

**ATIKTAN GERİ KAZANIM YOLU İLE ELDE  
EDİLEN METAL NAFTENATLARIN TEKSTİL  
TERBİYESİNDE KULLANIMI**

**Merve DEĞİRMENCİOĞLU**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Yrd. Doç. Dr. Aylin YILDIZ**

**2013**

T.C.  
NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ATIKTAN GERİ KAZANIM YOLU İLE ELDE EDİLEN METAL NAFTENATLARIN  
TEKSTİL TERBİYESİNDE KULLANIMI

Merve DEĞİRMENCİOĞLU

TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: YRD. DOÇ. DR. AYLİN YILDIZ

TEKİRDAĞ-2013

Her hakkı saklıdır

Yrd. Doç. Dr. Aylin YILDIZ danışmanlığında, Merve DEĞİRMENCİOĞLU tarafından hazırlanan ‘Atıktan Geri Kazanım Yolu ile Elde Edilen Metal Naftenatların Tekstil Terbiyesinde Kullanımı’ adlı çalışma aşağıdaki jüri tarafından. Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Juri Başkanı : Yrd. Doç. Dr. Aylin Yıldız

*İmza :*

Üye : Doç. Dr. Rıza Atav

*İmza :*

Üye : Doç. Dr. A. Dilara Koçak

*İmza :*

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Fatih KONUKCU

**Enstitü Müdürü**

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### ATIKTAN GERİ KAZANIM YOLU İLE ELDE EDİLEN METAL NAFTENATLARIN TEKSTİL TERBİYESİNDE KULLANIMI

Merve DEĞİRMENCİOĞLU

Namık Kemal Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Aylin YILDIZ

Bu yüksek lisans tez çalışması üç aşamadan oluşmaktadır. Çalışmanın birinci bölümünde naftenik asitler farklı metaller ile reaksiyona sokulmuştur. Farklı metal naftenatlar (metal siklo hekzan monokarboksilatlar ve metal siklo hekzan dikarboksilatlar) elde edilmiştir. Elde edilen bu metal naftenatların kimyasal yapısı spektrofotometrik yöntemler ile aydınlatılmıştır (IR ve NMR).

Çalışmanın ikinci bölümünde ise, elde edilen bakır, kobalt ve nikel naftenatların ultrason teknolojisinden faydalanılarak tekstil sektöründe boyarmadde olarak kullanılabilirliği incelenmiştir. Bunun için farklı metal içerikli bu boyarmaddelerin her birinin ultrasonik banyoda; boyarmadde miktarı, dispergatör miktarı ve pH'a bağlı olarak çözünürlükleri incelenmiştir. Burada ultrason teknolojisinin kullanılmasının amacı, metal naftenatların boyama banyosundaki çözünürlüklerinin artırılmasıdır. En düzgün boyama yün kumaşa sağlanmıştır. Optimum koşullar çerçevesinde farklı metal naftenatlar ile boyanan kumaşlara kanserojen, alerjen ve haslık testleri yapılmıştır. Ayrıca naftenatlar ile yapılan boyama işlemi sonrası tekstil atık boyama suyunun çevresel açıdan değerlendirilmesi amacı ile tekstil atık suları için önemli parametreler olan bulanıklık, pH, Askıda Katı Madde ve Kimyasal Oksijen İhtiyacı değerleri incelenmiştir.

Çalışmanın son aşamasında ise bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş naftenatlar emdirme yöntemine göre pamuklu kumaşlara applike edilmiş olup, bu metal naftenatların antibakteriyel özellikleri araştırılmıştır. AATCC 147 standardı çerçevesinde antibakteriyel test yapılmış olup, kumaşa yıkamadan önce ve 3, 5, 10, 15 ve 20 yıkama sonrası antibakteriyel etkinin devam edip etmediği incelenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** naftenik asit, metal naftenat, boyarmadde, ultrason, antibakteriyel

## **ABSTRACT**

MSc. Thesis

### **WASTE RECYCLING TEXTILE FINISHING OBTAINED BY THE USE OF METAL NAPHTHENATES**

Merve DEĞİRMENCİOĞLU

Namık Kemal University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Textile Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Aylin YILDIZ

In this graduate license thesis study was planned to take place in three stages. Firstly naphthen acid created by the by-fractions of petrol was create the metal and metal naphthenats compound (CycleHexane Mono carboxylates, CycleHexane Di carboxylates). The structure of this compound was researched by spektrophotometric ways (IR and NMR).

Secondly, for this dying element three different factors were observed. The initial stage of this study was to research the availability of the usage of the copper, cobalt and nickel naphthenats which was made by the reaction of the naphthen acids and some metal compounds in the dying by ultrasound method in textile. These were the amount of the dying material amount of the dispergator and the pH levels. Ultrasonicenergy was used in dyeingmethod too. Dying was to effectedwool fabrics were observed. Tests were performed in order to determine whether the dye has carcinogenic, allergy and fastness effect. Also the metal naphthenats with doneat dyeing process, then textile wastewater was done pH, Suspended Solids and Chemical Oxygen Demand tests for environmentally result.

Finally, for this aim, complex compounds with copper, zinc, cobalt, nickel, potassium,sodium and silver naphthenats were applied into cotton fabric by padding process, and antibacterial effects of them were evaluated. After application process, antibacterial test was applied to AATCC 147 agar diffusion test method on cotton fabric before washing and after 3-5-10-15-20 washings.

**Keywords:** naphthen acid, metal naphthenant, dye stuff, ultrasonic, antibacterial

**2013, 72 pages**

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmamın gerçekleştirilmesinde benden her konuda bilgi ve desteklerini esirgemeyen değerli danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Aylin YILDIZ'a teşekkürlerimi sunarım. Ayrıca geniş bilgi, tecrübe ve yönlendirmeleriyle bana yardımcı olan saygıdeğer hocam Doç. Dr. Rıza ATAV'a teşekkür ederim. Antibakteriyel testlerin yapılmasında bana gerekli laboratuvar olanaklarını sağlayan Yrd. Doç. Dr. Dumrul GÜLEN ve Yrd. Doç. Dr. Ayşe Demet KAYA ve Ar. Gör. Mine AYDIN'a teşekkür ederim. Aynı zamanda bu antibakteriyel testi gerçekleştirmemde gerekli olan tüm araç ve gereçleri sağlayan Uzman Doktor Murat YEŞİLYURT'a teşekkür ederim. Bu yüksek lisans tezimi hazırlamamdadatkılarından dolayıdeğerli hocam Ar. Gör. Aylin AKYILDIZA'a da teşekkürü bir borç bilirim.

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesi için gerekli olan haslık testlerinin yapılmasında ve spektrofotometrenin kullanılmasında desteklerini esirgemeyen DENGİ KİMYA A.Ş. teşekkürlerimi sunarım. TÜBİTAK ve NKÜ BAP'a verdikleri proje desteğinden ötürü teşekkür ederim.

Son olarak da her zaman maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen babam Güven ÖZTAŞ'a ve eşim Cihan DEĞİRMENCİOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

## SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<sup>1</sup> H NMR	<sup>1</sup> H Nükleer magnetik rezorans spektroskopisi
Hz	Hertz
Kay.	Kaynak
L	Litre
mL	Mililitre
mg	Miligram
mm	Milimetre
EPR	Elektron Paramagnetik Rezorans
Me	Metal
°C	Santigrat
I.R.	Infrared Spektroskopisi
ppm	Part per million
g	Gram
GHz	Giga Hertz
MHz	Mega Hertz
nm	nanometre
km/h	kilometre/saat
bm	boyarmadde
cm	santimetre
PA	poliamid
PES	poliester
PAN	poliakrilnitril
g/L	gram/litre

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ .....	iv
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xii
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2.NAFTENATLAR.....</b>	<b>2</b>
<b>3.TEKSTİL BOYAMACILIĞINDA KULLANILAN BOYARMADDELER .....</b>	<b>12</b>
<b>4.ANTİBAKTERİYEL BİTİM İŞLEMLERİ VE KULLANILAN AJANLAR.....</b>	<b>15</b>
<b>5.MATERYAL VE METOD .....</b>	<b>24</b>
5.1 Materyal .....	25
5.1.1 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan alerjik test.....	26
5.1.2 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan kanserojen test .....	26
5.1.3 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan haslık testleri.....	26
5.1.4 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşların dCIELab ölçümleri ve K/S değerleri.....	27
5.1.5 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda yapılan boyama sonrası boyama atık suyunun çevresel açıdan değerlendirilmesi .....	27
5.1.6 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan antibakteriyel testler .....	27
5.2 Metod.....	28
5.2.1 Boyarmaddeve antibakteriyel ajan sentezi .....	28
5.2.2 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanması .....	31
5.2.3 Sentezlenen boyarmaddelerin çeşitli liflerin boyanmasında kullanılabilirliğinin incelenmesi .....	32



5.2.4 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar için optimum antibakteriyel aktivite koşullarının saptanması.....	32
<b>6. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA .....</b>	<b>33</b>
6.1 Sentezlenen Boyarmaddelerin ve Antibakteriyel Ajanların Karakterizasyonuna İlişkin Sonuçlar.....	33
6.1.1 IR spektrumu .....	33
6.1.2 NMR spektrumu .....	34
6.2 Sentezlenen Boyarmaddeler için Optimum Çözünme Koşullarının Saptanmasına İlişkin Sonuçlar.....	36
6.2.1 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında boyarmadde konsantrasyonunun etkisi.....	36
6.2.2 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında pH'ın etkisi.....	40
6.2.3 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında dispergatrörün etkisi .....	43
6.3 Kumaş Boyama Deney Sonuçları.....	47
6.4. Sentezlenen Boyarmaddeler ile Optimum Koşullarda Boyanan Yün Kumaşlara Yapılan Testlerin Sonuçları.....	50
6.4.1. Alerjik test .....	50
6.4.2. Kanserojen testi .....	50
6.4.3. Haslık testleri.....	50
6.4.4. dCIELab ölçümleri ve K/S değerleri .....	52
6.4.5. Naftenatların Boyama Suyunun Çevresel Açından Değerlendirilmesi .....	53
6.5 Sentezlenen Antibakteriyel Ajanlar için Optimum Antibakteriyel Aktivite Koşullarının Saptanmasına İlişkin Sonuçlar .....	54
6.5.1 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar için optimum madde konsantrasyonlarının saptanması .....	54
6.6 Sentezlenen Antibakteriyel Ajanlar ile Boyanan Kumaşların AATCC 147 Standardına Göre Antibakteriyel Test Sonuçları .....	55

<b>7. TARTIŞMA VE SONUÇ .....</b>	<b>65</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>67</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>72</b>

Şekil 5.1. Naftenatların ekstraksiyon düzeneği görüntüsü (Yıldız ve ark. 2012).....	30
Şekil 6.1. Bakır Siklo Hekzan Monokarboksilat bileşiğinin IR sonucu.....	33
Şekil 6.2. Bakır Siklo Hekzan Dikarboksilat bileşiğinin IR sonucu .....	34
Şekil 6.3. Bakır Siklo Hekzan Monokarboksilat Bileşiğinin NMR sonucu .....	35
Şekil 6.4.. Bakır Siklo Hekzan Dikarboksilat Bileşiğinin NMR sonucu.....	35
Şekil 6.5. Gümüş monokarboksilat (gümüş naftenat) aplike edilmiş pamuklu kumaşların değişik büyütme oranlarında (X100, X1000, X5000) SEM görüntüleri .....	36
Şekil 6.6. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakırmonokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	37
Şekil 6.7. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	37
Şekil 6.8. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	37
Şekil 6.9. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	37
Şekil 6.10. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	38
Şekil 6.11. pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	38
Şekil 6.12. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39
Şekil 6.13. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39
Şekil 6.14. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39
Şekil 6.15. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39

Şekil 6.16. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39
Şekil 6.17. pH7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	39
Şekil 6.18. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilatçözeltilerine ait görüntüler .....	40
Şekil 6.19. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilatçözeltilerine ait görüntüler .....	41
Şekil 6.20. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilatçözeltilerine ait görüntüler .....	41
Şekil 6.21. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilatçözeltilerine ait görüntüler .....	41
Şekil 6.22. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	41
Şekil 6.23. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	42
Şekil 6.24. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri.....	42
Şekil 6.25. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri.....	42
Şekil 6.26. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri..	42
Şekil 6.27. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri.....	42
Şekil 6.28. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri.....	43
Şekil 6.29. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH’ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri.....	43
Şekil 6.30 pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	44

Şekil 6.31. pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler.....	44
Şekil 6.32. pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	44
Şekil 6.33. pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler ...	45
Şekil 6.34. pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	45
Şekil 6.35. pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler .....	45
Şekil 6.36. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	45
Şekil 6.37. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	46
Şekil 6.38. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	46
Şekil 6.39. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	46
Şekil 6.40. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	46
Şekil 6.41. pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri .....	46
Şekil 6.42. Yünlü kumaşı boyama grafiği .....	48
Şekil 6.43. pH 7’de 2 g/L Bakır monokarboksilat+1 g/L Dispergatör+1 g/L egalizatör ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü.....	48

Şekil 6.44. pH 7’de 6 g/L Bakır dikarboksilat+1 g/L Dispergator+1 g/L egalizator ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü.....	48
Şekil 6.45. pH 7’de 10 g/L Kobalt monokarboksilat ve dikarboksilat+0,5 g/L Dispergator+1 g/L egalizator ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü .....	48
Şekil 6.46. pH 7’de 10 g/L Nikel monokarboksilat ve dikarboksilat+0,5 g/L Dispergator+1 g/L egalizator ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü .....	49
Şekil 6.47.BakırMonokarboksilat İle Yün Lifinin Bağlanma Mekanizması.....	49
Şekil 6.48.Bakır Dikarboksilat İle Yün Lifinin Bağlanma Mekanizması .....	49
Şekil 6.49. Bakır monokarboksilat applike edilen kumaşın <i>S.aureus</i> ’a karşı yıkamasız (soldaki) ve 3 yıkama sonrası (sağdaki) göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü .....	57
Şekil 6.50. Bakır monokarboksilat applike edilen kumaşın <i>B. subtilis</i> ’a karşı yıkamasız, 3, 5 ve 10 yıkama (soldan sağa doğru) sonrası göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü...	57
Şekil 6.51. Bakır monokarboksilat applike edilen kumaşın <i>E.coli</i> ’ye karşı yıkamasız (solda) ve 3 yıkama sonrası (sağda) göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü .....	59
Şekil 6.52. Bakır monokarboksilat applike edilen kumaşın <i>K. pneumoniae</i> ’a karşı yıkamasız, 3, 5 ve 10 yıkama (soldan sağa doğru) sonrası göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü .....	59

Çizelge5.1. Boyarmadde olarak elde edilen metal siklo hekzan monokarboksilat ve dikarboksilatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri .....	29
Çizelge5.2.Antibakteriyel ajan olarak elde edilen metal naftenatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri .....	29
Çizelge 5.3.Boyarmadde olarak elde edilen metal naftenatların verim yüzdeleri.....	31
Çizelge 6.1. Bakır, Kobalt ve Nikel naftenatlar ile boyanabilen ve boyanamayan kumaş tipleri .....	47
Çizelge 6.2.Bakır, Kobalt ve Nikel Monokarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları.....	50
Çizelge 6.3. Bakır, Kobalt ve Nikel Monokarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın kuru ve yaş sürtme ve ışık haslığı sonuçları .....	51
Çizelge 6.4.Bakır, Kobalt ve Nikel Dikarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları.....	51
Çizelge 6.5. Bakır, Kobalt ve Nikel Dikarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın kuru ve yaş sürtme ve ışık haslığı sonuçları .....	51
Çizelge 6.6. Bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar ile tüm boyarmadde konsantrasyonlarında boyanmış yün kumaşların renk verim (K/S) değerleri .....	52
Çizelge 6.7. Bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar ile optimum koşullarda boyanan yün kumaşların dCIELab değerleri.....	53
Çizelge6.8.Kobalt monokarboksilat ile yapılan boyama işlemi sonrası atık suyu için bulunan parametreler ve Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğine göre boyama sonrası atık su standart aralıkları.....	53
Çizelge 6.9.Metal monokarboksilat applike edilen pamuklu kumaşların gram pozitif bakterilere ( <i>B.subtilis</i> , <i>S.aureus</i> ) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çapları.....	56
Çizelge 6.10. Metal monokarboksilat applike edilen pamuklu kumaşların gram negatif bakterilere ( <i>E.coli</i> , <i>K.pneumoniae</i> ) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çapları .....	58
Çizelge 6.11.Gümüşmonokarboksilat applike edilen kumaşın 6 farklı bakteriye karşı 24 saat bekletildikten sonra ölçülen inhibisyon zone çapları .....	60
Çizelge 6.12.Gümüş Monokarboksilat applike edilen kumaşın6 farklı bakteri için 1. 5. 10. 15. ve 20. yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları .....	60

Çizelge 6.13. Gümüş monokarboksilat applike edilen kumaşın 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra 6 farklı bakteriye karşı göstermiş oldukları antibakteriyel etkinlik görüntüleri.....	61
Çizelge 6.14. Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 24 saat bekleme sonunda 6 farklı bakteri için ölçülen inhibisyon zone çapları .....	62
Çizelge 6.15. Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 6 farklı bakteri için 1. 5. 10. 15. ve 20. yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları .....	63
Çizelge 6.16. Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra 6 farklı bakteriye karşı göstermiş oldukları antibakteriyel etkinlik görüntüleri .....	63



## 1. GİRİŞ

Üretim ve kullanım faaliyetleri sonucu ortaya çıkan, insan ve çevre sağlığına zarar verecek şekilde doğrudan veya dolaylı biçimde alıcı ortama verilmesi sakıncalı olan her türlü maddeye atık denir.

Ülkemizde atık yönetimi ile ilgili olarak yürütülen yönetmeliklere ve çalışmalara bakıldığında, atık tanımının tam olarak yapılamaması, atıkların sınıflandırılmasındaki boşluklar, yürütmedeki eksiklikler, yönetmelikte uygulanması öngörülen fakat yeterli teknik donanıma ve bilgi birikimine sahip olunamaması nedeniyle atık yönetimi tarafından yapılması öngörülen işlem ve prosedürlerin tam olarak yerine getirilememesi problem oluşturmaktadır(Dipl.-İng. M.R.Nutuk 2010).

Atık yönetiminde amaç, atık miktarlarının azaltılması ve oluşan atıkların uygun yöntemler kullanılarak uzaklaştırılmasıdır. Bu çerçevede atık olarak sayılan maddelerin geri kazanım ile tekrar kullanılabilirliğinin oluşturulması, hem ekonomik açıdan, hem de doğaya bırakılan atık miktarlarının azaltılması yönünden önem taşımaktadır. Tehlikeli atıklarla ilgili çeşitli geri kazanım yöntemlerine bakıldığında bu uygulamalar yüksek maliyetli olmakta ve geri kazanım adı altında adlandırılan bu atıkların bir taraftan doğadaki miktarları azaltılırken bir taraftan da çevre kirliliğinin artması gibi olumsuz sonuçları ortaya çıkmaktadır.

Atıkların oluşturduğu kirlenmelerin azaltılması ve atıkların tekrar kullanılması amacıyla, atık sınıfında yer alan petrolün yan ürünlerinden elde edilen metalnaftenatların boyarmadde ve bazı naftenatların ise antibakteriyel madde olarak tekstil sektörüne kazandırılması bu tez çalışması kapsamında incelenmiştir. Bu çalışmada naften asidinin geçiş metalleri ile kompleks bileşikler oluşturmasıyla açığa çıkan farklı metal içerikli kompleks bileşiklerin(bakır, kobalt ve nikel naftenatlar) boyarmadde olarak kullanılabilirliği incelenmiştir. Bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş naftenatlar ise antibakteriyel ajan olarak değerlendirilmiştir. Böylece piyasada var olan boyarmaddelerden ve antibakteriyel ajanlardan farklı olarak, atıklardan geri kazanımla elde edilmiş bu kompleks maddeler yeni bir boyarmadde ve antibakteriyel ajan seçeneği olarak tekstil sektörüne kazandırılmıştır.

## 2. NAFTENATLAR

Her geçen gün artan kentleşme, nüfus, teknoloji ve endüstriyel faaliyetler sonucunda atık miktarları ve çeşitleri artış göstermektedir. Oluşan atıklar hem çevre sorunlarına neden olmakta hem de insan sağlığını tehdit etmektedir. Atıkların değerlendirilmesi üzerine yapılan araştırmalara bakıldığında petrolden elde edilen naftenlere pek rastlanamamaktadır. Çünkü petrolün bileşenlerine ayrılması bazen çok zor olmakta bazen de tam anlamıyla gerçekleştirilememektedir. Bunun üzerine petrolün ayrıştırılması çalışmaları incelenmeye başlamıştır.

Karboksilik asitler tüm canlı organizmalarda bulunan temel organik bileşiklerdir. Karboksilik asitler terpenlerin, steroidlerin, uzun zincir yağ asitlerinin ve lipidlerin başlangıç maddeleridir. Bu asitler zayıf asitlerdir. Asidik özellikleri nedeniyle karboksilik asitler sodyum hidroksit ve sodyum bikarbonat gibi bazlar ile metal karboksilat denen tuzları oluştururlar. Karboksilik asitler kuvvetli hidrür bileşikleri ile alkollere kolayca indirgenebilirler. Dolayısıyla alkoller ile esterleri; amonyak veya aminleri ile amitleri ve uygun halojenlendirme bileşikleri ile karboksilik asit halojenleri verirler. Karboksilik asitler çeşitli yollardan elde edilebilirler. Alkenlerin potasyum permanganat ile parçalanması sonucu karboksilik asitler elde edilebilirler. Grignard bileşiklerinin karbondioksit ile reaksiyonu da karboksilik asitleri vermektedir. Karboksilik asitlerin önemli elde edilme yöntemlerinden biri de aldehit ve alkollerin uygun yükseltgenler ile yükseltgenmeleridir (<http://www.kimyaevi.org/TR/Genel/BelgeGoster.aspx?F6E10F8892433CFF95FB1C5180B6EBD62DB08752D313150714.05.2013>).

