antibacterial activity of poly(*N*-vinylimidazole) grafted chitosan, *Carbohydrate Polymers*, 2006, **69**, 318-325.
- [2] An J., Yuan X., Luo Q., Wang D., Preparation of chitosan-graft-(methyl methacrylate)/Ag nanocomposite with antimicrobial activity, *Polymer International*, 2010, **59**, 62–70.
- [3] Shamelı K., Bin Ahmad M., Zargar M., Yunus W. M. Z. W., Ibrahim N. A., Shabanzadeh P., Moghaddam M. G., Synthesis and characterization of silver/montmorillonite/chitosan bionanocomposites by chemical reduction method and their antibacterial activity, *International Journal of Nanomedicine*, 2011, **6**, 271–284.
- [4] Zhou N., Liu Y., Li L., Meng N., Huang Y., Zhang J., Wei S., Shen J., A new nanocomposite biomedical material of polymer/Clay–Cts–Ag nanocomposites, *Current Applied Physics*, 2007, **7**, e58–e62.
- [5] Nigmatullin R., Gao F., Konovalova V., Polymer-layered silicate nanocomposites in the design of antimicrobial materials, *J. Mater. Sci.*, 2008, **43**, 5728-5733.
- [6] Munoz-Bonilla A., Fernandez-Garcia M., Polymeric materials with antimicrobial activity, *Progress in Polymer Science*, 2012, **37**, 281-339.
- [7] Kenawy E., Worley S. D., Broughton R., The chemistry and applications of antimicrobial polymers: A state-of-the-art Review, *Biomacromolecules*, 2007, **8**, 1359-1384.
- [8] Rodriguez M. A. V., Gonzalez J. D. L., Munoz M. A. B., Acid activation of a Spanish sepiolite, physicochemical characterization, free silica content and surface area of the solids obtained, *Clay Minerals*, 1994, **29**, 361-367.
- [9] Grim R. E., *Clay Mineralogy*, 2nd ed., McGraw-Hill, New York, 1968.
- [10] Sarıkaya Y., Biçer N., Biçer C., Isıl aktivasyonun dolomitli bir sepiyolitın adsorplama özellikleri üzerine etkisi, *II.Ulusal Kil Sempozyumu*, Ankara, 24-27 Eylül 1985.
- [11] Alvarez A., Sepiolite: Properties and uses, In: A. Singer and E. Galan, eds. palygorskite and sepiolite occurrence, genes fis and uses, *Developments in Sedimentology*, 1984, **37**, 253-287.

- [12] Balkan R., Bentonit, kaolin ve sepiyolitün bazı organik molekülleri absorplamasının infrared incelemeleri, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2006, 184087.
- [13] Searle A. B., Grimshaw R.W., *The Chemistry and physics of clays and other ceramic materials*, 4th ed., Ernest Benn limited, London, 1971.
- [14] Günhan G., Bazı boyar maddelerin sepiyolit üzerindeki adsorpsiyonunun incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, 2006, 202403.
- [15] Serna C. J., Vanscoyoc G. E., Infrared study of sepiolite and palygorskite surfaces, *Developments in Sedimentology*, 1979, **27**, 197-206.
- [16] Nagy B., Bradley W. F., The structural schema of sepiolite. *American Mineralogist*, 1955, **40**, 885-892.
- [17] Rytwo G., Tropp D., Serban C., Adsorption of diquat, paraquat and methyl green on sepiolite: experimental results and model calculations. *Applied Clay Science*, 2002, **20**, 273-282.
- [18] Yariv S., Cross H., In *Organo-clay complexes and interactions*, 1st ed., CRC press, New York, 2001.
- [19] Çınar M., Anyonik reaktiflerin sepiyolit tarafından adsorplanma mekanizması, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 1998, 75415.
- [20] Sabah E., Çelik M. S., Sepiyolit: özellikleri ve kullanım alanları, *3. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, İzmir, 14-15 Ekim 1999.
- [21] Merinska D., Malac Z., Pospisil M., Weiss Z., Chemielova M., Capkova P., Simonik J., Polymer/clay nanocomposites on MMT/ODTA intercalates, *Comp. Interf.*, 2002, **9**, 529-540.
- [22] Markarian J., Automotive and packaging offer growth opportunities for nanocomposites, *Plastics, Additives and Compounding*, 2005, **7**, 18-21.
- [23] Laird D. A., Evaluation of structural formulae and alkylammonium methods determining layer charge, layer charge characteristic of 2:1 silicate clay minerals, *The Clay Mineral Society*, 1994, **6**, 81-101.
- [24] Ray S. S., Okamoto M., Polymer/Layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing, *Progress in Polymer Scienci*, 2003, **28**, 1539-1641.
- [25] Lagaly G., Weiss A., Determination of the layer charge in mica-type layer silicates: in mica-type layer silicates, *Proc. Int. Clay Conf.*, Tokyo, 1969.
- [26] Kawamura Y., Yoshida H., Asai S., Kurahashi I., Tanibe H., Effect of chitosan concentration and precipitation bath concentration on the material