Aromatik bileşikler aynı zamanda birbirine katılmış iki veya üç benzen çekirdeği bulunan bileşikler de ihtiva ederler. Mesela, naftalin iki, antrasen ise üç benzen çekirdeği ihtiva eder. Flor, klor, brom, iyot ve birçok fonksiyonel grubun benzendeki bir hidrojenin yerine geçmesiyle birçok aromatik bileşik türer. Bunların içinde en çok bilinenleri karboksilli asitler (COOH grubu ile karakterize), ketonlar (CO grubu ile karakterize), fenoller (OH ile karakterize) aminler (NH<sub>2</sub> ile karakterize) ve nitro bileşikleri (NO<sub>2</sub> ile karakterize)dir. (<http://www.nedirvikipedi.com/kimya/aromatik-bilesikler.html15.04.2013>).

Metal karboksilatların en fazla kullanıldığı sektörler boya ve baskı endüstrileridir. Diğer adı kurutucu olarak geçen karboksilatların kurşun, kalsiyum, kobalt, zilkon gibi değişik çeşitleri olup, ihtiyaçlar doğrultusunda karışım kurutucuları da elde edilmektedir. Metal karboksilatlar aynı zamanda radyal lastik üretimindeki çelik şeritlerin kauçukla

birbirine yapışmasını kolaylaştırdığından lastik sektöründe de kullanılmaktadır. Bakır karboksilatlar organik solventlerde ve yağlarda çözünür. Fungisit olarak ağaçların ve tekstil eşyalarının emperyasyonunda kullanılır. Ayrıca bakır bazlı metal karboksilatlar jel geciktirici inhibitör olarak kullanılmaktadır. Baryum karboksilat kurşunsuz formülasyonlarda, kurşun yerine kullanılır. Dip kurumayı artırır. Pigment ıslatıcı özelliği yüksektir. Boyaya stabilite kazandırır. Demir karboksilat fırın boya ve alüminyumlu boyalarda kullanılır. Kalsiyum karboksilat yağlı boyalarda yardımcı kurutucu olarak kullanılır. Kobalt karboksilat ise, yağlı boyalarda kurutucu olarak, poliesterde katalizör hızlandırıcısı olarak ve kauçuğu metale yapıştırmada kullanılır. ([http://www.egekimya.com/tr/metal\\_karboksilatlar.html](http://www.egekimya.com/tr/metal_karboksilatlar.html)05.03.2013).

Karboksilli asitlerin tepkimeye girdiği bileşiklerin gruplarına göre endüstriyel ehemmiyet taşıyan anhidritler, halojenürler ve amitler gibi diğer karboksilli asit türevleri elde edilir. Tabii halde bulunan karboksilli asitlerden en mühimlerinden biri yağ asitleridir. Yağ asitlerinin esterleşmesiyle sabun elde edilir. Süt ve süt ürünlerinde bulunan laktik asit ve turunçgillerde bulunan sitrik asit gibi karboksilli asitler canlı hücrelerinin önemli metabolizma ürünleridir( <http://www.nedirvikipedi.com/kimya/karboksilli-asitler.html>17.03.2013).

Nafta ham petrolün atmosferik koşullarda damıtılması sırasında elde edilen (30-170°C) renksiz, uçucu ve yanıcı sıvı hidrokarbon karışımlarına verilen bir addır. Nafta kelimesi tarihsel olarak Bakü ve İran da yeryüzüne kadar ulaşan bir tür hafif petrol sızıntısını adlandırmak için kullanılmıştır. Nafta kimyasal olarak parafinik, naftenik ve aromatik hidrokarbonlardan oluşur. Nafta yaygın olarak solvent (çözücü) ve diğer maddelerin üretildiği bir ara ürün olarak kullanılır. Teknik açıdan arabalarda kullanılan benzin ve kerosen nafta gurubu karışımları arasında yer alır (<http://www.mailce.com/nafta-nedir-ne-anlama-gelir-naftanın-kelime-anlami-acilimi.html>11.03.2013).

Geçiş karboksilatları bazı alanlarda geniş çapta kullanılmaktadır. Bunlar; kimyasal proseslerde katalizör gibi, boyarmaddenin oranında sikkativ gibi, dizel yakıtlarına katkı maddeleri gibi, aktivatör gibi, özellikle tarımsal alanlarda mikro gübre gibi kullanılmaktadır. Genel olarak solvent ekstraksiyonu sulu bir çözeltide bulunan farklı metal iyonlarından arzu edilen metali tercihli olarak ayırmaya yarayan metottur. Metalürjide düşük konsantrasyonlu bakırlı çözeltilerden bakırın temiz bir çözelti konsantrasyonunda, kobalt ve uranyum üretiminde çok önemli bir yeri olan çalışma şeklidir. Bu metodun esasını, sıvı organik bir bileşiğin, sulu fazdaki metal iyonu ile bağ yapması ve sulu fazdan ayırmasını teşkil etmektedir. Organik madde bu sebeple söz konusu metal için bir solvent olmaktadır. Solvent

ekstraksiyon sulu faz içinde çözünmeyen organik solventin sulu faz ile karıştırılarak söz konusu metal iyonların organik faza alınması (yükleme) ve bekletilmesi ile yapılır. Bekletme işlemi sırasında organik faz sulu fazdan ayrılacağından organik faza geçen metal iyonları da fazdan ayrılmış olur. Buradaki ekstraksiyonda karboksilli asit kullanılarak bakır karboksilatın ayrı bir faz olması sağlanır (<http://www.google.com.tr/url?sa=f&rct=j&url=http://www.wikiturk.net/Madde/35705/sabunculuktaulanilanhammadeler&q=www.bilgininadresi,+ge%C3%A7i%C5%9F+karboksilatlar%C4%B1&ei=U2vMULq0HoHl4QSG8IHwAQ&usg=AFQjCNFekZQnAZrS9679ZIRyJiZk-B-fYGA06.04.2012>)

Nafta, ham petrolün destilasyonu ile elde edilen alifatik ve aromatik hidrokarbonların bir karışımıdır. Nafta; akaryakıt, petrokimya ve kimya sektöründe ana hammadde olarak kullanılır. Kimya ve petrokimya sanayisinde genellikle yoğunluğu 0,66 ile 0,70 kg/L olan ince nafta tercih edilir. Daha ağır olan 0,70 ile 0,76 dansiteli nafta daha çok naftenik ve aromatik yapıda olup, genellikle akaryakıt üretiminde rafinerilerde kullanılır. Rafinerilerde bu tür nafta Straight - Run Naphtha (SRN) olarak adlandırılır. Nadir metaller, üretim esnasında nafta içinde bulunmaz. Ancak taşıma depolama esnasında alkali metaller (Na, K, Li gibi) suda çözüldükleri için nafta içine kolayca girebilirler. Bu nedenle nafta türbine verilmeden önce dinlendirilmiş olmalı veya bir çeşit filtreden geçirilerek nafta içindeki su tutulmalıdır. Bu sayede suda çözülmüş olan Na, K ve Li gibi metallerin miktarları istenilen limit aralığına çekilmesi sağlanır (<http://www.isguvenligi.net/yararli-bilgiler/nafta-kullaniminda-guvenlik09.12.2012>).

Jiang ve ark. (2011) yaptıkları çalışmada, oda sıcaklığında içi boş küre şeklindeki bakır sülfür mikro emülsiyon sentezlerini incelemişlerdir. Bunun için, içi boş bakır sülfür küresinin sentezinde kolay mikro emülsiyon kalıbı olarak kullanılan bakır naftenat kullanılmıştır. Tioasetamid ile bakır naftenat reaksiyona sokulmuştur. Bu metod da metal öncü olarak kullanılan tioasetamid ve sülfür iki farklı safhayı sona erdirmiştir. Bu reaksiyon sadece yağ/su interfazında gerçekleştirilmiştir. Bu şekilde içi boş küre yapıları üretmek daha kolay olmuştur. Bakır sülfür ilk nanopartikülü meydana getirmek için agregatları serbest bırakmıştır. İstikrarlı içi boş küre şeklindeki yapıları oluşturmak için ilk olarak nanopartiküllerin sentezlenip yapıya eklenmesi gerçekleştirilmiştir. Bakır naftenatın kontrollü reaksiyonlarıyla bakır sülfürler oluşturulmuştur. Bakır naftenat yapısı XRD olarak gözlemlenmiştir. Farklı konsantrasyonlardaki bakır naftenatlarla (0.02g, 0.04g, 0.08g, 0.16g)

reaksiyona sokulan tioasetamidlerle oluşturulan yapıların TEM görüntüleri alınmıştır. En iyi bakır sülfid yapıları halkanın 0.08g bakır naftenatla elde edildiği sonucu ortaya çıkmıştır.

U.S. Bureau of Standard'ın teknik personeli, petrolü bileşenlerine ayırma metodlarını incelemişlerdir. Bu çalışmada kaynama noktaları arasında bir derece fark olan sıvıların birbirinden kantitatif olarak ayrılabilmesi, tekemmül ettirilmiş destilasyon kolonlarının yardımıyla mümkün olmuş ve fiziksel metodların (moleküler-destilasyon ve azeotropik karışımlar gibi) tatbiki yeni ekstraksiyon vasıtaları, selektif adsorbsiyon ve soğutma tekniğinin tekemmülü sayesinde hafif yağlarda bugüne kadar 80 karbonlu hidrojenin varlığı tespit edilebilmiştir. Pennsylvania hafif yağının kimyasal yapısı incelenmiş ve bu kimyasal bileşiminin içinde 'Aileydik sınıfına ait doymuş karbonlu hidrojenler (naftenler) ' yer almıştır. Siklopentan, sikloheksan'lar ve bunların Alkil- Homolog'larının bu sınıfa ait olduğu tespit edilmiştir(Dipl.-İng. M.R. Nutuk 2010).

Papageorgiou ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada, FTIR spektroskopisi ile metal alginat komplekslerindeki metal karboksilat etkileşimlerini incelemişlerdir. Bunun için  $Ca^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  ve  $Pb^{2+}$  ile kahverengi alg ( *Laminaria digitata*) reaksiyona sokulmuştur. Reaksiyona sokulduktan sonrada sodyum alginat ve alginik asidin metal alginat komplekslerinin etkileşimleriyle metal karboksilat yapısını FTIR spektroskopisi ile incelemişlerdir. Her bir farklı alginat metal kompleksin dalga boylarındaki absorpsiyon eğrilerine bakmışlar ve yapılarını incelemişlerdir. Asimetrik ve simetrik COO- 'in titreşimiyle ortaya çıkan sıçrayışlar ve frekanslara bağlı olarak FTIR'daki pikleri işaretlemişlerdir. Burada yalancı hidrojen grupları ile metal kompleks yapısı arasında meydana gelen bağa yalancı köprü denmiştir ve alginik asitteki metal karboksilat kompleksinin koordinasyonuna bağlı olarak yalancı köprü oluşturulmuştur. Metal soğurma ile simetrik frekanslarda ilgi bulunurken, asimetrik frekanslarda soğurma hacmi ile ilgili herhangi bir ilgi bulunmamıştır.

Han ve ark. (2009) yaptıkları çalışmada, içeriği metal karboksilat olan 3D organik Mn (II) bileşiğinin yüksek sıcaklık ve antimanyetik demir özelliklerini incelemişlerdir. Karışım halde oluşturulan  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ , 4,4' - biprimidin ve 4,4' H<sub>2</sub>hpibb oda sıcaklığında 30 dakika suyla homojen şekilde karıştırılarak oluşturulan tepkimede karışmadan dolayı iyonlaşmayı önlemişlerdir. Elde edilen çözelti otoklavda 170 °C'de 72 saat ısıtılmıştır. Daha sonrada oda sıcaklığında kurutulmuş, kristal yapı filtre edilmiş ve bileşiğin gravimetrik testleri yapılmıştır. Oluşturulan bileşikte elde edilen tepkime verimi %83 olarak hesaplanmıştır. Bu oluşturulan bileşiğe bakıldığında altı farklı grubun yan yana gelerek bu yapıyı oluşturduğu görülmüştür.

Elde edilen bileşiğin farklı sıcaklıklardaki davranışları incelenmiştir ve kompleksin 450 °C’de antimanyetik demir özelliği gösterdiği sonucuna varılmıştır.

Zhang ve ark. (2008) yaptıkları çalışmada, karboksilat anyonları ve imidizal ligandlarıyla metal içerikli dokuz farklı polimerik yapı sentezlemişlerdir. Bunun için, Cu, Zn, Mn, Co ve Cd metallerini kullanmışlardır. Her bir sentez için farklı miktarlarda kimyasallar kullanılarak sentez reaksiyonları gerçekleştirilmiştir. Sırasıyla elde edilen bileşikler; CuL1(biim-6), ZnL1(biim-6), MnL1(biim-6), MnL1(biim-4), (Co<sub>2</sub> L<sub>2</sub>)<sub>2</sub>(biim-5), ZnL3 (biim-6), ZnL3 (biim-5), CdL3 (biim-5) ve CdL4 (biim-6)’dır. Tepkimelerde ortak olarak oksalit anyonu dihidrat kullanılmıştır. Elde edilen her bir metal polimerin kimyasal yapısı, bağ konformasyonları ve molekül zincirleri incelenmiştir. Ayrıca dalga boylarındaki absorban değerleri ölçülmüş ve gravimetrik ölçümleri yapılmıştır. Elde edilen sentezleme sonucu Cu ve Co ile yapılan tepkimeler en yüksek verimle gerçekleşmiştir. Sentezlenen polimerik yapılar incelendiğinde CuL1(biim-6) ve MnL1(biim-6) eş yapıda olup 2D polimerik yapısına rastlanmıştır. MnL1(biim-4) bileşiği baklava dilimine benzer bir yapı sergilemiştir. (Co<sub>2</sub> L<sub>2</sub>)<sub>2</sub> (biim-5) polimerik yapısı ise, düz zincirli bir yapı göstermiştir. ZnL3 (biim-6) ve CdL4 (biim-6) bileşikleri benzer 2D polimerik yapı oluşturmuşlardır. CuL1(biim-6), MnL1(biim-6) ve MnL1(biim-4) bileşiklerini magnetik özelliklerine bakıldığında daha parlak bir görünüş sergilemişlerdir.

Özer ve Bahadır (2007) yaptıkları çalışmada 4-Benzoil-1-(2,4-dinitrofenil)-5-fenil-1H-pirazol-3-karboksilli asit ve 4-Benzoil-1-(4-dinitrofenil)-5-fenil-1H-pirazol-3-karboksilli asit klorürünün baz alkollerle reaksiyonlarını incelemişlerdir. Bunun sonucunda 4 farklı bileşik sentezleri elde edilmiştir. Lakton halkası ihtive den aktif furan türevi ve visinal-dion tipindeki 4-Benzoil-5-fenil-2,3-furandion (1) bileşiğinin sentezi ve bunun da 2,4-dinitrofenilhidrazin ve p-nitrofenilhidrazin ile reaksiyonlar sonucunda sırasıyla 4-Benzoil-1-(2,4-dinitrofenil)-5-fenil-1H-pirazol-3-karboksilli asit (2) ve 4-Benzoil-1-(4-nitrofenil)-5-fenil-1H-pirazol-3-karboksilli asit (3) bileşikleri elde edilmiştir. Daha sonra (3) bileşiğinin tiyoniklorür ile reaksiyonundan da 4-Benzoil-1-(4-nitrofenil)-5-fenil-1H-pirazol-3-karboksilli asit klorürü (4) bileşiği elde edilmiştir. Bu bileşiklerin hepsinde kullanılan kimyasal madde miktarları farklı olmakla beraber ortam sıcaklık dereceleri de farklılık göstermiştir. Elde edilen her bir bileşiğin NMR ve IR spektrumlarında yapıları incelenmiştir. Sonuç olarak farklı karboksilatlar elde edilip sentez reaksiyonlarının basamakları incelenmiştir.

Kato ve Mori (2006) yapmış oldukları çalışmada, metal karboksilat kompleksinin oksidasyon katalizörlüğündeki davranışlarını incelemişlerdir. Bakır (II) karboksilat kompleksinin oksidasyon davranışlarını üç basamakta incelemişlerdir. Birinci basamakta; Bakır (II) tran 1,4- sikloheksandikarboksilatın  $H_2O_2$  ile çeşitli alkollerin seçici oksidasyon katalizörlüğünde biyomimetik heterojen davranışlarını incelemişlerdir. Elde edilen rengin yeşil olduğunu gözlemlemişlerdir. İkinci basamakta; asetonitrildeki  $H_2O_2$ 'nin 20 kat daha fazla reaksiyon vermesiyle oluşan maddenin elementel analizleri TG/DTA, FT-IR, DR, UV-vis, ESR, XRPD ve BET'in kararlı ölçümleri yapılmıştır.  $\mu$  1,2-trans Cu-OO-Cu varlığında yapının oksidasyon katalizörlüğü Bakır (II)  $H_2O_2$  kompleksi ile sağlanmıştır. Üçüncü basamakta ise; oda sıcaklığında herhangi bir katkı maddesi olmaksızın dioksijen ile alifatik alkollerin oksidasyon performansındaki katalizör etkinliği en iyi porfilin ile sağlanmıştır.

Türkyılmaz ve ark. (2003) yaptıkları çalışmada, petrol asitlerinin türevi olan sikloheksan karboksilli asidin sodyum ve kobalt ile verdiği karboksilatın sentez ve karakterizasyonunu incelemiş, sodyum karboksilatın antibakteriyel aktivitesi hakkında araştırmalar yapılmıştır. Öncelikle sikloheksan karboksilik asit elde edilmiştir. Asidin eldesi temelde iki basamakta meydana gelmiştir. Önce sikloheksanol klorlanarak sikloheksil klorür, ardından magnezyumla grignard reaktifi oluşturulmuş, son olarak da grignard reaktifi üzerinden karbondioksit geçirilip hidroliz edilmiştir. Kobalt karboksilatın sentezi için en uygun metot iki basamaklı yer değiştirme reaksiyonudur. Birinci basamakta sikloheksan karboksilik asit ile sodyum hidroksitin, ikinci basamakta ise asidin sodyum tuzu ile kobaltın suda çözünen tuzunun karşılıklı etkisi söz konusudur. Elde edilen asit ve naftenatların IR, NMR spektrumları ve kobalt naftenatın termogravimetrik analizi alınarak fiziksel, kimyasal özellikleri ve kristal yapısı incelenmiştir. Sodyum karboksilatın antibakteriyel aktivitesi Gram-pozitif kok (Staphylococcus aureus), Gram-negatif basil (Escherichia coli) ve maya mantarında (Candida albicans) araştırılmıştır. Sodyum karboksilata azar azar steril su ilave edilmiş ve arada vorteks cihazı ile çalkalanmıştır. Çözelti  $50^{\circ}C$ 'lik su banyosunda tutularak tam olarak çözülmesi sağlanmıştır. Sodyum karboksilatın  $256 \mu g/ml$  konsantrasyonda olacak şekilde çözeltisi elde edilmiştir. Antibakteriyel aktivite tayini NCCLS (National Committee for Clinical Laboratory Standards) M7-A4'de tarif edilen mikrodilüsyon yöntemi ile çalışılmıştır. Sonuç olarak; test edilen mikro organizmaların üremesinin durduğu en düşük madde konsantrasyonu minimum inhibitör konsantrasyonu (MİK) olarak kabul edilmiştir. Ayrıca petrolden elde edilmiş karboksilli asitlerin ve bazı bileşiklerinin uygulama alanlarına bakıldığında, karboksilli asitler serbest halde ve diğer bileşikler şeklinde fungusit, insektisit

ve çürümeye karşı efektif madde olarak kullanılmaktadır. Naften asitlerin eter ve ketonları, yağlarda katkı maddeleri olarak kullanılmaktadır. Düşük ve yüksek sıcaklıkta kararlı yağlayıcı malzemeler olarak da naften asitlerinin pentanitritleri ve nitritleri tekstil malzemelerini yağlamak amacıyla kullanılmaktadır. Naften asitleri deemülgatör olarak, hayvancılıkta ve ziraatte de stimülatör olarak kullanılabilir. Farklı aminlerle naften asitlerinin nötral çözeltilerinden inhibitör olarak yararlanılmaktadır. Naften asitleri metallerin ekstraksiyonunda ve ayrılmasında da kullanılmaktadır. Baryum naftenatlar, antikorozyon kompozisyonlar elde etmekte, karbon ve dizel yakıtların, boyaların ve matbaa boyalarının üretiminde polivinilklorür (PVC) için stabilizatör olarak kullanılmaktadır. Kadmiyum naftenat da stabilizatör olarak, asfalt, beton gibi yol malzemelerinin, yakıtların, yağlayıcı maddelerin üretiminde kullanılır. PVC kompozisyon analizinde çinko, magnezyum, nikel, kurşun, alüminyum ve titan naftenatların prosese dahil edilmesi, PVC bantlarının kalitesinin yükselmesine neden olur.

Fırcı ve ark. (2002) yapmış oldukları bir çalışmada doğal petrol asitlerinden sikloheksan monokarboksilli asit ile bazı geçiş elementlerinin su-organik faz arasındaki ekstraksiyonlarını incelemişlerdir. Bunun için ortamın pH'ı ile ilgili olarak sulu çözeltiden demir iyonlarının monokarboksilli asit ile meydana getirdiği demir karboksilatın (naftenatın) su fazından organik faza geçişi, ekstraksiyon yüzdesi ve diğer özelliklerini açıklamışlardır. İlk olarak naften asitleri ile bazı ağır metal iyonlarını çözeltiden ayırma metotlarını uygulamışlardır. Bu ayırma reaksiyonları sırasıyla naften asitlerinin organik çözeltilerinin, ağır metal tuzlarının sulu çözeltilisiyle reaksiyonu, naften asidi çözeltilisi, ağır metal tuzu çözeltilisi ve NaOH çözeltilisinin karışımının reaksiyonu ve naften asitlerinin sodyum tuzu ile ağır metal tuzunun kimyasal reaksiyonudur. Bu verilere dayanarak demir naftenatın sentez reaksiyonunu gerçekleştirmişlerdir. Elde edilen demir naftenat suda çözülmemiş ancak organik çözücülerde (aseton, benzen, benzin vb.) iyi çözünmüştür. Bu özelliğinden faydalanarak demir naftenatın su fazından organik faza geçişi mümkündür. Demir naftenat elde edilirken uygun pH saptanması reaksiyon verimi açısından önemli olmaktadır. Dolayısıyla her bir pH (3, 4, 5, 6, 7, 7.5, 8, 8.5, 9) için aynı deney tekrar edilerek yeni numuneler hazırlanmıştır. Yapılan deneylerle pH'ın su ve organik fazlardaki paylaşma sabitlerine ( $\alpha$ ) ve ekstraksiyon yüzdesine (%E) etkisi saptanmıştır. Optimal pH değerinde yapılan deneylerde en yüksek verimle ürün elde edilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda özellikle 7.5-8.5 pH değeri sınırında en fazla ayrışma meydana geldiği sonucuna varmışlardır.



Abdullayev ve ark. (2002) basit halde siklopropan, siklobütan, siklopentan ve sikloheksan asitlerinin elde edilmesini incelemiştirler. Naften asitleri farklı metotlarla sentez edilir. Örneğin  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{COOH}$ , karbon asitlerinin ( $(\text{CH}_3)_2\text{CHCOOH}$ ) 1, 7- Oktadien serbest radikallerinin reaksiyonuyla meydana gelir. 1,4-sikloheksan karboksilli asitinin sentezinde tereftal asidinin sulu çözeltisi alkali veya toprak alkali metallerle 220-350 °C'de katalizör üzerinde hibritleştirildikten sonra, asitleştirilerek siklo heksan-1, 4- asidi elde edilmiştir. 6-metil-3-sikloheksan-1, 2, 3- trikarbon asit sentezi gerçekleştirilir. 3, 5- on-2-heptadienilmalein anhidriti 50 °C sıcaklığa kadar ısıtılır ve meydana gelen 6-metil-3-asetil-4-tetrahidroftal anhidriti NaOCl ile 15-40 °C sıcaklıkta oksitleştirilir. Alkilaril sikloheksan karboksilli asidi ve onun karışık eterinin sentezinde ise bu asit uygun nitrillerin, asetik ve sülfürik asitlerin sulu çözeltilerinin hidrolizinden elde edilir (ısıtma 2 saat kadardır). Sonra tolüen, metanol veya etanol ile esterleştirilir. HCl katılımı ile uygun metil ve etil eteri elde edilir. Ağır metal naftenatlarının eldesi 0-100 °C sıcaklıkta, ağır metallerin oksitleriyle karbon asitlerinin karşılıklı etkisinden elde edilir. Oksitler üzerinde meydana gelen bileşikler (tuzlar) mekaniksel olarak ayrılırlar. Alifatik, aromatik ve oksiaromatik asitlerinin krom tuzunun elde edilmesi metodunda, destile edilmiş naften asitleriyle baz çözeltisi 2-3 saat 80°C'de reaksiyona girdikten sonra, 6-8 saat 90-100°C sıcaklıkta saklanır. Sonra yer değişme reaksiyonuna dayanarak krom naftenat elde edilir. 65-70°C'de alkali metal naftenatı çözeltisine stokiometrik miktarda krom nitrat veya sülfat çözeltisi katılır. Krom naftenat çözeltisi süzülür, sıcak suyla yıkanır, 40-45°C sıcaklıkta, 5-10 mmHg basıncında kurutulur. Burada çözücü olarak N-butilbenzol ile izooktanolün karışımı kullanılmıştır. Dialkil-β-amin propiyon asidinin kurşun tuzunun sentezi patentleştirilmiştir. Titan naftenat ise  $\text{TiBr}_4$ 'ün organik asitlerle kullanılan asidin erime noktasından yüksek sıcaklıkta ısıtılmasıyla elde edilmektedir. Bir valensli bakır bazik karbonatın 80-100 °C'de, %2-10 su katılımıyla naftenik asitlere etkisinden bakır naftenat elde edilmiştir. Sanayide kalsiyum naftenat, sodyum naftenatın sönmüş kireçle reaksiyonundan elde edilir. Sonuçta kreme benzer "Solidol" denen kütle oluşur. Sonuç olarak metal karboksilatlarının sentezi esas olarak karboksil gruplarındaki protonun (-COOH) metal atomlarıyla yer değiştirmesine dayanmaktadır. Metal karboksilat meydana gelerek -COOH grubunun farklı koordinasyonu yapılmaktadır. Karşılıklı etkileşim mekanizmasına dayanarak karbon asitlerinin metallerle yapacakları karboksilatların sentezinin optimal şartlarını belirtmek mümkündür.

Abdullayev ve ark. (2002) karbonhidrojenlerin katalitik metod kullanılarak, hava oksijeni ile oksitlendirilmesinden naften asitlerinin eldesini araştırmışlardır. Burada

hammadde olarak temizlenmiş veya temizlenmemiş petrol fraksiyonları kullanılmıştır. Böyle tekniksel karışımlar Rus ve Azerbaycan bilim adamları tarafından sentez edilip açıklanmıştır. Karboksilleşme reaksiyonlarına dayanarak naften asitlerinin sentezi gerçekleştirilmiştir. 120-370 °C’de petrolden ayrılan naften izoparafın karbonhidrojenlerini oksitleştirerek sentetik naften asitlerinin (SNA) eldesini sağlamışlardır. Azerbaycan bilim adamlarından Zeynalov ve Ahundov transformatör yağlarından ayrılan naften karbohidrojenlerini oksitleştirerek sentetik naften asitlerini elde etmişlerdir.

Akbaş ve ark. (2000) yaptıkları çalışmada ayçiçeği ve keten yağı temelli yeni makromonomerlerin sentezlenmesini ve uygulama alanlarını incelemişlerdir. Bunun için ayçiçeği ve keten yağı, metil metakrilat monomeri ile tepkimeye sokulmuş, elde edilen makromonomer ürünlerin stiren monomeri ile kopolimerizasyonu gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kopolimerler ürünlerin organik yüzey kaplayıcı olarak kullanılmaları yönünden film özelliklerini incelemişlerdir. Yağ asitleri, bir karboksil grubuna bağlı ve yüksek sayıda karbon atomu içeren uzun hidrokarbon zincirlerdir. Genelde düz zincir bileşikler olan yağ asitleri doymuş ve doymamış olmak üzere iki çeşittir. Karboksil grubunun varlığının etkisiyle gerçekleşen çeşitli tepkimeler neticesinde oluşan hidroperoksit grupları, farklı moleküller arasında peroksit bağları, eter bağları veya karbon-karbon bağları oluşturacak şekilde bozularak çapraz bağlanmayı gerçekleştirmişlerdir. Çapraz bağlanma reaksiyonlarına, film oluşturucu madde içine az miktarda Pb naftenat, Co naftenat, Ca naftenat gibi maddeler ilave etmişlerdir ve bu maddelerin film kaplama işlemini hızlandırdığını gözlemlemişlerdir. Yüzeyle sürülen sıvı madde filmi, hava oksijeninin etkisi altında bu olay sonucunda sıvı halden katı hale kimyasal olarak dönüşmüş ve bu ürünlerin yüzey kaplama maddelerinde bağlayıcı olarak kullanılabilir oldukları sonucuna varmışlardır.

Abdullayev ve ark. (1967) yaptıkları çalışmada, doğal naften asitlerinin eldesi prosesinin, dizel destilatların devamlı olarak baz çözeltileri ile karşılıklı etkisine dayandırılmasını incelemişlerdir. Bu proses iki veya üç kez baz çözeltisi kullanılarak tekrar etmiştir. Bunun için dizel yakıt 100-115°C’ye kadar ısıtılmış ve bazçözeltisi ile (hammaddeye göre baz çözeltisi %30-35 arasında olmaktadır) muamele edilmiştir. Sonra hammadde baz çözeltisi içerisinden geçirilmiştir. Bunun için ilk önce hammadde etkisizleştirilmiştir. Baz çözeltisi ile karıştırılmış ürünlerden ayrılan naften asitleri işlenmemiş baz çözeltisinden geçirilerek daha temiz halde elde edilmiştir. Bazlı atık maddenin yine proseste kullanılabilir halde olması sağlanmıştır. Bazlı atıklardan özellikle sodyum naftenatlarından ucuz ve kaliteli iyi yıkayıcı ve antiseptik özelliğe sahip sabun üretiminde ve serbest naftenik asit eldesinde

yararlanılmıřtır. Sodyum naftenatlar slfrik asitle paralanarak organik zcler iřtirakiyle serbest naften asitlerine vrilmiřlerdir.

### 3. TEKSTİL BOYAMACILIĞINDA KULLANILAN BOYARMADDELER

Bir tekstil ürününün seçiminde o ürünün rengi önemli bir etkiye sahiptir. Renk ışığın yansımaları olarak tanımlanmaktadır. Bir renklendirme işleminden bahsedebilmek için dalga boyunun ve boyarmaddenin bilinmesi gerekir. Tekstil yüzeyini renklendirmek amaçlı kullanılan maddelere boyarmadde denir.

Her geçen gün değişen ve yenilenen teknoloji ile beraber tekstilde boyama işlemi için kullanılan boyama yöntemleri ve boyarmadde çeşitliliği artmaktadır. Boyarmadde seçeneklerinin giderek artmasının nedenlerine bakıldığında ilk önce ekonomiklik ve çevreye karşı duyarlılık gelmektedir. Boyarmadde seçiminde; elyafa uygunluk, kullanılan boyama yöntemine uygunluk, gerekli haslıkları karşılaması ve boyanan malzemenin kullanılacağı yer ana kriterlerdir. Bunun yanında; sahip olduğu renk skalasının genişliği, ucuzluğu, piyasada bulunabilirliği, nüans tekrar edilebilirliği, düzgün boyama eldesinin kolay olması tercih nedenleridir (Deveoğlu ve Karadağ 2011).

Günümüzde en çok kullanılan sentetik esaslı boyarmaddelerin avantaj ve dezavantajlarına bakıldığında, renk çeşidinin oldukça zengin olması, aynı rengin elde edilmesinin mümkün olması, renklerinin parlak olması, boyama sürecinin diğer boyarmadde sınıflarına göre daha kısa sürede gerçekleşmesi, her zaman istenilen miktarda teminin mümkün olması, haslık değerlerinin iyi olması ve genelde sıvı çözünen içinde çözünen maddeler olduklarından elyafı daha kolay boyaması gibi özellikler sentetik boyaların avantajları arasında yer almaktadır. Dezavantajlarına bakıldığında ise; bazı durumlarda, haslık değerleri düşük olan sentetik boyarmaddelerle çalışıldığında ise solmaların meydana gelmesi ve bu solmalarla kumaşın diğer bölgelerinde renk ahenginin bozulma tehlikesinin olmasıdır (Tekstilde Boya ve Boyarmaddeler-1 2010).

Çift bağlardaki elektronlarının kolaylıkla aktifleşebilmeleri nedeniyle, görülen spektrum bölgesinde (400-700) bir absorpsiyon için bileşikte çift bağların bulunması şarttır. Bugün kullanılan sentetik boyarmaddelerin çoğunda çift bağlı çözünen molekül olarak; benzen, naftalin, antrasen gibi aromatik çekirdekler kullanılmaktadır.

Boyarmaddeler; sudaki çözünürlüklerine göre, suda çözünen boyarmaddeler ve suda çözünmeyen boyarmaddeler olmak üzere iki gruba ayrılmaktadır. Boyarmaddeler içerdikleri gruplara göre suda çözünür veya çözünmezler ya da geçici çözünürlük kazanırlar. Kalıcı çözünürlük grupları;  $-SO_3Na$ ,  $-NH_3Cl$ ,  $-NR_3Cl$ ,  $-OH$ ,  $-NH_2$  olup asit, direkt, reaktif, bazik

boyarmaddelerde kullanılmaktadır. Geçici çözünlük gruplar ise, -ONa olup küp boyarmaddelerin yapısında bulunmaktadır.

Boyarmaddeler bir materyale, uygun reaksiyon maddeleriyle veya kendiliğinden afinitesi olan ve birlikte muamele edildikleri materyale renklilik kazandıran kimyasal bileşiklerdir. Boyarmaddeler, doğal ve sentetik boyarmaddeler olmak üzere iki çeşittir. Pratikte, bugün kullanılan bütün boyarmaddeler sentetik boyarmaddelerdir.

Sentetik boyarmaddeler; doğal kaynaklardan elde edilmeyen, organik kimyasal hammaddelerden üretilmiş boyarmaddelerdir. Sentetik boyarmaddeler ilk defa 1856'da kömür katranından üretilmiştir. Kömür katranından yapılmış sayısız boyarmadde bileşiği, şimdi doğal boyarmaddelerin yerine geçmiştir. Bu sentetik boyarmaddeler sürekli olarak renk üstünlüğü ve haslığı açısından geliştirilmektedir. Rengin kalıcı güzelliği, üründe önemli bir faktördür. Şu an tekstil boyama işlemlerinde sentetik boyarmaddeler kullanılmaktadır(İçoğlu 2006).

İnsan gözü, bütün elektromanyetik dalgaları renk olarak görmeyip ancak dalga boyu 400-800 nm arasında olan elektromanyetik dalgaları görebilmektedir. Buna göre her dalga boyuna ait bir renk vardır. Bir ışının absorbe edilmesi, onun enerjisinin bileşiğin moleküllerindeki elektronların aktifleşmesi için gerekli enerjiye cevap vermesi ile mümkündür. Yani ışınlar, maddenin üzerine gelince elektronların aktifleşmesi için gerekli enerjiyi bu ışınlardan alırlar (o enerjiyi tekabül eden ışınları-rengi absorbe ederler) ve geri kalan kısmını yansıtırlar(Adıyaman ve Öden 2005).

İnsan gözünün bunların rengini fark edebilmesi "kromofor (renk meydana getirici)" denilen ve aromatik çekirdeklerin mor ötesi ışınlar bölgesinde olan absorpsiyonu görünür spektrum bölgesine kaydıran belirli grupların moleküle bağlanması ile mümkündür. Kromofor, organik bir molekül içinde renkli görünümü sağlayan atom, atom grubu veya elektronlardır. Kromofor gruplarının hepsi çift bağ içerirler (-N=N-, azot grubu; -N=O-, nitro grubu; -N=O, nitroso grubu; C=O, karbonil grubu;...). Kromofor içeren aromatik halkalı sistemlere "kromojen" denir. Bunlara "oksokrom" denilen elektron verici hidroksil, amin, karboksil, sülfö gibi 1. dereceden substituentlerin ve "antioksokrom" denilen karbonil, nitrozo gibi 2. dereceden substituentlerin bağlanmasıyla hem renk koyulaşır, hem de renkli bileşik liflere karşı bir afinite kazanarak boyarmadde niteliği taşır (Yakartepe ve Yakartepe 1993).

Lif üzerine boyarmaddeler, bir veya birkaç fiziksel bağla bağlanır. Bu fiziksel bağlar; hidrojen bağları, Vander Waals, elektrostatik veya koordinatif bağlardır. Belirli durumlarda (reaktif boyarmaddeler) kovalent bağlarla kimyasal olarak da bağlanırlar. Boyarmaddeler pasta, toz, granül ve sıvı şeklinde satılır. Organik pigmentler, daha çok yoğunlaştırılmışdispersiyonlar ve pastalar seklinde satılırlar.

Bugün değişik yapıdaki maddelerde en iyi sonucu veren ve 35 bin değişik ticari marka ile satılan 7 bini aşkın sentetik boyarmadde ticari kullanıma sunulmuştur ve bunlara her yıl 200 kadar yeni ürün eklenmektedir.

Boyarmaddeleri; renk, kullanım yeri, ticari ismi, kimyasal yapı, çözünürlük ve aplikasyon şekline göre olmak üzere çeşitli şekillerde sınıflandırmak mümkündür. Kimyasal yapı ve aplikasyon esası ile sınıflandırma en yaygın olanıdır. Boyarmaddeleri yapısal olarak sınıflandırırken molekülün temel yapısı esas alınabildiği gibi molekülün kromojen ve renk verici özellikteki kısmı da esas olarak alınabilir. Aşağıda boyarmaddelerin sentez ve pratik uygulamanın göz önüne alındığı bir sınıflandırma verilmiştir.

1. Azo Boyarmaddeleri
2. Nitro ve Nitrozo Boyarmaddeleri
3. Polimetin Boyarmaddeleri
4. Arilmetin Boyarmaddeleri
5. Aza Annulen Boyarmaddeleri
6. Karbonil Boyarmaddeleri
7. Kükürt Boyarmaddeleri

Bunların içinde en yaygın olan boyarmadde cinsi azo boyarmaddeleridir. Organik boyarmaddelerin en önemli sınıfını oluşturan azo boyarmaddelerinin sayısı, diğer tüm boyarmadde sınıflarının toplamına eşittir. Küp ve kükürt boyarmaddeleri dışında diğer tüm boyama yöntemlerinde kullanılan boyarmadde yapısında azo grubuna rastlanır.

#### 4. ANTİBAKTERİYEL BİTİM İŞLEMLERİ VE KULLANILAN AJANLAR

Kozicki ve ark. (2013) yaptıkları çalışmada, pamuklu dokuma kumaşa yüzeysel antibakteriyel apre uygulamışlardır. Pamuk yüzey gümüş nitrat içeren bir baskı macunuyla kaplanmıştır. UVC ışınlama böylece de tekstil renk değiştirme, bir renkli ürün olarak gümüş nitrat dönüştürmek için kullanılmıştır. Renk ve örneklerin güvenilirliği UVC enerjisi absorbesine ve baskının formülasyonuna bağlıdır. Pamuk üzerine gümüş parçacıkların oluşumu ve enerji dağılımı Taramalı elektron mikroskobu ile sağlandı; X-ışını kırınımı analizi ve time-of-flight ikincil iyon kütle spektrometresi X-ışını spektrometresi bu ürünler ile ilgili net bir bilgi vermedi. Mikrobiyolojik çalışmaların örnekleri Escherichia coli, Bacillus subtilis ve Staphylococcus aureus proliferasyonunu inhibe ettiğini göstermiştir. Yıkama haslığı testi en az 50 yıkama için numunelerin direncini doğrulamıştır.

Xue ve ark. (2012) yaptıkları çalışmada gümüş nanopartiküllerin (AgNPs) pamuklu kumaşlardaki süperhidrofobik, kondüktiv ve antibakteriyel özelliklerini incelemişlerdir. Bunun için ilk olarak pamuklu kumaş gümüş nanopartikülleri ile kaplanmıştır. Ardından yapı analizi yapılarak SEM görüntüleri çekilmiştir. Daha sonra kumaş antibakteriyel açıdan değerlendirilmek üzere pamuklu kumaşa AATCC 147 agar test yöntemi uygulanmıştır. Bunun için gram (-) bakteri olan E.Coli kullanılmıştır. Sonuç olarak, antibakteriyel özellik kazandırması açısından gümüş nanopartikül incelendiğinde iyi bir antibakteriyel etki sağladığı sonucuna varılmıştır. Özellikle biyomedikal uygulamalarda kullanılacak olan tekstillerde alternatif bir antibakteriyel ajan olabileceği düşünülmüştür.

Hajipour ve ark. (2012) yaptıkları çalışmada antibakteriyel aktiviteye sahip, inorganik nano yapı malzemeler ve yüzey değişikliklerinin özellikleri ve uygulamaları üzerine literatür çalışması gerçekleştirmişlerdir. Tekstil sektöründe antibakteriyel ajanlar çok önemlidir, su dezenfeksiyonu, tıp ve gıda paketlenme, dezenfeksiyonu için kullanılan organik bileşikler, bu tür metal oksit nanopartiküller (NPS) gibi inorganik dezenfektanlara olan ilgi giderek artmaktadır. İnsan vücudu için toksisite de dahil olmak üzere bazı dezavantajları vardır. Geliştirilmiş antibakteriyel ajanlar yerel çevre dokuya toksik olmayan, bakterileri yoktur. Özellikle, farklı NP malzemelerin rolü tartışılmıştır. Nanopartiküllerin antibakteriyel aktivitesi (örneğin, biyofilmlerin için) bir kaç açıdan iyi eğilimleri olsa da, bireysel çalışmalar da genelleme yapmak zordur.

Lorenz ve ark. (2012) yaptıkları çalışmada yıkama ve durulama döngüsü sırasında ticari olarak sekiz farklı türde bulunan gümüş tekstilinden gümüş sürümünü araştırmışlardır.