- properties of porous crosslinked chitosan beads, *Separation Science and Technology*, 1997, **32**, 1959-1974.
- [27] Kumar M. N. V. R., A review of chitin and chitosan applications, *Reactive and Functional Polymers*, 2000, **46**, 1-27.
- [28] Khor E., *Chitin, Fulfilling a Biomaterials Promise*, 6th ed., Elsevier Science Ltd., Amsterdam, 2001.
- [29] Prashanth K. V. H., Tharanathan R. N., Chitin/ chitosan: modifications and their unlimited application potentialdan overview, *Trends in Food Science and Technology*, 2007, **18**, 117-131.
- [30] Knaul J. Z., Hudson S. M., Creber K. M., Crosslinking of chitosan fibers with dialdehydes: proposal of a new reaction mechanism, *Journal of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 1999, **37**, 1079–1094.
- [31] Vilchez S., Jovancic P., Manich A. M., Julia M. R., Erra P., Chitosan application on wool before enzymatic treatment, *Journal of Applied Polymer Science*, 2005, **98**, 1938-1946.
- [32] Demir A., Seventekin N., Kitin, kitosan ve genel kullanım alanları, *Electronic Journal of Textile Technologies*, 2009, **3**, 92-103.
- [33] Sunil A. A., Mallikarjuna N. N., Tejraj M., Recent advances on chitosan-based micro- and nanoparticles in drug delivery, *Journal of Controlled Release*, 2004, **100**, 5-28.
- [34] Monterio O. A. C., Airoidi C., Some thermodynamic data on copper-chitin and copper-chitosan biopolymer interactions, *Journal of Colloid and Interface Science*, 1999, **212**, 212-219.
- [35] Ruprecht R., See “Chitin craze”, *Science News*, 1993, **144**, 72-74.
- [36] Raafat D., Barga K., Haas A., Sahl H. G., Insights into the mode of action of chitosan as an antibacterial compound. *Applied and Environmental Microbiology*, 2008, **74**, 3764.
- [37] Mazyar N. L., Annenkov V. V., Kruglova V. A., Anan’ev S. M., Danilovtseva E. N., Rokhin A. V., Zinchenko S. V., Acid-base properties of poly(1-vinylazoles) in aqueous solution, *Russian Chemical Bulletin, International Edition*, 2000, **49**, 2013-2017.
- [38] Tekin N., Kadıncı E., Demirbaş Ö., Alkan M., Kara.A., Adsorption of polyvinylimidazole onto kaolinite, *Journal of colloid and Interface Science*, 2006, **296**, 472-479.
- [39] Lansdown A. B. G., *Silver in healthcare: its antimicrobial efficacy and safety in use*, 1st ed., Royal Society of Chemistry Cambridge, UK, 2010.