Nano gümüş antibakteriyel tekstil dahil olmak üzere birçok uygulamada kullanılır. Bu tür tekstillerin yıkaması önemli bir süreç olduğu tespit edilmiş olup atıksu içerisinde dağılımıyla sonuçlanır. Serbest gümüş boyutu-fraksiyone ve elektron mikroskopi kullanılarak karakterize edilmiştir. Buna ek olarak, tekstil ürünlerinin antibakteriyel işlevi yıkamadan önce ve sonra test edilmiştir. Üç tane farklı boyutta ve şekilde kumaş, bir metalik gümüş tel ve dört tane nano boyutlu gümüş (etiketli veya üreticilerin bilgilerle doğrulandı) içeren kumaşlar kullanılmıştır. Tekstil ilk gümüş içeriği 1.5 ve 2925 mg Ag / kg arasındadır. % 34-80 450 nm'den daha büyük parçacıklar şeklinde olduğu bir gümüş saptanabilir miktarda tekstil sadece dört. Ti / Si-AgCl nanokompozitler, AgCl nanopartiküller, büyük AgCl parçacıklar, nanosilver sülfid ve metalik nano-Ag, sırasıyla tanımlanan yıkama solüsyonlarının yayımlanan parçacıkların mikroskopik analizi yıkanır olarak incelenmiştir. Nanopartiküller esas olarak yüksek derecede aglomere şeklinde bulunmuştur. Tespit nanotextiles örneği, diğer tekstil ürünlerinin bazıları ise en yüksek antibakteriyel aktivite göstermiştir gümüş tel ve düşük gümüş içeriği olan bir biriyle, tüm bakterilerin büyümesini azalttığı sonucunu vermemiştir. Gümüş tekstil yıkama sırasında yıkama suyunda AgCl en sık gözlenen kimyasal form olduğu görülmüştür.

Hebeish ve ark. (2011) yaptıkları çalışma ile nano boyutlu gümüş partikülleri (AgNPs) üretmişlerdir. 50 ve 100 ppm olmak üzere 2 farklı nano boyutlu gümüş koloidal konsantrasyonlarında AgNPs'ler üretmişlerdir. İlk olarak 2 farklı konsantrasyon olan 50 ve 100 ppm'deki AgNPs 25°C'de oda sıcaklığında bekletilmiştir. Daha sonra kumaş 30 saniyede pad-batch yöntemine göre AgNPs içerikli konsantrasyonlardan geçirilmiştir. Ardından numuneler 70°C'de 3 dakika kurulmuş ve 150°C'de 2 dakika fiske edilmiştir. Her iki konsantrasyondaki kumaş numunesinde antibakteriyel testi yapılmıştır. Testlerin hepsinde E.Coli ve S. Aureus kullanılmıştır. Kumaşların her ikisine de 20 yıkama yapılmıştır. Gümüş nanopartiküller bakteri aktiviteleri açısından değerlendirildiğinde 20 yıkama sonrasında 50 ppm konsantrasyonuyla elde edilen gümüş nanopartiküllerin 100 ppm'e göre bakterilere karşı aktiviteleri daha iyi olmakla beraber bakteri etkinliğini azalttığı görülmektedir.

Tekstil ürünleri yapıları ve kullanıldıkları yerler açısından mikro organizmaların yaşaması ve çoğalması için uygun sıcaklık, nem ve besin maddesi sağlayan ortamlardır. Gümüş; antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri ile geniş spektrumlu bir antibakteriyel madde olarak yüzyıllardır pek çok alanda güvenle kullanılmaktadır. Gümüş; metalik gümüş, gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin formlarında uzun yıllardır yanıkların, yaraların ve çok sayıda bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılmaktadır. Bakır, çinko, titanyum, altın gibi



diğer metal iyonlarının da antibakteriyel özellikte oldukları bilinmektedir, ancak bakterilere, virüslere ve diğer ökaryotik mikroorganizmalara karşı en iyi etkinliği gümüş göstermektedir. Gümüşün antibakteriyel madde olarak çok önemli avantajları bulunmaktadır. Bu avantajlar; gümüşün çok geniş spektrumlu bir antibiyotik olması, gümüşe bakteri direncinin neredeyse hiç bulunmaması ve düşük konsantrasyonlarda toksik olmamasıdır.

Fonksiyonel tekstil ürünleri arasında önemli bir yeri olan antibakteriyel tekstiller gerek günlük kullanım alanlarında ve gerekse özel kullanım alanlarında önemli ölçüde pazar payı olan tekstil ürünleridir. Ekonomik ve sosyal refah açılarından gelişmiş toplumlarda binaların, ulaşım sistemleri ve araçlarının emniyet ve güvenlik seviyelerinin artırılması, insan sağlığını tehdit eden mikro organizmaların çoğalmasının engellenmesi insanların temel ihtiyaçları arasına girmiştir(Can ve Körlü 2011).

Nischala ve ark. (2011) yaptıkları çalışmada çekirdek kısmı gümüş, dış katmanı silika kaplı partiküllerin antibakteriyel açıdan incelemişlerdir. Bunun için çekirdek kısmı 1-2 nm boyutunda olan gümüş partiküller ile 270 nm boyutunda silika ile kaplı antibakteriyel ajan olarak kullanılacak madde sentezlemişlerdir. Bu maddenin sentezinde, tetraetil oksolat, etanol, AR grade, amonyum hidroksit, gümüş nitrat, glukoz ve sodyum karbonat kullanmışlardır. Çalışmaların hepsinde pamuklu kumaş kullanılmıştır. İlk olarak silika partikül sentezlenmiştir. İkinci olarak ise, silika-gümüş kompozit yapı oluşturulmuştur. Bu kompozit yapının karakter analizi aydınlatılarak TEM görüntüsü çekilmiştir. Ardından ise elde edilen bu silika-gümüş kompozit pamuklu kumaşa applike edilmiştir. Kumaştaki antibakteriyel değerlendirme için, 100 mm\*50 mm boyutlarında pamuklu kumaş kesilerek AATCC147 test metoduna göre antibakteriyel testi yapılmıştır. Akabinde kumaş 50 mL suda 15 dakika olmak üzere 10 yıkamaya tabi tutulmuştur. Sonuç olarak, oluşturulan bu kompozit yapı pamuklu kumaşa iyi bir antibakteriyel etki göstermekle beraber, 10 yıkamaya kadar bu etkiyi koruyabilmektedir.

Nischala ve ark. (2011) yaptıkları çalışmada silika-gümüş çekirdek kabuk parçacıklarının antibakteriyel tekstilde kullanımı üzerine çalışma gerçekleştirmişlerdir. Silika gümüş çekirdek-kabuk parçacıklarının basit bir kimyasal yöntemle sentezlendi ve bir antibakteriyel madde olarak pamuklu kumaş üzerinde kullanılmıştır. (1-2 nm) Son derece küçük gümüş nanopartikülleri ortalama 270 nm büyüklükte silika çekirdek parçacıklara tutturulmuştur. Nano gümüş parçacıkların optimum yoğunluğu iyi antibakteriyel aktivite göstermesi için yeterli olduğu bulunmuştur. Çekirdek-kabuk parçacıkları içeren gümüş bakteri

konsantrasyonuna (kob) karşı% 100 etkinlik göstermiştir. Kabuk parçacıklarının yoğunluğu ve boyutlarındaki değişiklik yüzey plazmon rezonans karakteristikleri transmisyon elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Antibakteriyel etkinlik testi 10 kere yıkanmış pamuklu kumaş örneği iyi antibakteriyel aktivite göstermiştir.

Messaoud ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada gümüş nanopartikülleri fotokatalitik uygulama ile antibakteriyel fonksiyonlandırılması üzerine bir çalışma yapmışlardır. Tamamen ıslak kimyasal yöntemlere dayalı bir inorganik nano ölçekli Ag metalik partiküllerle solüsyon oluşturmak için çalışılmıştır. Anataz  $TiO_2$  nanocrystallites sıvı süspansiyonları sol-jel yöntemine göre hazırlanmıştır. Gümüş nanopartiküller (NPS)  $TiO_2$  sıvı süspansiyonları içinde seyreltilmiş gümüş tuzunun fotokatalitik azaltılması yoluyla oluşturulmuş ve karışık Ag- $TiO_2$  süspansiyon oluşumu ile sonuçlanmıştır ve UV ışınlarına maruz kalmıştır. Metalizasyon aşamasında solüsyon oluşumunda ki mekanizmalar ve metalizasyon sonrası mekanizmalar UV / vis spektroskopi tarafından incelenmiştir. Çıkan gümüş nanopartiküllerin kimyasal-yapısal ve morfolojik özellikleri, elektron mikroskobu ve X-ışınları fotoelektron spektroskopisi tarama, transmisyon elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Ag- $TiO_2$  süspansiyonları pamuk bazlı tekstil örnekleri üzerinde emprenye edilmiş ve böylece fonksiyonel antibakteriyel tekstil E. coli ve L. innocua bakterilerine aktivite açısından incelenmiştir. Tekstil elyaflarına bağlanmış  $TiO_2$  nanopartiküllerin hiçbir antibakteriyel aktiviteye sahip olmamakla beraber, çeşitli AgMP'larına bağlı fonksiyonel tekstil güçlü bir antibakteriyel aktivite sergilemiştir.

Antibakteriyel özellik kazandırılan tekstil ürünleri mikroorganizmaların neden olduğu olumsuzlukları azaltmaya ve ortadan kaldırmaya yardımcı olmaktadır. Bu ürün gurupları mikroorganizmaların enfekte olmalarının önüne geçilmesi, enfeksiyonların kontrol altında tutulması, mikro organizmalardan kaynaklanan koku, lekelenme ve renk değişiminin önüne geçilmesi ve kalite kaybının engellenmesi amacı ile kullanılmaktadır(Li ve ark. 2010).

Li ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada gümüş nano partiküllerinin E.Coli üzerinde antibakteriyel etki mekanizmasını incelemişlerdir. Bu çalışmada gümüş nano partiküllerinin öncelikle hücre zarının yapısını bozarak hücre içine girdikleri, daha sonra solunum enzimlerini, sistine ait tiol (-SH) gruplarındaki hidrojen atomlarının yerlerini değiştirerek (-S-Ag-) inhibe ettikleri gözlemlenmiştir. Hücre zarı geçirgenliği bozulan ve solunum yapamayan bakterinin gelişmesi ve çoğalması durmaktadır.

Ravindra ve ark. (2010) yaptıkları arařtırmada, gümüş nanopartikülleri (AGNPS) yüklü pamuk liflerinin antibakteriyel etkinliđinin Okaliptüs citriodora ve Ficus bengalensis doğal özler "yeşil süreci", kullanılarak geliştirilmesi üzerine çalışmışlardır. Pamuk lifleri üzerinde AGNPS oluşumu, UV-Vis tarafından gözlenmiştir. Gümüş nanopartiküllerin boyutunun ~ 20 nm olduđu bulunmuştur. Pamuk lifleri üzerinde oluşan gümüş nanopartiküllerin yapısı ve morfolojisi elektron mikroskobu ile teyit edilmiştir. Gümüş nanopartikülleri ile yüklü pamuk elyafların, antibakteriyel aktivitesi gram-negatif Escherichia coli (E. coli) bakterilerine karşı deđerlendirilmiştir. Sonuçlar pamuk lifleri üzerinde% 2 yaprak özleri ile birleşmesiyle mükemmel bir antibakteriyel aktivite göstermektedir. Bu lifler de hatta tıbbi ve enfeksiyon önleme uygulamalarında kullanımını gösteren birkaç yıkamadan sonra üstün antibakteriyel aktivite sergilemişlerdir.

Khalil-Abad ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada süperhidrofobik pamuklu tekstil hazırlamak için basit ve etkili bir yöntem incelemişlerdir. Gümüş partiküller çift boyutlu bir yüzey pürüzlülüđü oluşturmak üzere polimerik sterik stabilizatör varlığında, askorbik asit ile muamele ile indirgeme, ardından sulu KOH ve AgNO<sub>3</sub> muamele ile pamuk lifleri üzerinde üretilmiştir. Octyltriethoxysilane ile parçacık iktiva eden pamuklu tekstil deđişik hidrofobik yüzeylere yol açmıştır. Hazırlanan yüzeyler su damlası 10 mL damlacık için 151° bir statik temas açısı sergilemiştir. Deđiştirilmiş pamuk, Gram-pozitif ve Gram-negatif bakterilere karşı güçlü antibakteriyel aktiviteye sahiptir. Bu modifiye edilmiş pamuklu tekstil potansiyel olarak yararlıdır; biyomedikal ve genel olarak uygulamaların geniş bir çeşitlilik içinde süperhidrofobik antibakteriyel kumaşlar gibi kullanılabilirler.

Üreyen ve ark. (2010) yaptıkları çalışmada gümüş katkılı selülozik lif/pamuk karışımından üretilen kumaşların antibakteriyel aktivitelerini ve yıkama dayanımlarını analiz etmek, kumaşlarda bulunan gümüş miktarını belirlemek ve antibakteriyel aktivite ile gümüş içeriđi arasındaki ilişkiyi arařtırmışlardır. Bu amaçlar doğrultusunda deniz yosunu ve gümüş iyonu içeren SeaCell® Active lifleri ile pamuk lifleri, beş farklı oranda karıştırılarak örme kumaşlar üretilmiştir. Tüm kumaş numuneleri ağartılmış ve 60 defa yıkanmıştır. Antibakteriyel aktivite AATCC 100-1999 test metoduna göre her on yıkama sonrasında test edilmiştir. Kumaşların gümüş içeriđi atomik absorpsiyon spektrofotometresi (AAS) ile belirlenmiştir. Lif ve kumaş yüzeyleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) ile incelenmiştir. Antibakteriyel testler %3 SeaCell® Active lifi içeren kumaşlarda dahi çok sayıda yıkama sonrasında antibakteriyel etkinin elde edilebildiđini göstermiştir. Gümüş içeriđi ile bakteri sayısındaki azalma arasında önemli

korelasyon bulunmuştur. Ster kumaşların aksine, selülozik/poliester karışımı kumaşların etkili bir şekilde sıvı absorpsiyonu ve iletimini sağladığı bulunmuştur.

Raj ve ark. (2009) yaptıkları çalışmada farklı antibakteriyel ajanlar arasında, gümüşü enfeksiyonlarla mücadele konusunda literatür çalışması yapmışlardır. Gümüş nanopartiküllerin potansiyel bir antibakteriyel ajan olarak dikkate değer bir dönüş yaptığından bahsetmişlerdir. Çeşitli patojenik bakterilerin çeşitli antibiyotiklere karşı direnç göstermesinde gümüş nanoparçacıkların kullanımının öneminden bahsetmişlerdir. Bu nedenle gümüş nanopartiküllerin gümüş esaslı örtüler, nanojel gümüş kaplamalı tıbbi cihazlar ve değişen tıbbi uygulamalarda kullanılabilirliğinden bahsetmişlerdir. Gümüş iyonları, gümüş bileşikleri ve gümüş nanopartikülleri arasında, antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri yaygın olarak incelenmiştir. Gümüş antibiyotikler ile karşılaştırıldığında mikroorganizmaların gümüşe karşı direnç geliştirmesi olası değildir. Eşsiz fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip gümüş nanopartikülleri yeni antibakteriyel ajanların geliştirilmesinde alternatif olarak değerlendirilmiştir.

Antibakteriyel maddelerin mikro organizmaları öldürmek veya çoğalmalarını engelleme mekanizmaları çeşitlidir. Bu mekanizmalar,

- mikro organizmaların hücre duvarlarına zarar vermek,
- hücre duvarı sentezine engel olmak,
- hücre duvarının kalıcı olarak tahrip edilmesi,
- protein ve nükleik asit sentezlerinin engellenmesi,
- enzim hareketlerinin engellenmesi yöntemleri ile çalışmaktadır (Palamutcu ve ark.2009)

Şam ve ark. (2007) yaptıkları çalışmada  $TiO_2$ 'in fotokatalitik etkileri üzerine yaptıkları literatür araştırmasında  $TiO_2$ ' in tek başına, gümüş katılarak ve tungsten ve molibden katılarak yapılan çalışmalarını incelemişlerdir.  $TiO_2$  tek başına kullanıldığında oluşan  $O_2^-$  radikalleri sistemdeki  $H_2$  ile reaksiyona girerek hidroksil ve hidrojen peroksit radikali oluşturduğunu bu oluşan türlerinde hücre membranına hasar verdiğini belirtmişlerdir. Gümüş ile beraber kullanıldığında tek başına kullanılan ile aynı mekanizmaya sahip olduğunu belirtmişlerdir. Tungsten ve molibden kullanıldığında havadaki bakteriler için kullanımının daha uygun olacağı belirtilmiştir.

Antibakteriyel tekstil ürünleri özellikle gelişmiş ülkeler başta olmak üzere hastane ve hijyen amaçlı kullanım alanları dışında günlük hayatta da yaygın olarak kullanılmaktadır.

Örneğin otel tekstilleri, bebek giysi ve eşyaları, döşemelikler, mutfak silme bezleri, havlular, peçeteler, sporcu giysileri, avcı giysileri ve çorap gibi çeşitli alanlarda kullanılan tekstil ürünlerinin antibakteriyel özellikte olması istenmektedir. Bu şekilde antibakteriyel özellik kazandırılan ürünlerde antibakteriyel etkinliğinin devamlılığı esastır (Grupta ve Bhawmik 2007).

Gupta ve Bhaumik (2007) yaptıkları çalışmada antibakteriyel tekstiller konusunda araştırmalara yer verilmiş ve mikroorganizmaların tekstiller üzerindeki olumsuz etkileri ortaya konmuştur. Doğal elyafın yapay liflere oranla daha çok nemi absorbe etme yeteneği olduğundan dolayı bakterilerin doğal lifler üzerinde daha hızlı ve kolay bir şekilde üreyebildiklerinden söz edilmiştir. Bunun yanı sıra mikroorganizmalardaki popülasyon artışının tekstil ürünleri ve insan sağlığı açısından etkileri belirtilmiştir.

Mikroorganizmaların tekstil materyali üzerinde kontrolsüz çoğalması, tekstil materyali üzerinde renk değişimi, kötü koku, tutum özelliklerinin kötüleşmesi, performans özelliklerinin olumsuz etkilenmesi gibi pek çok istenmeyen sonuca neden olmaktadır. İnsan sağlığı açısından bakıldığında ise özellikle hastanelerde, mikroorganizmaların taşınması ile enfeksiyonun yayılması sonucunu doğurmaktadır. Bu durum antibakteriyel tekstil ürünlerini daha çok üretilir ve kullanılır hale getirmektedir. Tekstil yapılarının aralarına yerleşen mikro organizmalar tekstil ürünün kendisine ve kullanıcıya zarar verebilmektedir(Üreyen ve ark. 2005).

Holt ve ark. (2005) yaptıkları çalışmada, ortamdaki potasyum miktarındaki artışın gümüşün mikroorganizmalara karşı olan toksikliğini artırdığını rapor etmişlerdir.

Wilk ve Dziworska (2005) yaptıkları çalışmada kapsamında gümüş içerikli kumaşlar elde etmişlerdir. Bu üretilen ve test edilen tüm gümüş içerikli kumaşların Staphylococcus aureus bakterisine karşı antibakteriyel testi yapışmış olup, kumaşların Staphylococcus aureus bakterisine karşı yüksek dayanıma sahip olduğu görülmüştür. Üreyen farklı oranlarda SeaCell Active lifi ile pamuk lifini karıştırarak open end rotor iplik makinesinde eğrilebilirliklerini ve iplik özelliklerini incelemiştir. Ayrıca farklı oranlarda SeaCell Active lifi içeren örme kumaşların antibakteriyel aktivitelerini ve 60 yıkamaya kadar yıkama dayanımlarını test etmiştir. Sonuç olarak %3 SeaCell Active lifi içeren kumaşlarda dahi antibakteriyel aktivite olduğunu belirlemiştir.

Üreyen ve ark. (2005) yaptıkları çalışmada alternatif bir antibakteriyel madde üreterek bu maddenin farklı kumaş tiplerine etkilerini incelemişlerdir. Bunun için ilk önce gümüş katkı kalsiyum fosfat esaslı antibakteriyel toz yaş kimyasal yöntemine göre sentezlenmiştir. Bu elde edilen yapı nano boyutlarda olmakla beraber, pamuk, PES ve modal kumaşlara uygulanmıştır. Ardından Gram (-) E.Coli bakterisine karşı her üç kumaş içinde antibakteriyel testler yapılmıştır. Antibakteriyel testlerin akabinde her bir kumaş için 20 kez yıkama işlemi yapılmıştır. Her üç kumaş içinde yapılan antibakteriyel testlerde gümüş katkı antibakteriyel apre kimyasalının bakteri aktivitesi başarılı olmuştur.

Jeong ve ark. (2004) yaptıkları çalışmada küre şeklinde gümüş toz içeren iki gümüş partikül kullanılmış olup ilk olarak, Silver I olarak isimlendirilen gümüş partikülün boyutu 100nm ve silver II olarak adlandırılan diğer gümüş partikülün ise boyutu 1 um'dir. Polipropilen cipsler ile gümüş partiküller 250 C'de ve 5 dakika süreyle karıştırılmıştır. Polipropilenin içinde gümüş partiküllerin oranı %0.1, %0.25, %0.5, %0.75, %1 ve %3 olmak üzere hazırlanmıştır. Böylece polipropilen içinde gümüşün hangi oranda daha iyi etki sağladığını gözlemek için SEM görüntüleri çekilmiştir. Daha sonra her bir partikül için kantitatif bakterial testi olan AATCC 100 1999 testi uygulanmıştır. SEM görüntüsüyle elde edilen film yüzeyleri sonucunda iyi bir antibakteriyel matriks bulunmuştur. Bütün kompozitler birleştirildiğinde Silver I ile çok iyi bir antibakterial davranış görülmekle birlikte aynı zamanda Silver I, 0.5'in altındaki yüzdelerde de Silver II'ye göre daha iyi bir sonucu göstermiştir.

Feng ve ark. (2000) yaptıkları çalışmada gümüş iyonlarının gram-pozitif S.Aureus ve gram-negatif E.Coli bakterileri üzerinde meydana getirdiği morfolojik değişimler incelenmiştir. Çalışmada iyon kaynağı olarak AgNO<sub>3</sub> kullanılmıştır. Gram-pozitif S.Aureus'un tipik bir pozitif bakteri olarak sahip olduğu kalın hücre duvarı nedeniyle gümüş iyonlarına daha iyi direnç gösterebildiği görülmüştür. Yine çalışmada kendisini serbest haldeyken kopyalayabilen DNA'nın hücre içerisinde daha yoğun forma dönüştüğü bu durumun DNA'nın kendisini kopyalama yeteneğini kaybettiğini gösterdiği bildirilmiştir.

Liau ve ark. (1997) yaptıkları çalışmada tiol (-SH) grupları içeren amino asitler ile içermeyen aminoasitlere gümüş iyonlarının etkisi incelenmiştir. Çalışmada tiol grubu içeren aminoasitlerde gümüş iyonlarının tiol gruplarına bağlandıkları net bir şekilde açıklanmıştır.

Tekstil ürünlerinde antibakteriyel etkinliğin belirlenmesi için genel olarak difüzyon agar yöntemi (yarı kantitatif), kantitatif yöntem ve bozulma yöntemi kullanılmaktadır. Yaygın

olarak kullanılan yöntemler AATCC 147, difüzyon agar yöntemi ve AATCC 100 kantitatif analiz yöntemidir. Uluslararası alanda tekstil ürünlerinde antibakteriyel etkinliğin belirlenmesi için kabul görmüş olan standart ISO 20743 standardıdır. Bu standart mevcut kullanılmakta olan yöntem ve standartların yetersiz kaldığı durumlarda teknolojik, ekolojik ve dermatolojik beklentilerin değerlendirildiği bir standarttır. Agar difüzyon test yöntemi olarak tanımlanmış olan (AATCC 147, JIS L 1902-2002, SN 195920-1992 ve diğer benzer standartlar) kantitatif sonuçlar vermekte olup basit ve çok sayıda numune için uygun olmaları nedeni ile tercih edilebilmektedirler. Yöntemin uygulanması sonucunda ortamda anti bakteriyel etkinlik olup olmadığı sadece var / yok şeklinde kantitatif olarak belirlenmektedir. Kantitatif yöntemler olarak bilinen AATCC 100-2004, JIS L 1902-2002 ve Sn195924-1992 standartları ile sayısal büyüklükler elde edilmektedir. Ancak bu standartlar Agar Difüzyon yöntemi ile yapılan ölçümlere göre çok daha zor ve uzun süren testlerdir. JIS L 1902 -2002 standardında gerçek yaşamdaki ortam şartlarına benzer durumda test yapılmakta, test ortamında organizmaların beslenebileceği besin miktarı sınırlı tutulmaktadır (Palamutcu S.ve ark., VII. Ulusal Ölçüm Bilim Kongresi).

## 5. MATERYAL VE METOD

Bu yüksek lisans tez çalışması üç bölümde incelenebilir.

- Metal naftenatların sentezi ve karakterizasyonu
- Metal naftenatların tekstil alanında boyarmadde olarak kullanılabilirliğinin araştırılması
- Metal naftenatların tekstil alanında antibakteriyel ajan olarak kullanılabilirliğinin araştırılması

Birinci bölümde farklı metal içerikli metal naftenatlar (metal siklo hekzan mono karboksilatlar ve metal siklo hekzan dikarboksilatlar) sentezlenerek kimyasal yapıları spektrofotometrik yöntemler ile aydınlatılmıştır.

Çalışmanın ikinci bölümünde ise elde edilen bu metal naftenatların boyarmadde olarak kullanılabilirliği incelenmiş olup, bu boyarmaddeler ile beş farklı kumaş (pamuk, yün, poliester, poliakrilnitril, poliamid) boyanmıştır. Bu beş tip kumaş içinden en düzgün boyamanın gerçekleştirildiği kumaş cinsi belirlenmiştir. En iyi boyama verimi yün kumaşta sağlanmıştır. Metal naftenatlar için optimum koşullar belirlenmiştir. Optimum koşullar çerçevesinde metal naftenatlar ile yün kumaşı boyama işlemleri gerçekleştirilmiş olup, bu kumaşların her birine kanserojen, alerjen ve haslık testleri ile birlikte renk spektrofotometresinde renk ölçüm testleri yapılmıştır. Ayrıca naftenatlar ile yapılan boyama işlemi sonrası tekstil atık boyama suyunun çevresel açıdan değerlendirilmesi amacı ile bulanıklık, pH, AKM ve KOİ değerlerine bakılmıştır.

Çalışmanın son bölümünde ise, çinko, bakır, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş naftenatların antibakteriyel aktiviteleri araştırılmıştır. Bunun için bu metal naftenatlar pamuklu kumaşlara emdirme yöntemine göre aplike edilmiştir. Denemelerde %100 pamuklu dokuma kumaş kullanılmıştır. Pamuklu kumaşta AATCC 147standartı çerçevesinde antibakteriyel etki araştırılmıştır. Bunun için gram pozitif ve gram negatif olmak üzere 6 farklı bakteri kullanılmıştır. Gram negatif olarak kullanılan bakteriler; *Escherichia coli* (ATCC29212), *Klebsiella pneumoniae*(ATCC13883), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC27853), Gram-pozitif bakteriler ise, *Staphylococcus aureus* (ATCC29213), *Bacillus subtilis* (NRRL NRS744), *Enterococcus faecalis* (ATCC29212) dir. Ardından ise antibakteriyel aktivitenin değerlendirilmesi açısından pamuklu kumaşa yıkama işlemleri uygulanmış ve



bunlardan en çok kaç yıkamaya kadar antibakteriyel etkinin devam edebileceği gözlemlenmiştir.

## 5.1 Materyal

Boyarmadde olarak bakır, kobalt ve nikel siklo hekzan monokarboksilatlar ile bakır, kobalt ve nikel siklo hekzan dikarboksilatlar sentezlenmiştir. Sentez reaksiyonlarında, siklo hekzan monokarboksilli asit, siklo hekzan dikarboksilli asit, bakır sülfat penta hidrat, kobalt klorür hekza hidrat, nikel klorür penta hidrat, sodyum hidroksit ve di etil eter kullanılmıştır. Denemelerde pH ayarlamak için asetik asit ve sodyum hidroksit kullanılmıştır.

Elde edilen bakır siklo hekzan monokarboksilat ve bakır siklo hekzan dikarboksilat yapı analizlerinde IR spektrumları Shimadzu IR-470 Infrared Spektrofotometrede KBr tablet kullanılarak çekilmiştir.<sup>1</sup>H NMR spektrumları için Varian marka 300MHz tip kullanılmıştır. Boyarmaddeler elde edilirken Hot-Plate 300°C 15 cm dairesel M15 tip Elektromagnetik karıştırıcı kullanılmıştır.

Farklı renklerde sentezlenen metal naftenatlar ile boyama işlemlerinin gerçekleştirilmesi için üç faktör incelenmiştir. İncelenen bu üç faktör sonucunda bakır, kobalt ve nikel naftenatlar için optimum koşullar oluşturulmuştur. Optimum koşullarda yapılan boyama işlemlerinde % 100 yün dokuma kumaş kullanılmıştır. Optimum koşullar çerçevesinde boyanan kumaşlara alerjik ve kanserojen testler ile haslık testleri yapılmıştır. Ayrıca optimum koşullarda boyanan bir metal naftenatın boyama işlemi sonrası boyama atık suyunun çevresel açıdan değerlendirilmesi açısından bulanıklık, pH, AKM ve KOİ testleri yapılmıştır.

Antibakteriyel ajan olarak ise, bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan monokarboksilatlar ile gümüş siklo hekzan dikarboksilat sentezlenmiştir. Sentez reaksiyonlarında, siklo hekzan monokarboksilli asit, siklo hekzan dikarboksilli asit, bakır sülfat penta hidrat, kobalt klorür hekza hidrat, nikel klorür penta hidrat, sodyum hidroksit, çinko klorür penta hidrat, potasyum klorür hekza hidrat, gümüş nitrat penta hidrat ve di etil eter kullanılmıştır. Denemelerde pH ayarlamak için asetik asit kullanılmıştır. Antibakteriyel ajan apliedilen % 100 pamuklu dokuma kumaşların AATCC 147 standardı çerçevesinde antibakteriyel etkinlikleri araştırılmıştır. Ardından kumaşlara 3, 5, 10, 15 ve 20 yıkama yapılarak antibakteriyel etkinliğin devam edip etmediği gözlemlenmiştir.

### **5.1.1 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan alerjik test**

Sentezlenen metal naftenatlar (bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar) ile optimum koşullarda boyanmış yünlü kumaşlara yapılan alerjik test IHTM AL.2.090&AL.2.178 DIN 54231 standardına göre yüksek performanslı likit kromotografisi & kütle spektroskopisi kullanarak Intertek Test Hizmetleri A.Ş. tarafından yapılmıştır.

### **5.1.2 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan kanserojen test**

Sentezlenen metal naftenatlar (bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar) ile optimum koşullarda boyanmış yünlü kumaşlara yapılan kanserojen test IHTM AL.2.091 DIN 54231 standardına göre yüksek performanslı likit kromotografisi kullanarak Intertek Test Hizmetleri A.Ş. tarafından yapılmıştır.

### **5.1.3 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan haslık testleri**

Optimum şartlarda metal naftenatlar (bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar) ile boyanan kumaşlara su, ter (asidik ve bazik olarak), sürtme, yıkama ve ışık haslık testleri yapılmıştır.

Tere karşı renk haslığı testleri ISO 105 E04 standardına göre Prowhite marka ter haslığı cihazı ile hem asidik hem de bazik ter haslığı olarak yapılmıştır. Bazik ter haslığı testi için, L-Histidin monohidroklorit monohidrat, sodyum klorür, disodyum hidrojen ortafosfat kullanılmıştır. pH 8'e 0.1 mol/L sodyum hidroksit kullanılarak ayarlanmıştır. Asidik ter haslığı için, L-Histidin monohidroklorit monohidrat, sodyum di-hidrojen fosfat dihidrat kullanılmıştır. pH 5.5'e 0.1 mol/L sodyum hidroksit kullanılarak ayarlanmıştır. Sürtmeye karşı renk haslığı, ISO 105X12 standardına göre Prowhite marka manuel krokmetre cihazı ile hem kuru hem de yaş sürtme olarak yapılmıştır. Yine bu kumaşlardaki suya karşı renk haslığı testi ISO 105 E01 standardına göre, yıkamaya karşı renk haslığı ISO 150 C06 standardına göre James H.Heal 815 20 L Gyrowash makinasında gerçekleştirilmiştir. Işığa karşı renk haslığı tayini ise, 105-B02:2001ISO 150 C06 standardına göre, James H.Heal 815 20 L Gyrowash makinasında Denge Kimya A.Ş. Laboratuvarlarında yapılmıştır. Denemelerde dispergator madde olarak DENPOL HT kullanılmıştır.

#### **5.1.4 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda boyanan kumaşların dCIELab ölçümleri ve K/S değerleri**

X-rite Macbeth İ7 küresel aynalı spektrofotometre, basit tristimulus metodu yerine bilgisayar destekli spektrofotometrik metoduyla yaptığı renk ölçümlerinde çok yüksek performansa sahiptir. Çalışmanın bu aşamasında da optimum şartlarda farklı metal naftenatlar (bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar) ile boyanan kumaşların X-rite Macbeth İ7 küresel aynalı spektrofotometre’de dCIELab ölçümleri yapılmış ve K/S değerleri hesaplanmıştır.

#### **5.1.5 Sentezlenen boyarmaddeler ile optimum koşullarda yapılan boyama sonrası boyama atık suyunun çevresel açıdan değerlendirilmesi**

Kobalt monokarboksilat ile optimum koşullarda boyama işlemi sonrası boyama atık suyuna KOİ testi ISO 15705 standart test metoduna göre yapılmıştır. AKM ve bulanıklık testi ise Standart Metodlar 2007’ye göre yapılmıştır.

#### **5.1.6 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara yapılan antibakteriyel testler**

Tekstil ürünlerinde antibakteriyel etkinlik ölçüm standartları numune kumaş üzerindeki antibakteriyel etkinliğin mevcudiyetini belirlemek için kullanılmaktadır. Bu çalışmada da antibakteriyel ajan olarak sentezlenen metal naftenatların (bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş naftenatlar) optimum koşullarda aplik edildiği kumaşlara AATCC 147, agar difüzyon test metodu uygulanmıştır.

## 5.2 Metod

### 5.2.1 Boyarmadde antibakteriyel ajan sentezi

Bu çalışmada bakır, kobalt, nikel siklo hekzan monokarboksilat ve dikarboksilat bileşiklerinin tekstilde boyarmadde olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır. Bunun için bakır, kobalt ve nikel siklo hekzan monokarboksilatlar ile bakır, kobalt ve nikel siklo hekzan dikarboksilatlar sentezlenmiştir. Antibakteriyel ajan olarak ise, bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan monokarboksilatlar ile gümüş siklo hekzan dikarboksilat sentezlenmiştir.

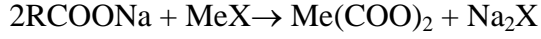
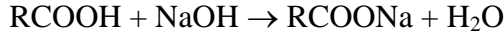
Boyarmadde ve antibakteriyel ajan olarak kullanılacak monokarboksilatlar ve dikarboksilatların deney reaksiyonları aynı şekilde gerçekleştirilmiştir. Bu reaksiyonların gerçekleşmesi için ilk olarak siklo hekzan monokarboksilli asit ve siklo hekzan dikarboksilli asit organik çözücü olan eterde çözülmüş ve (pH 7'de reaksiyona sokularak) asitlerin sodyum tuzları oluşturulmuştur (Yıldız ve ark. 2007). Sentezlenmiş olan metal siklo hekzan monokarboksilatlar ve metal siklo hekzan dikarboksilatları için asidin sodyum tuzu oluşturulduktan sonra üzerine her bir metal karboksilat için ilgili metal tuzu eklenerek elde edilmiştir. Metal karboksilatların sentezinde bakır siklo hekzan monokarboksilat ve bakır siklo hekzan dikarboksilat için bakır sülfat, kobalt siklo hekzan monokarboksilat ve kobalt siklo hekzan dikarboksilat için kobalt klorür eklenmiştir. Diğer metal karboksilatlar olan nikel siklo hekzan monokarboksilat ve nikel siklo hekzan dikarboksilat için de nikel klorür eklenmiştir. Antibakteriyel açıdan değerlendirilmek üzere sentezlenen çinko siklo hekzan monokarboksilat için çinko klorür, potasyum siklo hekzan monokarboksilat için potasyum klorür, gümüş siklo hekzan monokarboksilat ve dikarboksilat için gümüş nitrat eklenmiştir.

Bu reaksiyonlarda pH 7 olduğunda karboksil anyonu ve tuz katyonları su içerisinde tamamen dissosiyeye olurlar, ortam bazik olduğunda ise sodyum hidroksit ile metal sülfatlar kendi aralarında reaksiyona girerek metal hidroksitleri oluştururlar (Yıldız ve ark. 2012). Boyarmadde ve antibakteriyel ajan olarak kullanılacak olan metal naftenatlarından deneylerinde sentez reaksiyonları aşağıdaki gibi olmaktadır.

Metal siklo hekzan monokarboksilat reaksiyonu;



Bu reaksiyon iki kademeli olarak gerçekleşmektedir.

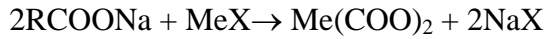
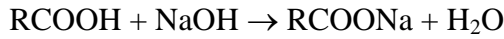


Me: Metal X:Tuz Anyonu

Metal siklo hekzan dikarboksilat reaksiyonu;



Bu reaksiyon iki kademeli olarak gerçekleşmektedir.



Me: Metal X:Tuz Anyonu

Boyarmadde olarak elde edilen metal siklo hekzan monokarboksilat ve dikarboksilatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri Çizelge 5.1.'de ve antibakteriyel ajan olarak elde edilen metal naftenatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri ise Çizelge 5.2.'de gösterilmiştir.

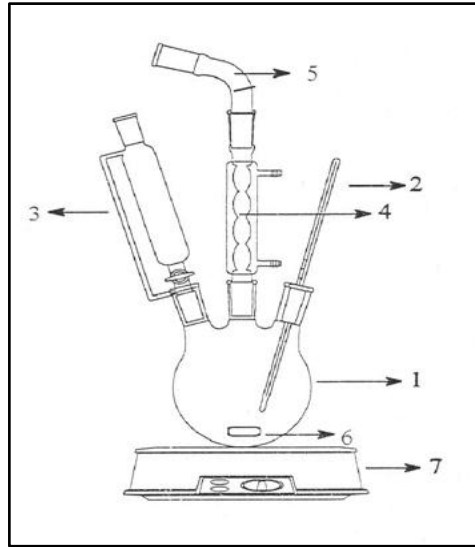
**Çizelge5.1.** Boyarmadde olarak elde edilen metal siklo hekzan monokarboksilat ve dikarboksilatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri

Metaller	Reaksiyona eklenen yüzdeleri
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{NiCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	% 10

**Çizelge5.2.** Antibakteriyel ajan olarak elde edilen metal naftenatların sentez reaksiyonlarında kullanılan metal %'leri

Metaller	Reaksiyona eklenen yüzdeleri
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{ZnCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{NiCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{KCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	% 10
$\text{NaOH} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	% 10

Şekil 5.1.'de gösterildiği gibi üç boyunlu balonun bir tarafına termometre, diğer tarafına geri soğutucu ve üçüncü boyuna ise damlatma hunisi yerleştirilmiştir. Balonun içerisine stokiyometrik olarak hesaplanan siklo hekzan monokarboksilli asidin ve siklo hekzan dikarboksilli asidin %10'luk eterdeki çözeltisi ve damlatma hunisine NaOH'in %10'luk çözeltisi konulmuştur. Manyetik karıştırıcı çalıştırılarak sıcaklık 40-45°C'ye getirilmiş ve damlatma hunisi açılıp 60 dakika NaOH damlatılarak karıştırılmıştır. Ortamın pH değeri 7-8 arasında ayarlanmıştır. Kompleks bileşikleri oluşturmak için, bakır, kobalt, nikel, çinko, potasyum ve gümüş metalleri kullanılmıştır. Manyetik karıştırıcı çalıştırılarak ısıtıcı ve damlatma hunisi açılmıştır. Reaksiyonlar 1 saat oda sıcaklığında karıştırılarak 24 saat bekletilmiştir. Oluşan çözeltilerin her biri ekstraksiyon balonuna alınarak organik faz ve sıvı faz ayrılmıştır. Organik fazdaki çözücü uzaklaştırıldıktan sonra sonuçta suda çözünmeyip organik çözücülerde çözünebilir metal siklo hekzan monokarboksilatlar ile metal siklo hekzan dikarboksilatlar elde edilmiştir(Yıldız ve ark. 2009).



Şekil 5.1. Naftenatların ekstraksiyon düzeneği görüntüsü (Yıldız ve ark. 2012).

(1-Üç boyunlu balon, 2-Termometre, 3-Damlatma Hunisi, 4-Geri Soğutucu, 5-CaCl<sub>2</sub> Tüpü 6-Balık 7-Manyetik Karıştırıcı)

Boyarmadde olarak sentezlenen her bir metal naftenat için verim yüzdeleri hesaplanmış olup, bu değerler Çizelge5.3.'de gösterilmiştir.

**Çizelge 5.3.** Boyarmadde olarak elde edilen metal naftenatların verim yüzdeleri

Bileşiğin adı	Verim yüzdeleri (%)
Bakır monokarboksilat	87.03
Nikel monokarboksilat	78.9
Kobalt monokarboksilat	65.4
Bakır dikarboksilat	85.9
Nikel dikarboksilat	75.8
Kobalt dikarboksilat	64.9

### 5.2.2 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanması

Bir boyarmadde ile renklendirme işleminin gerçekleştirilebilmesi için boyarmadde çözünürlüğü büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle, sentezlenmiş tüm boyarmaddelerin optimum çalışma koşullarının belirlenmesi amacıyla;

- 5 farklı boyarmadde konsantrasyonu (2-4-6-8-10 g/L),
- 5 farklı pH (1-4-7-10-13) ve
- 5 farklı dispergator konsantrasyonu (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L)

ile çalışılmıştır. Tüm bu koşullarda çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltiler ultrasonik banyoda 50-55°C'de 10 dakika süre ile bekletilerek maksimum çözünürlük sağlanmaya çalışılmıştır.

Denemelerde optimum boyarmadde tespiti için, pH 7'de 1 g/L dispergator kullanılarak, 5 farklı boya konsantrasyonunda (2-4-6-8-10g/L) boya çözeltileri oluşturulmuştur. Optimum pH tespiti için, 6 g/L boyarmadde ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'da (1-4-7-10-13) çözeltiler hazırlanmıştır. Optimum dispergator miktarının tespiti için ise, 6 g/L boyarmadde ile pH 7'de 5 farklı dispergator konsantrasyonunun da (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) çözeltiler hazırlanmıştır. Daha sonra tüm bu çözeltilerin filtreleme işlemleri yapılmıştır.

### **5.2.3 Sentezlenen boyarmaddelerin çeşitli liflerin boyanmasında kullanılabilirliğinin incelenmesi**

Çalışmada boyarmadde olarak elde edilen bakır, kobalt, nikel siklo hekzan monokarboksilatlar ve dikarboksilatlar ile 5 tip kumaşın (pamuk, yün, poliamid, poliester, pac) çektirme yöntemine göre boyama denemeleri yapılmıştır. Bu kumaş tipleri arasından optimum koşullar çerçevesinde en düzgün boyamanın gerçekleştirildiği kumaş tipi seçilerek metal naftenatlar ile bu kumaş tipini boyama işlemi gerçekleştirilmiştir.