- [40] Kirk R. E., Othmer D.F., *Encyclopedia of chemical technology*, 5th ed., The Interscience Encyclopedia Inc., New York, 2007.
- [41] Dadosh T., Synthesis of uniform silver nanoparticles with a controllable size, *Materials Letters*, 2009, **63**, 2236–2238.
- [42] Pinnavaia T. J., Beall G. W., *Polymer-clay nanocomposites*, 1st ed., Wiley Series in Polymer Science, New York, 2000.
- [43] Ishida H., Campbell S., Blackwell, J., General approach to nanocomposite preparation, *Chemistry of Materials*, 2000, **12**, 1260-1267.
- [44] Özkaraka G. T., Köytepe S., Adıgüzel G., Seçkin T., Polimer tabakalı silikat nanokompozitlerinin hazırlanması ve dielektrik özelliklerinin incelenmesi, *XXI. Ulusal Kimya Kongresi*, Malatya, 23-27 Ağustos 2007.
- [45] Durmuş A., Poliolefin nanokompozitlerin hazırlanması, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2006, 178220.
- [46] Gao F., Clay/polymer composites: the story, *Materials Today*, 2004, **7**, 50-55.
- [47] Alexandre M., Dubois P., Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class of materials, *Materials Science and Engineering*, 2000, **28**, 1-63.
- [48] Kornmann X., Synthesis and characterization of thermoset-clay nanocomposites, *Lulea University of Technology*, Lulea, Sweden, 2001.
- [49] Cammarano, S., Study of annealing and orientation effects on physical properties of PLA based nanocomposite films, Doktora Tezi, Università' Degli Studi Di Napoli, 2010.
- [50] İşçi S., Kil/PVI ve organokil/PVI nanokompozitlerin sentezi ve karakterizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 2007, 216816.
- [51] Ray S., Okamoto K., Okamoto M., Structure-property relationship in biodegradable poly(butylene succinate)/layered silicate nanocomposites, *Macromolecules*, 2003, **36**, 2355-2367.
- [52] Goettler L. A., Lee K. Y., Thakkar H., Layered silicate reinforced polymer nanocomposites: development and applications, *Polymer Reviews*, 2007, **47**, 291– 317.
- [53] Shameli K., Bin Ahmad M., Yunus W. M. Z. W., Ibrahim N. A., Jokar R. A. R. M., Darroudi M., Silver/poly(lactic acid) nanocomposites: preparation characterization and antibacterial activity, *International Journal of Nanomedicine*, 2010, **5**, 573-579.

- [54] Honary S., Ghajar K., Khazaeli P., Shalchian P., Preparation, characterization and antibacterial properties of silver-chitosan nanocomposites using different molecular weight grades of chitosan, *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 2011, **10**, 69-74.
- [55] Bin Ahmed M., Shameli K., Darroudi M., Yunus W., Hamid N., Zargar M., Synthesis and antibacterial activity of silver/montmorillonite nanocomposites, *Research Journal of Biological Sciences*, 2009, **4**, 1032-1036.
- [56] Yilgor N., Liu Y., Li L., Meng N., Huang Y., Zhang J., Wei S., Shen J., A new nanocomposite biomedical material of polymer/Clay-Cts-Ag nanocomposites, *Current Applied Physics*, 2007, **751**, e58-e62.
- [57] Sanpui P., Murugadoss A., Prasad D., Ghosh S.S., Chattopadhyay A., The antibacterial properties of a novel chitosan-Ag-nanoparticle composite, *International Journal of Food Microbiology*, 2008, **124**, 142-146.
- [58] Shameli K., Bin Ahmad M., Yunus W., Rustaiyan A., Zargar M., Abdollahi Y., Green synthesis of silver/montmorillonite/chitosan bionanocomposites using the UV irradiation method and evaluation of antibacterial activity, *International Journal of Nanomedicine*, 2010, **5**, 875-887.
- [59] Gürbüz O., Sahan Y., Kara A., Osman B., In-vitro characterization of antimicrobial effect of polyvinylimidazole, *Hacettepe Journal of Biology and Chemistry*, 2009, **37**, 353-357.
- [60] Sabaa M.W., Mohamed N.A., Mohamed R.R., Khalil N.M., Latif M.E., Synthesis, characterization and antimicrobial activity of poly (N-vinyl imidazole) grafted carboxymethyl chitosan, *Carbohydrate Polymers*, 2010, **79**, 998-1005.
- [61] Soykan C., Coşkun R., Delibaş A., Microbial screening of copolymers of N-vinylimidazole with phenacyl methacrylate: synthesis and monomer reactivity ratios, *Journal of Macromolecular Science, Part A: Pure and Applied Chemistry*, 2005, **42**, 1603-1619.
- [62] Garg G., Chauhan G.S., Gupta R., Ahn J.H., Anion effects on anti-microbial activity of poly[1-vinyl-3-(2- sulfoethyl imidazolium betaine)], *Journal of Colloid and Interface Science*, 2010, **344**, 90-96.
- [63] Saravanan S., Selvan P.S., Gopal N., Gupta J.K., De B., Synthesis and antibacterial activity of some imidazole-5-(4H)one derivatives, *Arch. Pharm. Chem. Life Sci*, 2005, **338**, 488-492.
- [64] Genç F., Quaternization of poly(1-vinylimidazole) hydrogel and its use in anion adsorption, Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2007, 216366.
- [65] Wikler M. A., Cockerill F. R., *Methods for dilution antimicrobial susceptibility tests for bacteria that grow aerobically*, 7th Ed., Clinical Laboratory Standards Institute, USA, 2006.

- [66] Alkan M., Tekin G., Namli H., FTIR and zeta potential measurements of sepiolite treated with some organosilanes, *Microporous and Mesoporous Materials*, 2005, **84**, 75-83.
- [67] Gök Ö., Özcan A. S., Özcan A., Adsorption kinetics of naphthalene onto organo-sepiolite from aqueous solutions, *Desalination*, 2008, **220**, 96-107.
- [68] Liu X. F., Guan Y. L., Yang D. Z., Li Z., Yao K. D., Antibacterial action of chitosan and carboxymethylated chitosan, *Journal of Applied Polymer Science*, 2001, **79**, 1324–1335.
- [69] Martinot L., Leroy D., Jerome C., Leruth O., Complexation of uranyl ion by polyvinylimidazole: electrochemical preparation and leaching tests investigation, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 1997, **224**, 71-76.
- [70] Wang S. F., Shen L., Tong Y. J., Chen L., Phang I. Y., Lim P. Q., Liu T. X., Biopolymer chitosan/montmorillonite nanocomposites: Preparation and characterization, *Polymer Degradation and Stability*, 2005, **90**, 123-131.
- [71] Yu Y., Qi S., Zhan J., Wu Z., Yang W., Wu D., Polyimide/sepiolite nanocomposite films: preparation morphology and properties, *Materials Research Bulletin*, 2011, **46**, 1593-1599.



## KİŞİSEL YAYIN VE ESERLER

- [1] Tekin N., **Şafaklı A.**, Bingöl D., Process modeling and thermodynamics and kinetics evaluation of Basic Yellow 28 adsorption onto sepiolite, *Desalination and Water Treatment*, DOI: 10.1080/19443994.2014.893843.
- [2] Bingöl D., Tekin N., **Şafaklı A.**, Evaluation of basic Yellow 28 dye adsorption onto sepiolite by using central composite desing. *First International Conference on New Trends in Chemometrics and Applications*, Antalya, Turkey, 8-11 October 2011.
- [3] Tekin N., **Şafaklı A.**, Polivinilimidazol/Organosepiyolit kompozitlerinin hazırlanması ve karakterizasyonu, *IV. Ulusal Polimer Bilim ve Teknoloji kongresi*, Çanakkale, Türkiye, 5-8 Eylül 2012.
- [4] Tekin N., **Şafaklı A.**, Öztoksoy M. E., Boynukara H., Sulu çözeltilerden sepiyolit yüzeyine Brillant Yellow boyar maddesinin adsorpsiyonu, *III. Fiziksel Kimya Günleri*, Balıkesir, Türkiye, 12-15 Temmuz 2012.
- [5] Tekin N., **Şafaklı A.**, Kitosan/Organosepiyolit/gümüş nanokompozitlerinin hazırlanması, karakterizasyonu ve antimikrobiyal özelliklerin incelenmesi, *IV. Fiziksel Kimya Günleri*, Denizli, Türkiye, 5-8 Haziran 2014.

## **ÖZGEÇMİŞ**

1984 yılında Tarsus'ta doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Tarsus'ta tamamladı. 2005 yılında girdiği Dokuz Eylül Üniversitesi Buca Eğitim Fakültesi Kimya Öğretmenliği bölümünden 2010 yılında Kimya Öğretmeni olarak mezun oldu. 2011 yılında Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı'nda Fizikokimya üzerine başladığı yüksek lisans eğitimine halen devam etmektedir.