### **5.2.4 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar için optimum antibakteriyel aktivite koşullarının saptanması**

Antibakteriyel madde olarak sentezlenen bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan monokarboksilatlar ve gümüş siklo hekzan dikarboksilat ile bu alanda en çok tercih edilen pamuklu kumaş emdirme yöntemine göre boyanmıştır. Emdirme yöntemine göre boyama işlemi;

- pH 5'te
- 1 g/L ıslatıcı
- 1 g/L dispergatör kullanılarak,
- 3 farklı antibakteriyel ajan konsantrasyonunda (5-10-40 g/L) gerçekleştirilmiştir.

Bu çözeltiler ultrasonik banyoda 50-55 °C'de 10 dakika süre ile bekletilmiştir. Üç farklı antibakteriyel ajan konsantrasyonu (5-10-40 g/L) deneneriçlerinden optimum konsantrasyon değeri saptanmaya çalışılmıştır.



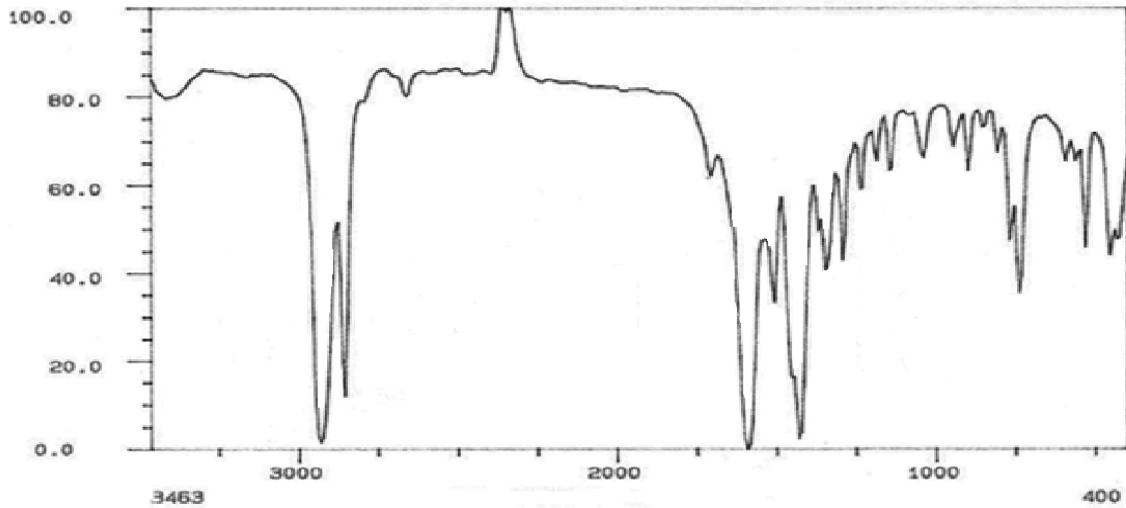
## 6. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

### 6.1 Sentezlenen Boyarmaddelerin ve Antibakteriyel Ajanların Karakterizasyonuna İlişkin Sonuçlar

#### 6.1.1 IR spektrumu

Boyarmadde ve antibakteriyel ajan olarak sentezlenen metal naftenatların yapı analizleri araştırılmıştır. Kompleks yapıları birbirinden farklı olan siklo hekzan monokarboksilatlar ve siklo hekzan dikarboksilatların IR spektrumunda yapıları aydınlatılmıştır.

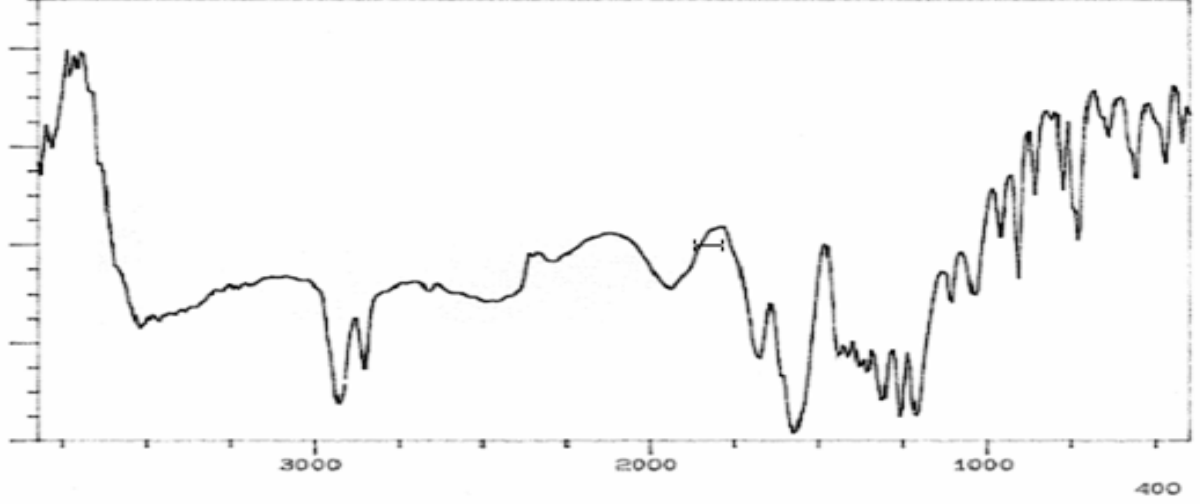
Bakır siklo hekzan monokarboksilat bileşiğinin Şekil 6.1 ile gösterilen IR spektrumuna bakıldığında  $1421$  ve  $1594$   $\text{cm}^{-1}$  de karboksil asit tuzu,  $1725$   $\text{cm}^{-1}$  de karbonil piki ve  $2941$ ,  $2876$   $\text{cm}^{-1}$  de ise alifatik alkan ( $-\text{CH}$ ,  $-\text{CH}_2$ ,  $-\text{CH}_3$ ) grupları tespit edilmiştir. Metal siklo hekzan monokarboksilatların sentezinde siklo hekzan monokarboksilli aside bağlanan metal değiştiğinde IR spektrumunda herhangi bir değişiklik olmamaktadır. Bu yüzden kobalt, nikel, çinko, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan mono karboksilat bileşiklerinde IR spektrumları Şekil 6.1.'deki gibidir.



Şekil 6.1. Bakır Siklo Hekzan Monokarboksilat bileşiğinin IR sonucu

Bakır siklo hekzan dikarboksilat bileşiğinin Şekil 6.2. ile gösterilen IR spektrumuna bakıldığında  $1430$  ve  $1574$   $\text{cm}^{-1}$  de karboksil asit tuzu,  $1681$   $\text{cm}^{-1}$  de karbonil piki ve  $2947$ ,  $2847$   $\text{cm}^{-1}$  de ise alifatik alkan ( $-\text{CH}$ ,  $-\text{CH}_2$ ,  $-\text{CH}_3$ ) grupları tespit edilmiştir. Metal siklo hekzan

dikarboksilatların sentezinde siklo hekzan dikarboksilli aside bağlanan metal değiştiğinde IR spekturumu değişmemektedir. Bu yüzden kobalt, nikel ve gümüş siklo hekzan dikarboksilat bileşiklerinin IR spektrumları Şekil 6.2.'deki gibidir.

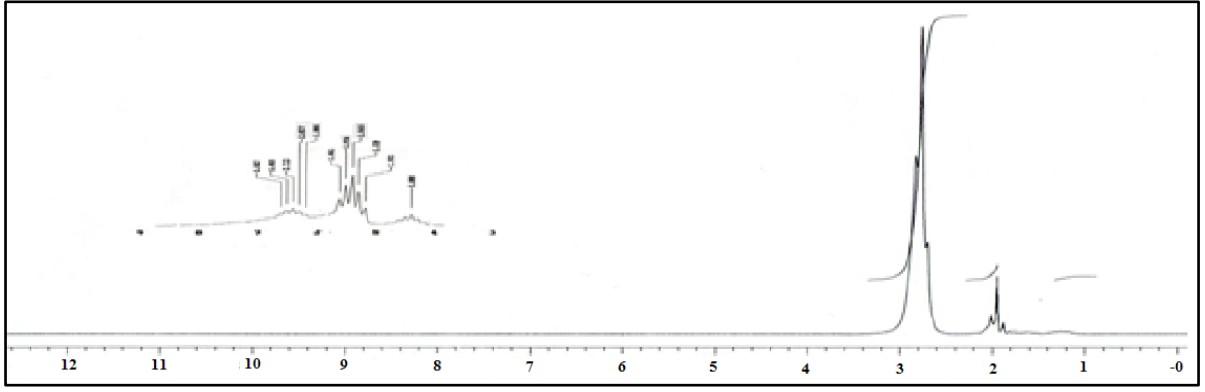


Şekil 6.2. Bakır Siklo Hekzan Dikarboksilat bileşiğinin IR sonucu

### 6.1.2 NMR spekturumu

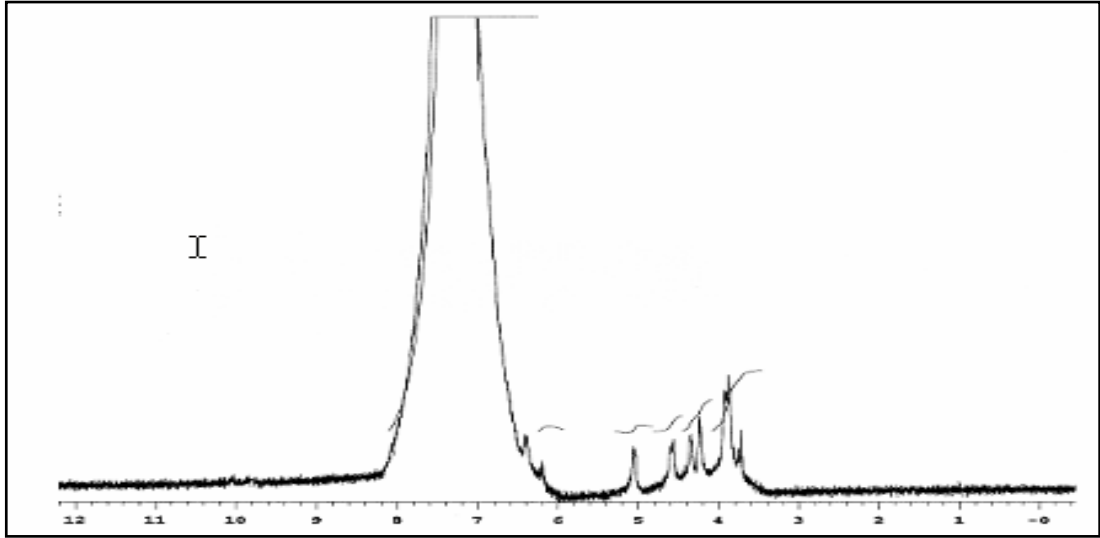
Kompleks yapıları birbirinden farklı olan siklo hekzan monokarboksilatlar ve siklo hekzan dikarboksilatların NMR spekturumuna bakılarak yapıları aydınlatılmıştır.

Şekil 6.3.'te bakır siklo hekzan monokarboksilat bileşiğinin NMR sonucu görülmektedir. Buna göre; 1.88-1.96 ppm sikloheksan halkasının metilen protonları (multiplet, m) 2.02 ppm sikloheksan halkasının metin protonu (multiplet,) gözlenmiştir. Metal siklo hekzan monokarboksilatların sentezinde siklo hekzan monokarboksilli aside bağlanan metal değiştiğinde NMR spekturumunda herhangi bir değişiklik olmamaktadır. Bu nedenle kobalt, nikel çinko, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan mono karboksilat bileşiklerinin NMR spektrumları da Şekil 6.3.'deki gibidir.



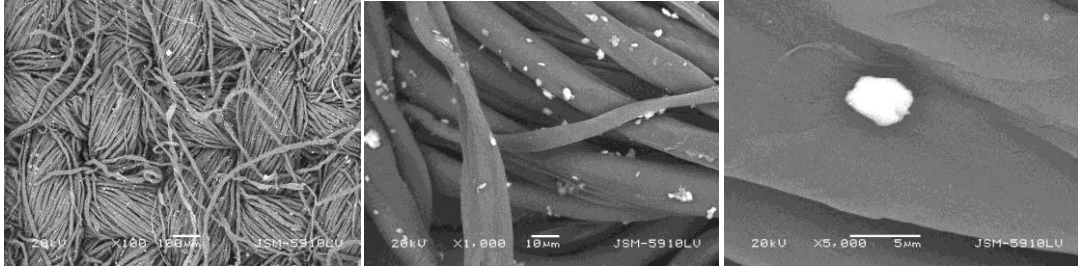
Şekil 6.3. Bakır Siklo Hekzan Monokarboksilat Bileşiğinin NMR sonucu

Şekil 6.4.'de bakır siklo hekzan dikarboksilat bileşiğinin NMR sonucu görülmektedir. Buna göre; 3.71-4.56 ppm siklohekzan halkasının metilen protonları (multiplet, m) 5.06 ppm siklohekzan halkasının metin protonu (multiplet,) gözlenmiştir. Metal siklo hekzan dikarboksilatların sentezinde siklo hekzan dikarboksilli aside bağlanan metal değiştiğinde NMR spekturumu değişmemektedir. Bu nedenle kobalt, nikel ve gümüş siklo hekzan dikarboksilat bileşiklerinin NMR spektrumları da Şekil 6.4.deki gibidir.



Şekil 6.4.. Bakır Siklo Hekzan Dikarboksilat Bileşiğinin NMR sonucu

Şekil 6.5.'de gümüş monokarboksilat (gümüş naftenat) applike edilmiş pamuklu kumaşların değişik büyütme oranlarında (X100, X1000, X5000) SEM görüntüleri verilmiştir.



**Şekil 6.5.** Gümüş monokarboksilat (gümüş naftenat) applike edilmiş pamuklu kumaşların değişik büyütme oranlarında (X100, X1000, X5000) SEM görüntüleri

## **6.2 Sentezlenen Boyarmaddeler için Optimum Çözünme Koşullarının Saptanmasına İlişkin Sonuçlar**

Bakır, kobalt ve nikel naftenatlar için optimum çözünme koşullarının saptanmasında üç faktör incelenmiştir. Bu faktörler sırasıyla; boyarmadde konsantrasyonu, pH ve dispergatör konsantrasyonudur.

### **6.2.1 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında boyarmadde konsantrasyonunun etkisi**

Bir renklendirme işleminden söz edebilmek için öncelikle boyarmaddeye ihtiyaç duyulmaktadır. Boyama işlemlerinde boyarmadde çözünürlüğü boyama verimliliği ve boyama işleminin düzgünlüğü açısından önem arz etmektedir. Bu yüzden sentezlenmiş olan bakır, kobalt ve nikel naftenatların boya banyolarında maksimum kaç g/L'lerinin çözünebileceğinin saptanması amacıyla pH 7'de, 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı boyarmadde konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) çözeltiler ile çalışılmıştır.

Ultrasonik sistem, boyama prosesinin tüm aşamalarında kullanılabilir. Sistemin avantajlarına bakıldığında ultrasonik enerji, kimyasal ve boyarmaddelerin daha iyi çözünmesini sağlayarak boyama haslıklarını ve derinliklerini arttırmaktadır. Ayrıca daha iyi bir çözünürlük sağlayarak, daha düzgün boyama işlemleri gerçekleştirilmektedir. Hazırlanmış olan çözeltilerin hepsi ultrasonik banyoda 50-55 °C'de 10 dakika süre ile bekletilerek maksimum çözünürlük sağlanmaya çalışılmıştır.

pH 7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.6.'da, bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler ise Şekil 6.7.'de gösterilmiştir.



**Şekil 6.6.** pH 7’de 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakırmonokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



**Şekil 6.7.** pH 7’de 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

pH 7’de 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.8.’de ve kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.9.’daki gibidir.



**Şekil 6.8.** pH 7’de 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



**Şekil 6.9.** pH 7’de 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.10.’da, nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.11.’de gösterilmiştir.



**Şekil 6.10.** pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



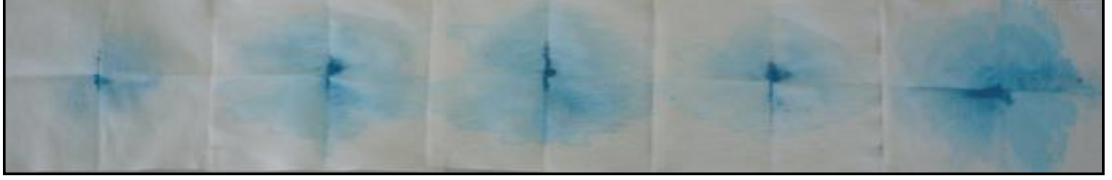
**Şekil 6.11.** pH 7’de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

Boya molekülleri çözeltide agregat oluşturma eğilimindedirler. Bu eğilim boya moleküllerinin molekül kütlelerinin artması ile artmakta, fakat artan sıcaklıkla beraber azalmaktadır. Ultrason enerjisi çözeltideki boya agregatlarının ayrışarak monomoleküler hale geçmesine neden olmaktadır (Vajnhandl ve Le Marechal 2005). Bu durum boyarmaddenin çözünürlüğünün ultrason varlığında daha yüksek olmasına yol açmaktadır. Bu çalışmada da boyarmadde çözünürlüğünün maksimum olması için ultrason teknolojisinden faydalanılmıştır.

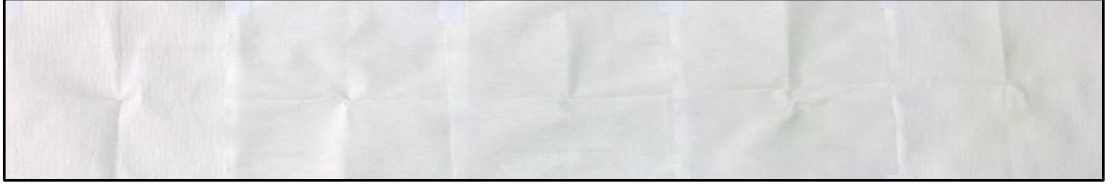
Bakır, kobalt ve nikel naftenatların ultrasonik banyoda çözündürülme işlemlerinden sonra çözeltilerde, çözünmeden kalan madde miktarları ve % olarak çözünen madde miktarlarının bulunması için tüm deney numuneleri filtre kağıtlarından geçirilmiştir. Her bir metal naftenat içingerçekleştirilen filtre işlemleri sonucunda elde edilen filtre kağıtlarının görüntüleri Şekil 6.12., 6.13., 6.14., 6.15., 6.16. ve 6.17.’deki gibidir.



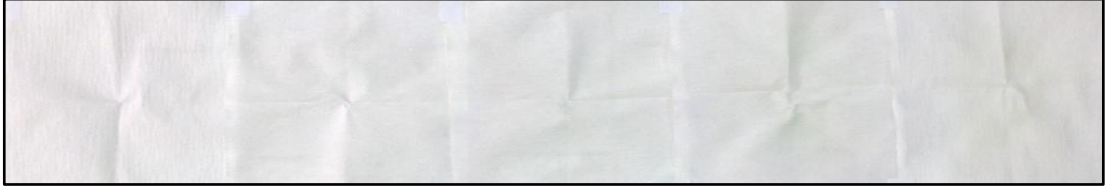
**Şekil 6.12.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.13.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.14.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.15.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.16.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.17.** pH7'de 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı bm konsantrasyonunda (2-4-6-8-10 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



Boyarmadde konsantrasyonları açısından tüm filtre kağıtları incelendiğinde, bakır naftenatların bulunduğu filtre kağıtlarında bakır naftenat kalıntılarının bulunduğu ve bu naftenatların tam olarak çözünmediği görülmüştür. Bakır naftenatların tüm boyarmadde konsantrasyonlarındaki çözünürlüklerine bakıldığında, optimum boyarmadde konsantrasyonubakır monokarboksilat için 2 g/L'de bakır dikarboksilat için ise 6 g/L'de sağlanmıştır.

Kobalt ve nikel naftenatların bulunduğu filtre kağıtlarının ise boyarmadde konsantrasyonlarının tümünde tamamen çözündüğü görülmüştür. Bu durum tekstil boyacılığı açısından büyük önem taşımakta olup, koyu tonların eldesi için boyanın yüksek konsantrasyonlarda da çözünürlüğe sahip olması gerekmektedir. Tüm boyarmadde konsantrasyonlarında tamamen çözünürlüğün sağlandığı kobalt ve nikel naftenatlar için optimum boyarmadde konsantrasyonu 10 g/L olarak bulunmuştur.

### 6.2.2 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında pH'nın etkisi

Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında ikinci faktör olarak pH incelenmiştir. Bu aşamada bakır, kobalt ve nikel naftenatlar için maksimum boyarmadde çözünürlüğünün sağlandığı pH bulunmaya çalışılmıştır. Bunun için ultrason teknolojisinden faydalanılarak çözeltiler hazırlanmıştır. Tüm çözeltilerde 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör sabit tutularak, 5 farklı pH (1-4-7-10-13) incelenmiştir.

6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.18.'de, bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.19.'da gösterilmiştir.



Şekil 6.18. 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler





**Şekil 6.19.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilatçözeltilerine ait görüntüler

6g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilatçözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.20. ve kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.21.'deki gibidir.



**Şekil 6.20.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilatçözeltilerine ait görüntüler



**Şekil 6.21.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilatçözeltilerine ait görüntüler

6g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.22.'de, nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.23.'de gösterilmiştir.

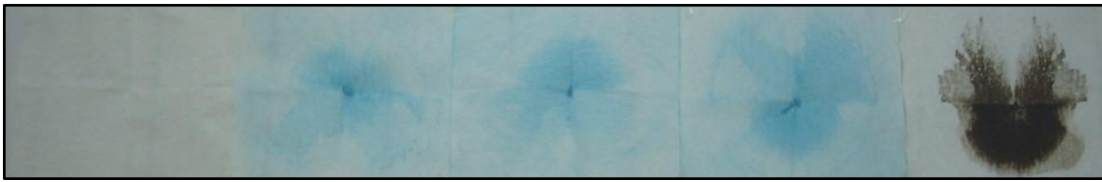


**Şekil 6.22.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



**Şekil 6.23.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (pH 1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

Bakır, kobalt ve nikel naftenatların 5 farklı pH'taki (pH 1-4-7-10-13) filtreleme işlemleri sonucunda elde edilen filtre kağıtlarının görüntüleri Şekil 6.24. 6.25. 6.26. 6.27. 6.28. ve 6.29.'daki gibidir.



**Şekil 6.24.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.25.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.26.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.27.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergatör kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.28.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.29.** 6 g/L bm ve 1 g/L dispergator kullanılarak 5 farklı pH'ta (1-4-7-10-13) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilatçözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri

Tüm çözeltiler incelendiğinde en belirgin farklılık, pH 1 ve pH 13'de görülmüştür. pH'ın 1 (kuvvetli asidik) ve 13 (kuvvetli bazik) olduğu durumlarda boyarmaddelerin rengi değişmiştir. Diğer pH aralıkları olan pH 4, 7 ve 10'da ise böyle bir durumla karşılaşmamıştır.

Bakır monokarboksilatve dikarboksilat için optimum pH, 7 olarak bulunmuştur. Her iki bakır naftenatların da optimum pH aralığı 7 olmasına rağmen, bakır monokarboksilatın pH 7'deki toplam çözünürlüğü, bakır dikarboksilata göre daha yüksek bulunmuştur.

Kobalt ve nikel naftenatların pH 4, 7 ve 10'da tamamının çözüldüğü görülmüştür. pH'ın 7 olması aynı zamanda boya flottesini için kullanılan suyun danötr olduğunu göstermektedir. Bu da pH ayarlamak için herhangi bir kimyasal madde kullanılmadığı anlamına gelmektedir. Bu yüzden de kobalt ve nikel naftenatlar için optimum pH 7 olarak seçilmiştir.

### **6.2.3 Sentezlenen boyarmaddeler için optimum çözünme koşullarının saptanmasında dispergatorün etkisi**

Dispergatorler suda çözünmeyen katı maddelerin su içinde homojen olarak dağılımını sağlayan agregasyon oluşumunu (katılaşmayı) önleyen ve sıvı içinde çözünmeyen maddenin sıvı içinde istenilen dispersiyon derecesinde kalmasına yardımcı olan maddelerdir. Bu yüzden boyarmadde çözünürlüğünün arttırmasına yardımcı olması açısından bu çalışmada üçüncü faktör olarak dispergator incelenmiştir.

Sentezlenen bakır, kobalt ve nikel naftenat çözeltilerinin maksimum kaç g/L'sinin çözünebileceğinin saptanması için pH 7'de 6 g/L bm sabit tutularak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda çözeltiler hazırlanmıştır.

pH 7'de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.30.'da bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler ise Şekil 6.31.'de gösterilmiştir.



Şekil 6.30 pH 7'de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



Şekil 6.31. pH 7'de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

pH 7'de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.32.'de, kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler ise Şekil 6.33.'de gösterilmiştir.



Şekil 6.32. pH 7'de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler





**Şekil 6.33.** pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.34.’de ve nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler Şekil 6.35.’de gösterilmiştir.



**Şekil 6.34.** pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait görüntüler



**Şekil 6.35.** pH 7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait görüntüler

Bakır, kobalt ve nikel naftenatların filtre kağıtlarının görüntüleri Şekil 6.36., 6.37., 6.38., 6.39., 6.40. ve 6.41.’de gösterilmiştir.



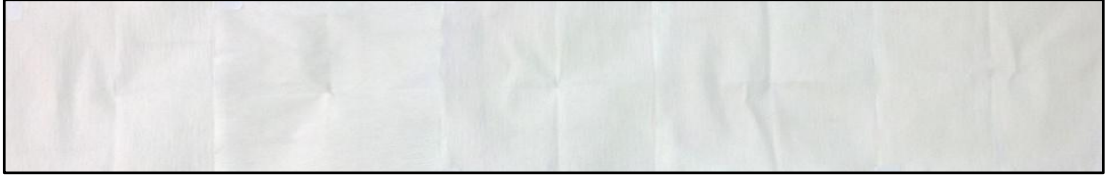
**Şekil 6.36.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.37.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış bakır dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.38.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.39.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış kobalt dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.40.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel monokarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri



**Şekil 6.41.** pH7’de 6 g/L bm kullanılarak 5 farklı dispergatör konsantrasyonunda (0.5-1-1.5-2-2.5 g/L) ultrasonlu ortamda hazırlanmış nikel dikarboksilat çözeltilerine ait filtre kağıtlarının görüntüleri

Bakır naftenatlar için optimum dispergir maddenin bulunması amacıyla bu naftenatların tüm dispergir madde konsantrasyonlarındaki çözünürlüklerine bakılmıştır. Şekil 6.36. ve Şekil 6.37.’de görüldüğü gibi bakır siklo heksan monokarboksilat ve dikarboksilatın

tüm dispergir madde konsantrasyonlarında tamamının çözünmediği anlaşılmaktadır. Filtre kağıtlarının incelenmesi sonucunda, hem bakır monokarboksilat hem de bakır dikarboksilat için optimum dispergir maddenin 1 g/L ile sağlandığı sonucuna varılmıştır.

Şekil 6.38., 6.39., 6.40. ve 6.41.'deki filtre kağıtları incelendiğinde kobalt ve nikel naftenatların tüm dispergir madde konsantrasyonlarında tamamının çözüldüğü görülmektedir. Bu nedenle kobalt ve nikel naftenatlar için optimum dispergir madde konsantrasyonu 0,5 g/L olarak seçilmiştir. Her ne kadar bu durum daha düşük konsantrasyonda dispergir madde kullanılabileceği düşüncesini doğursa da, özellikle büyük ölçekli üretim koşullarında risk oluşturmamak adına çok düşük konsantrasyonlarda çalışılması uygun olmayacağından bu çalışmada da daha düşük konsantrasyonlar denenmemiştir.

### 6.3 Kumaş Boyama Deney Sonuçları

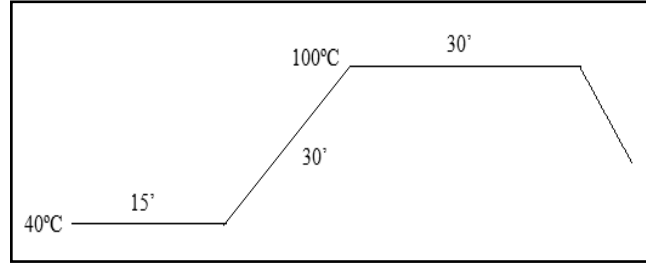
Bakır, kobalt ve nikel naftenatların (monokarboksilat ve dikarboksilat)her birinin tekstil boyamacılığında boyarmadde olarak kullanılabilmesi için, yün, pamuk, PA, PES ve PAN olmak üzere 5 farklı kumaş ile boyama işlemi yapılmıştır. Bakır, kobalt ve nikel naftenatların hangi kumaş türünü boyayabildiği Çizelge 6.1.'de gösterilmiştir.

Çizelge 6.1. Bakır, Kobalt ve Nikel naftenatlar ile boyanabilen ve boyanamayan kumaş tipleri

	Yün	PAN	PES	PA	Pamuk
<b>Bakır monokarboksilat</b>	+	+	+	+	+
<b>Bakır dikarboksilat</b>	+	+	+	+	+
<b>Kobalt monokarboksilat</b>	+	+	+	+	+
<b>Kobalt dikarboksilat</b>	+	+	+	+	+
<b>Nikel monokarboksilat</b>	+	+	+	+	+
<b>Nikel dikarboksilat</b>	+	+	+	+	+

(+, boyanabilen)

Boyarmadde olarak sentezlenen bakır, kobalt ve nikel monokarboksilatlar ve dikarboksilatlar beş farklı kumaş tipi arasından en düzgün boyama işlemi için yün kumaşa sağlamıştır. Tüm boyamalar, A.F.1:20 olmak üzere çektirme yöntemine göre yapılmış olup, boyama cihazı olarak da HT boyama cihazı kullanılmıştır. Şekil 6.42.'de metal naftenatlar ile yün kumaşı boyama işlemi için kullanılan yün kumaş boyama grafiği gösterilmektedir.



**Şekil 6.42.** Yünlü kumaşı boyama grafiği

Bakır monokarboksilat ile boyanmış yün kumaşın görüntüsü Şekil 6.43.'deki gibidir.



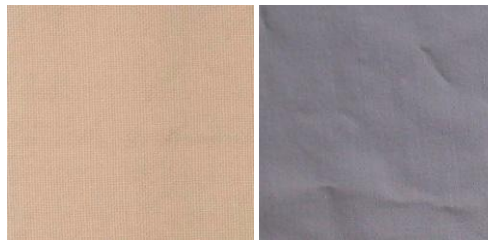
**Şekil 6.43.** pH 7'de 2 g/L Bakır monokarboksilat+1 g/L Dispergator+1 g/L egalizatör ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü

Bakır dikarboksilat ile boyanmış yün kumaşın görüntüsü Şekil 6.44.'deki gibidir.



**Şekil 6.44.** pH 7'de 6 g/L Bakır dikarboksilat+1 g/L Dispergator+1 g/L egalizatör ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü

Kobalt monokarboksilat ve dikarboksilat ile boyanmış yün kumaşların görüntüleri ise Şekil 6.45.'de gösterilmiştir.



**Şekil 6.45.** pH 7'de 10 g/L Kobalt monokarboksilat ve dikarboksilat+0,5 g/L Dispergator+1 g/L egalizatör ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü

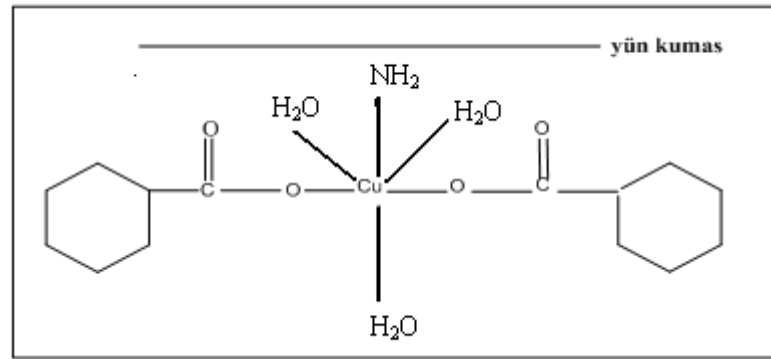
Nikel monokarboksilat ve dikarboksilat ile boyanmış yün kumaşların görüntüleri Şekil 6.46.'daki gibidir.



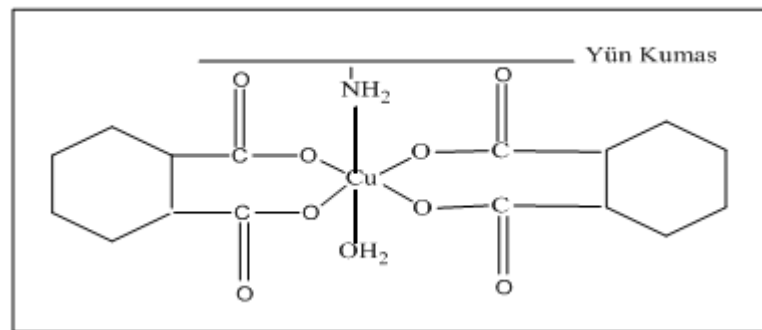


**Şekil 6.46.** pH 7’de 10 g/L Nikel monokarboksilat ve dikarboksilat+0,5 g/L Dispergator+1 g/L egalizatör ile Boyanmış Yün Kumaşın Görüntüsü

Boyarmaddenin merkezi bakır iyonundaki su ligandlarından birinin yerini yün molekülündeki amino ( $\text{NH}_2$ ) grubunun alması sonucu boyarmadde ile yün arasında koordinat bağları oluşur. Bakır monokarboksilat ile yün lifinin bağlanma mekanizması Şekil 6.47’de, bakır dikarboksilat ile yün lifinin bağlanma mekanizması ise Şekil 6.48.’deki gibidir. Bu bağlanma mekanizmalarında metal değiştiğinde bağlanma şeklinde herhangi bir değişiklik olmamakla beraber sadece bağlanan metal atomları değişmektedir.



**Şekil 6.47.**Bakır Monokarboksilat İle Yün Lifinin Bağlanma Mekanizması



**Şekil 6.48.**Bakır Dikarboksilat İle Yün Lifinin Bağlanma Mekanizması

#### 6.4. Sentezlenen Boyarmaddeler ile Optimum Koşullarda Boyanan Yün Kumaşlara Yapılan Testlerin Sonuçları

Bu aşamada bakır, kobalt ve nikel naftenatlar ile optimum koşullarda boyanan kumaşlara sırasıyla yapılan testlerin, ölçümlerin ve hesaplamaların sonuçları yer almaktadır.

##### 6.4.1. Alerjik test

Bakır, kobalt ve nikel monokarboksilat ve dikarboksilatların alerjik testlerinin sonuçlarına bakıldığında saptanan değerler ölçülebilir en alt değer olan 3 ppm'in altında olmakla beraber bu naftenatlar ile boyalı yün kumaşlar insan derisine karşı herhangi bir alerjik etki oluşturmamaktadır.

##### 6.4.2. Kanserojen testi

Bakır, kobalt ve nikel monokarboksilat ve dikarboksilatlar ile optimum koşullarda boyanmış yünlü kumaşlara yapılan kanserojen testlerinin sonuçlarına bakıldığında bulunan değerler ölçülebilir en alt değer olan 2 ppm'den daha azdır. Bu naftenatlar ile boyalı yün kumaşlarda kanserojen etki bulunmamaktadır.

##### 6.4.3. Haslık testleri

Bakır, kobalt ve nikel monokarboksilatlar ile boyanan yün kumaşlara yapılan yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları Çizelge 6.2.'de, kuru, yağ sürtme ve ışık haslığı sonuçları ise Çizelge 6.3.'de gösterilmiştir.

**Çizelge 6.2.** Bakır, Kobalt ve Nikel Monokarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları

	Bakır monokarboksilat	Kobalt monokarboksilat	Nikel monokarboksilat
Yıkama Haslığı	5	5	5
Su Haslığı	5	5	5
Asidik Ter Haslığı	5	5	5
Bazik Ter Haslığı	5	5	5

**Çizelge 6.3.** Bakır, Kobalt ve Nikel Monokarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın kuru ve yaş sürtme ve ışık haslığı sonuçları

Boyarmadde	Sürtme Haslığı		Işık Haslığı
	Kuru	Yaş	
Bakır dikarboksilat	5	5	5
Kobaltdikarboksilat	5	5	3-4
Nikel dikarboksilat	5	5	4

Bakır, kobalt ve nikel dikarboksilatlar ile boyanan yün kumaşlara yapılan yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları Çizelge 6.4.'de, kuru, yaş sürtme ve ışık haslığı sonuçları ise Çizelge 6.5.'de gösterilmiştir.

**Çizelge 6.4.**Bakır, Kobalt ve Nikel Dikarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın yıkama, su, asidik ve bazik ter haslık sonuçları

	Bakır monokarboksilat	Kobalt monokarboksilat	Nikel monokarboksilat
Yıkama Haslığı	5	5	5
Su Haslığı	5	5	5
Asidik Ter Haslığı	5	5	5
Bazik Ter Haslığı	5	5	5

**Çizelge 6.5.** Bakır, Kobalt ve Nikel Dikarboksilatlar ile boyanan yün kumaşın kuru ve yaş sürtme ve ışık haslığı sonuçları

Boyarmadde	Sürtme Haslığı		Işık Haslığı
	Kuru	Yaş	
Bakır dikarboksilat	5	5	5
Kobalt dikarboksilat	5	5	3-4
Nikel dikarboksilat	5	5	4

Tüm monokarboksilat ve dikarboksilatlar incelendiğinde ışık haslığı test sonuçları dışındaki diğer tüm haslık test sonuçlarının en iyi değer olan 5 değerinde olduğu

görülmektedir. Kobalt ve nikel naftenatlarda ise ışık haslığı sonuçları daha düşüktür. Bu ışık haslığı sonuçları daha düşük olmasına rağmen, yün kumaşın kışın tercih edilmesinden dolayı bu bir dezavantaj oluşturmamaktadır.

#### 6.4.4. dCIELab ölçümleri ve K/S değerleri

Başarılı bir boyama için işlem aşamalarının en önemlisi renktir. İşlem aşamalarının en önemlisi olan renk, renk değeri saptama için gereklidir. Spektrofotometre, spektrumdaki değişik dalga boylarının radyasyon yoğunluğunu belirlemede kullanılan cihazdır. Bu cihazlar boyanmış kumaş yada diğer renklendirilmiş materyallerin spektrum aralığındaki ışık yansıtmasını tespit ederek, renk değerleri hakkında kantitatif sonuçlar verir. Bakır, kobalt ve nikel naftenatların tüm boyarmadde konsantrasyonlarında boyanmış yün kumaşların renk verim değerleri Çizelge 6.6.'da gösterilmiştir.

**Çizelge 6.6.** Bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar ile tüm boyarmadde konsantrasyonlarında boyanmış yün kumaşların renk verim (K/S) değerleri

Naftenatlar	2 g/L bm	4 g/L bm	6 g/L bm	8 g/L bm	10g/Lbm
<b>Bakır monokarboksilat</b>	3.52	3.83	4.30	4.67	5.45
<b>Bakır dikarboksilat</b>	3.60	3.92	4.48	4.60	5.61
<b>Kobalt monokarboksilat</b>	2.46	3.12	3.53	4.45	4.38
<b>Kobalt dikarboksilat</b>	1.73	2.01	1.90	2.02	2.53
<b>Nikel monokarboksilat</b>	1.02	1.35	1.68	1.97	2.43
<b>Nikel dikarboksilat</b>	1.60	1.85	1.91	1.94	2.02

Yukarıdaki çizelge incelendiğinde, tüm naftenatlar için boyarmadde konsantrasyon miktarları arttıkça hesaplanan K/S değerleri de artış göstermiştir.

Çizelge 6.7.'de ise bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar ile optimum koşullarda boyanmış yün kumaşların dCIELab değerlerine yer verilmiştir.

**Çizelge 6.7.** Bakır, kobalt ve nikel mono ve dikarboksilatlar ile optimum koşullarda boyanan yün kumaşların dCIELab değerleri

Optimum koşullarda boyanan naftenatlar	L*	a*	b*	c*	h°
Bakır monokarboksilat	71.85	-8.25	10.70	13.51	127.65
Bakır dikarboksilat	66.12	-1.71	18.66	18.72	95.23
Kobalt monokarboksilat	63.50	7.53	16.45	18.09	65.41
Kobalt dikarboksilat	65.43	7.06	9.34	11.71	52.91
Nikel monokarboksilat	70.53	1.44	19.46	19.52	85.76
Nikel dikarboksilat	71.94	1.97	19.14	19.24	84.11

#### 6.4.5. Naftenatların Boyama Suyunun Çevresel Açından Değerlendirilmesi

Naftenatlar ile yapılan boyama işlemleri sonrası tekstil atık boyama suyunu çevresel açıdan değerlendirmek amacı ile tekstil atık suları için önemli parametreler olan Bulanıklık, pH, AKM ve KOİ testleri yapılmış ve elde edilen değerler ve Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğine göre standart aralıklar Çizelge 6.8.'de gösterilmiştir.

**Çizelge 6.8.** Kobalt monokarboksilat ile yapılan boyama işlemi sonrası atık suyu için bulunan parametreler ve Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğine göre boyama sonrası atık su standart aralıkları

Parametre	Boyama sonrası boyama atık suyu	Tekstil atıksuyundaki standart aralıklar
<b>BULANIKLIK</b>	5.10	YOK
<b>pH</b>	7	6-9
<b>AKM (mg/L)</b>	320	300
<b>KOİ</b>	9669	300

Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğine göre yukarıdaki çizelgede tekstil atık suyundaki standart aralıklar, yünlü mamülün yıkama, ön terbiye, boyama, baskı, dokuma ve benzer işlemler yapıldıktan sonra işletme çıkış suyuna yapılan test sonuçlarının standart aralıklarını içermektedir. Yukarıdaki dört parametre incelendiğinde en belirgin farklılık KOİ test sonucunda görülmektedir. Verilen standart aralık 300 olmasına rağmen yapılan deney numunesinin KOİ test sonucu 9669 olarak bulunmuştur. Bunun nedeni naftenatlar ile boyama sonrası boyama çıkış suyunun tekstil entegre tesislerindeki gibi hiçbir seyreltme işlemine

maruz bırakılmadan direkt olarak teste tabi tutulmuş olmasıdır. Çizelge6.8.'deki test sonuçları incelenirken, işletme çıkış suyunun yapılan deney numune suyuna göre seyreltilmiş halde testlere tabi tutulduğuna dikkat edilmelidir.

## **6.5 Sentezlenen Antibakteriyel Ajanlar için Optimum Antibakteriyel Aktivite Koşullarının Saptanmasına İlişkin Sonuçlar**

Sentezlenen antibakteriyel ajanlar için optimumantibakteriyel aktivite koşullarının saptanmasında üç farklı madde konsantrasyonu incelenmiştir. Bu konsantrasyonlar sırasıyla; 5g/L, 10g/L ve 40g/L'dir.

### **6.5.1 Sentezlenen antibakteriyel ajanlar için optimummadde konsantrasyonlarının saptanması**

Antibakteriyel ajanlar olarak sentezlenen bakır, kobalt, nikel, çinko, potasyum,sodyum ve gümüş siklo hekzan monokarboksilatlar ile gümüş siklo hekzan dikarboksilatantibakteriyel alanda en çok kullanılan pamuklu kumaşa emdirme yöntemine göre applike edilmiştir. Bu yedi naftenat arasından gümüş monokarboksilat seçilerek optimum madde konsantrasyonu bulunmaya çalışılmıştır. Tüm antibakteriyel ajanların yapı karakterizasyonları aynıdır ve bileşiklerin yapı taşları da karboksilli asitlerdir. Bu yüzdengümüş monokarboksilat ile bulunacak optimum madde konsantrasyonu diğer karboksilatlar içinde referans alınarak belirlenen optimum koşulda emdirme yöntemine göre boyama işlemleri yapılacaktır.

Optimum konsantrasyonu belirlemek için; 5g/L, 10g/L ve 40g/L olmak üzere üç farklı konsantrasyonda gümüş monokarboksilatlar tartılmıştır. Tüm deney numunelerinde gümüş monokarboksilat miktarları farklı olmak üzere diğer faktörler sabit tutulmuştur. Ortamın pH'ı 5'e ayarlanıp banyoya 1 g/L dispergir madde ile 1g/L ıslatıcı eklenmiştir. Elde edilen çözelti konsantrasyonları ultrasonik banyoda (Baysonic Ultrason Cihazı) 50-55 °C'de 10 dakika bekletilmiştir. Böylece elde edilen farklı konsantrasyonlardaki gümüş monokarboksilatlarınsuda maksimum çözünürlükleri sağlanmıştır.Hazırlanan çözeltiler için A.F. %80 olmak üzere üç farklı konsantrasyonda %100 pamuklu dokuma kumaşa emdirme yöntemine göre applike edilmiştir. Ardından 85 °C'de 4 dakika gergefli kurutucuda pamuklu kumaş kurutulurak bu üç farklı konsantrasyondaki gümüş monokarboksilatların kumaşa fiksesi gerçekleştirilmiştir. Gümüş monokarboksilat applike edilen 3 farklı konsantrasyondaki kumaşa bakteri ekimi yapılmış olup, belirlenen standartlarda bekletilmiştir. Bunun

sonucunda antibakteriyel aktivitenin, 40 g/L gümüş monokarboksilat ile sağlandığı sonucuna varılmıştır. Diğer konsantrasyon değerleri olan 5 ve 10 g/L'lerde ise herhangi bir antibakteriyel etkinlik gözlemlenmemiştir. Bunun sonucunda antibakteriyel etkinliğin araştırılması için tüm antibakteriyel ajanların boyama reçeteleri;

- pH 5'te
- 40 g/L antibakteriyel ajan
- 1 g/L ıslatıcı ve
- 1 g/L dispergir madde kullanılarak hazırlanmıştır.

Emdirme işlemine göre boyanan kumaşlara yıkama işlemleri yapılmıştır.

## **6.6 Sentezlenen Antibakteriyel Ajanlar ile Boyanan Kumaşların AATCC 147 Standardına Göre Antibakteriyel Test Sonuçları**

Bakır, çinko, kobalt, nikel, potasyum, sodyum ve gümüş siklo hekzan monokarboksilatlar ile gümüş siklo hekzan dikarboksilatı aplike edilmiş % 100 pamuklu kumaşlara AATCC 147 standardına göre antibakteriyel test yapılmıştır. Bunun için gram negatif ve gram pozitif olmak üzere altı farklı bakteri kullanılmıştır. Gram negatif olan bakteriler; *Escherichia coli* (ATCC29212), *Klebsiella pneumoniae* (ATCC13883), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC27853), gram pozitif bakteriler ise; *Staphylococcus aureus* (ATCC29213), *Bacillus subtilis* (NRRL NRS744), *Enterococcus faecalis* (ATCC29212)'dir.

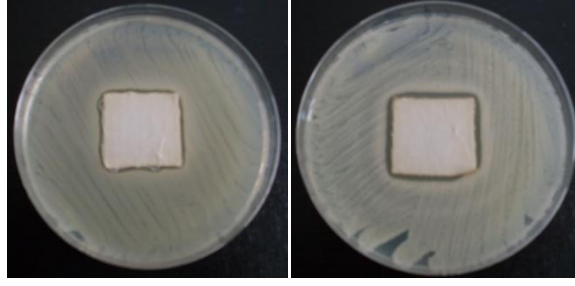
İlk olarak antibakteriyel aktivite sonuçları birbirlerine yakın olan bakır, kobalt, çinko, nikel, potasyum ve sodyum naftenatlar ele alınmıştır. Bu altı farklı metal naftenat gram pozitif bakteriler arasında *B.subtilis* ve *S.aureus*'a karşı antibakteriyel aktivite göstermiştir. Çizelge 6.9.'da metal monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşların gram pozitif bakterilere (*B.subtilis*, *S.aureus*) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çapları gösterilmiştir.

**Çizelge 6.9.** Metal monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşların gram pozitif bakterilere (*B.subtilis*, *S.aureus*) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çapları

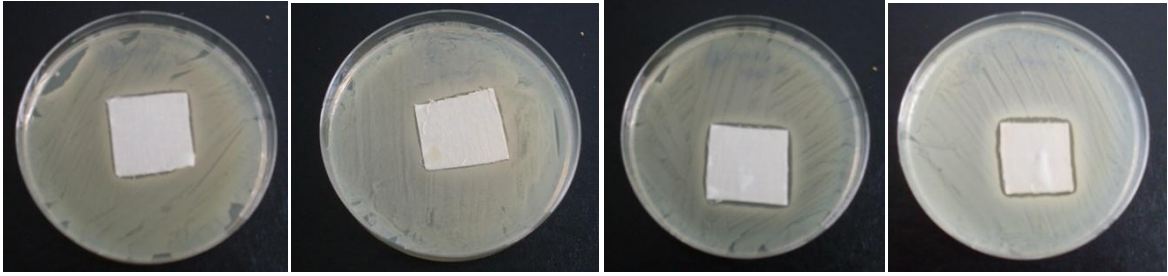
<b>Metal</b>	<b>Bakteriler</b>	<b>Yıkamasız</b>	<b>3 Yıkama Sonrası</b>	<b>5 Yıkama Sonrası</b>	<b>10 Yıkama Sonrası</b>
Bakır	<i>B. subtilis</i>	1 mm	1 mm	1 mm	1 mm
	<i>S. aureus</i>	1 mm	1 mm	-	-
Çinko	<i>B. subtilis</i>	3 mm	-	-	-
	<i>S. aureus</i>	1 mm	-	-	-
Kobalt	<i>B. subtilis</i>	-	-	-	-
	<i>S. aureus</i>	-	-	-	-
Nikel	<i>B. subtilis</i>	-	-	-	-
	<i>S. aureus</i>	-	-	-	-
Potasyum	<i>B. subtilis</i>	-	-	-	-
	<i>S. aureus</i>	1 mm	1 mm	-	-
Sodyum	<i>B. subtilis</i>	-	-	-	-
	<i>S. aureus</i>	-	-	-	-

Yukarıdaki çizelgeden de anlaşılacağı üzere, altı farklı naftenat arasından kobalt, nikel ve sodyum naftenatların yapılan antibakteriyel testlerinde, yıkamasız halde bile herhangi bir antibakteriyel etkinliklerinin bulunmadığı sonucuna varılmıştır. Çinko naftenat sadece yıkamasız durumda iken antibakteriyel aktivite göstermiştir. İçlerinden sadece bakır naftenatın antibakteriyel etkinliğinin 10 yıkama sonuna kadar devam ettiği görülmüştür. Şekil 6.49.'da bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın *S.aureus*'a karşı göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsüne ve Şekil 6.50.'de ise *B. subtilis*'a karşı göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlikgörüntüsüne yer verilmiştir.





**Şekil 6.49.** Bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın *S.aureus*'a karşı yıkamasız (soldaki) ve 3 yıkama sonrası (sağdaki) göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü



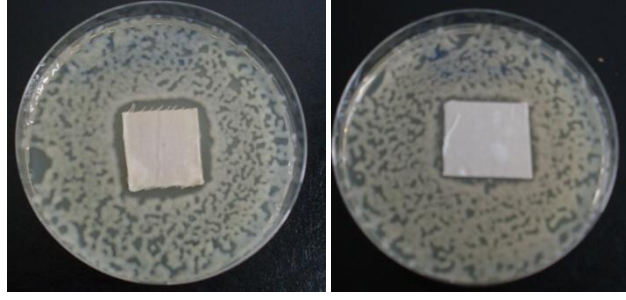
**Şekil 6.50.** Bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın *B. subtilis*'a karşı yıkamasız, 3, 5 ve 10 yıkama (soldan sağa doğru) sonrası göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü

Bu altı farklı metal naftenat gram negatif bakteriler arasından ise, *E.coli* ve *K. pneumoniae* karşı antibakteriyel aktivite göstermiştir. Çizelge 6.10.'da metal monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşların gram negatif bakterilere (*E.coli*, *K.pneumoniae*) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çaplarına yer verilmiştir.

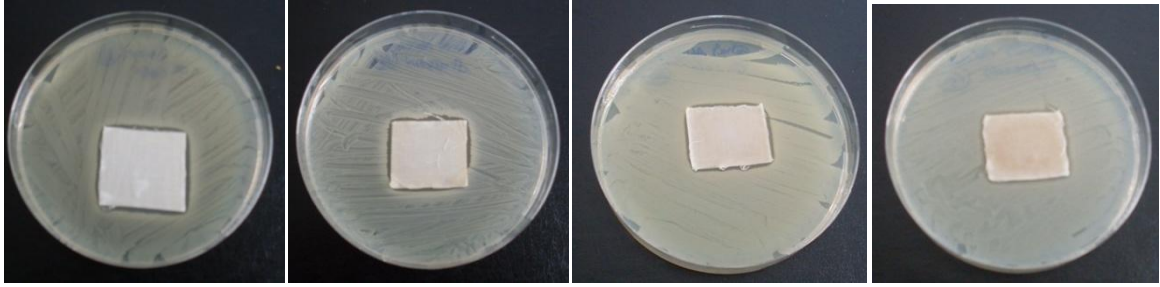
**Çizelge 6.10.** Metal monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşların gram negatif bakterilere (*E.coli*, *K.pneumoniae*) karşı yıkamasız, 3 yıkama sonrası, 5 yıkama sonrası ve 10 yıkama sonrası ölçülen inhibisyon zone çapları

<b>Metal</b>	<b>Bakteri</b>	<b>Yıkamasız</b>	<b>3 Yıkama Sonrası</b>	<b>5 Yıkama Sonrası</b>	<b>10 Yıkama Sonrası</b>
Bakır	<i>E. coli</i>	2 mm	1 mm	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	2 mm	2 mm	1 mm	1 mm
Çinko	<i>E. coli</i>	2 mm	-	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	-	-	-	-
Kobalt	<i>E. coli</i>	-	-	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	-	-	-	-
Nikel	<i>E. coli</i>	-	-	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	-	-	-	-
Potasyum	<i>E. coli</i>	-	-	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	1 mm	1 mm	1 mm	1 mm
Sodyum	<i>E. coli</i>	-	-	-	-
	<i>K. pneumoniae</i>	-	-	-	-

Bu naftenatların gram negatif bakterilere karşı göstermiş oldukları antibakteriyel aktiviteler incelendiğinde ise, yine kobalt, nikel ve sodyum naftenatların hiçbir durumda antibakteriyel etkinlik göstermedikleri görülmüştür. Gram pozitif bakterilerde en iyi antibakteriyel direnç gösteren bakır monokarboksilatın gram negatif bakterilere karşıda en iyi antibakteriyel etkiyi gösterdiği Çizelge 6.10.'dan anlaşılmaktadır. Bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın Şekil 6.51.'de *E.coli*'ye, Şekil 6.52.'de ise *K. pneumoniae*'a karşı göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntülerine yer verilmiştir.



**Şekil 6.51.** Bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın *E.coli*'ye karşı yıkamasız (solda) ve 3 yıkama sonrası (sağda) göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü



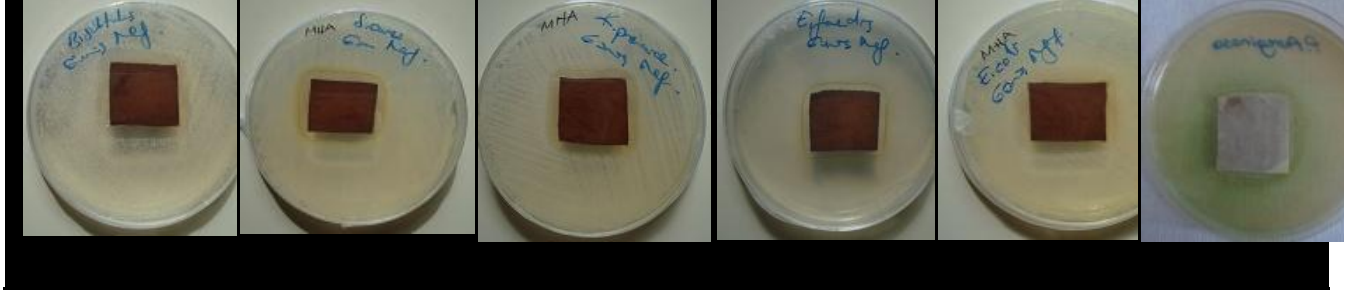
**Şekil 6.52.** Bakır monokarboksilat aplike edilen kumaşın *K. pneumoniae*'a karşı yıkamasız, 3, 5 ve 10 yıkama (soldan sağa doğru) sonrası göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntüsü

Gümüş; antibakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri ile geniş spektrumlu bir antibakteriyel madde olarak yüzyıllardır pek çok alanda güvenle kullanılmaktadır. Gümüş; metalik gümüş, gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin formlarında uzun yıllardır yanıkların, yaraların ve çok sayıda bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılmaktadır. Bakır, çinko, titanyum, altın gibi diğer metal iyonlarının da antibakteriyel özellikte oldukları bilinmektedir, ancak bakterilere, virüslere ve diğer ökaryotik mikroorganizmalara karşı en iyi etkinliği gümüş göstermektedir. Gümüşün antibakteriyel madde olarak çok önemli avantajları bulunmaktadır. Bu avantajlar; gümüşün çok geniş spektrumlu bir antibiyotik olması, gümüşe bakteri direncinin neredeyse hiç bulunmaması ve düşük konsantrasyonlarda toksik olmamasıdır. Bu avantajlarından dolayı son olarak da gümüş naftenatların (gümüş monokarboksilat ve dikarboksilat) antibakteriyel etkinlikleri incelenmiştir.

Gümüş naftenatlar arasından ilk olarak gümüş monokarboksilatın antibakteriyel aktivitesi değerlendirilmiştir. Bunun için gümüş monokarboksilat aplike edilen kumaşın 6 farklı bakteriye karşı 24 saat bekletildikten sonra inhibisyon zone çapları ölçülmüştür. Aşağıda ölçülen zone çaplarının değerleri gösterilmiştir (Çizelge 6.11.).

**Çizelge 6.11.**Gümüşmonokarboksilat aplike edilen kumaşın 6 farklı bakteriye karşı 24 saat bekleldikten sonraölçülen inhibisyon zone çapları

<i>B. subtilis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>K. pneumoniae</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>E.coli</i>	<i>P.aeruginosa</i>
6 mm	4 mm	5 mm	3 mm	7 mm	8 mm



Yukarıdaki çizelgeden de anlaşılacağı üzere, gümüş monokarboksilat hem tüm bakterilere karşı antibakteriyel aktivite göstermiştir hem de göstermiş olduğu bu antibakteriyel aktivite diğer metal naftenatlara göre daha yüksektir. Antibakteriyel etkinliğin yüksek çıkmasından dolayı gümüş monokarboksilat aplike edilmiş kumaşlara diğer naftenatlardan farklı olarak 15 ve 20 yıkama daha yapılarak antibakteriyel aktivitenin devam edip etmediğine bakılmıştır. Bunun sonucunda gümüş monokarboksilat aplike edilen kumaşın 6 farklı bakteri için 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları Çizelge 6.12.'de gösterilmiştir.









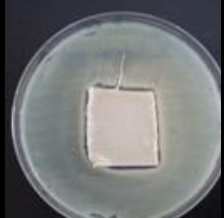
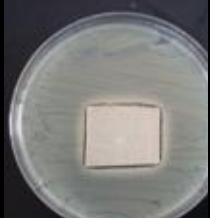








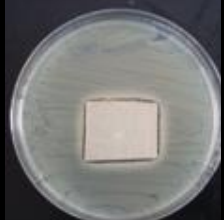




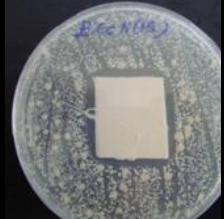
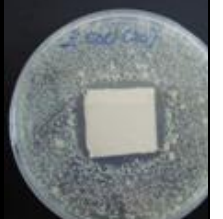
**Çizelge 6.12.**Gümüş Monokarboksilat aplike edilen kumaşın6 farklı bakteri için 1. 5. 10. 15. ve 20. yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları

Kullanılan Bakteriler	1. yıkama sonrası	5. yıkama sonrası	10. yıkama sonrası	15. yıkama sonrası	20. yıkama sonrası
<i>B. subtilis</i>	6mm	5mm	5mm	2mm	2mm
<i>S. aureus</i>	4mm	3mm	3mm	2mm	2mm
<i>K. pneumonie</i>	5mm	5mm	4mm	2mm	2mm
<i>E. faecalis</i>	3mm	3mm	3mm	2mm	2mm
<i>E. coli</i>	7mm	6mm	5mm	4mm	4mm
<i>P. aeruginosa</i>	8mm	8mm	6mm	4mm	4mm

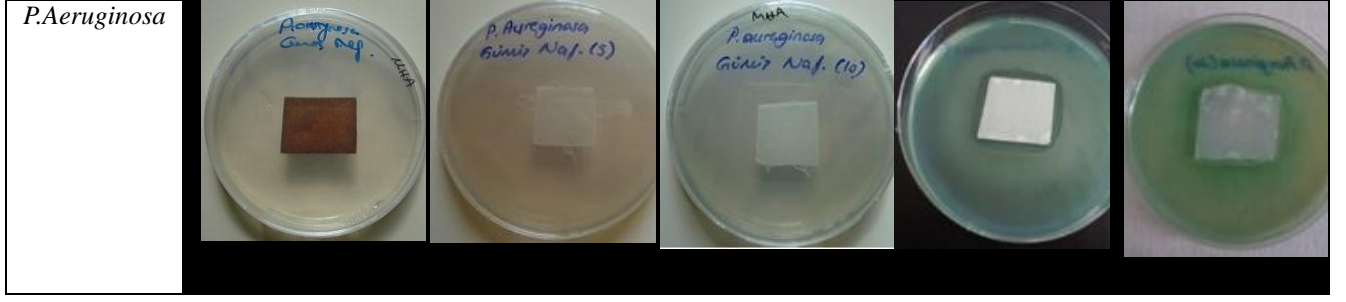
Gümüş monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşların 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkama sonrası antibakteriyel etkinliklerine bakıldığında, antibakteriyel etkinin 20. yıkama sonrasında bile olduğu gözlemlenmiştir. Gümüş monokarboksilat aplike edilen kumaşın 1, 5, 10, 15 ve

20 yıkamadan sonra 6 farklı bakteriye karşı göstermiş oldukları antibakteriyel etkinlik görüntüleri ise Çizelge 6.13.'de verilmiştir.

**Çizelge 6.13.** Gümüş monokarboksilat applike edilen kumaşın 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra 6 farklı bakteriye karşı göstermiş oldukları antibakteriyel etkinlik görüntüleri

Bakteriler	1. Yıkama Sonrası	5. Yıkama Sonrası	10. Yıkama Sonrası	15. Yıkama Sonrası	20. Yıkama Sonrası
<i>B.Subtilis</i>					
<i>S.Aureus</i>					
<i>K.Pneumoniae</i>					
<i>E. Faecalis</i>					
<i>E.Coli</i>					





Gümüş monokarboksilatın ardından gümüş dikarboksilat antibakteriyel olarak incelenmiştir. Yine bu dikarboksilata da gümüş monokarboksilatındaki tüm işlemler sırasıyla uygulanmıştır. Bunun sonucunda Çizelge 6.14.'de gümüş dikarboksilat applike edilen kumaşın 6 farklı bakteriye karşı 24 saat bekletildikten sonra ölçülen inhibisyon zone çapları verilmiştir.

**Çizelge 6.14.** Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 24 saat bekleme sonunda 6 farklı bakteri için ölçülen inhibisyon zone çapları

<i>B. subtilis</i>	<i>S. aureus</i>	<i>K. pneumonia</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>E. coli</i>	<i>P. aeruginosa</i>
2 mm	2 mm	4 mm	2 mm	3 mm	4 mm

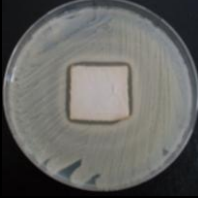
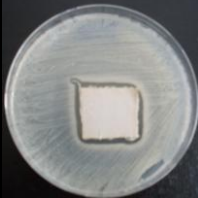
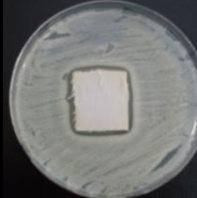
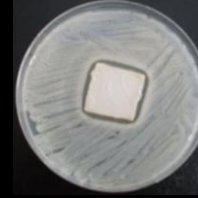
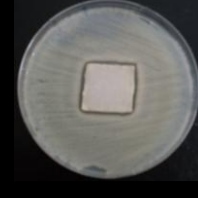
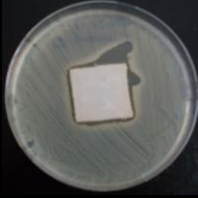
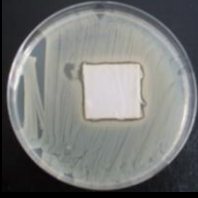
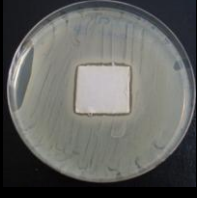
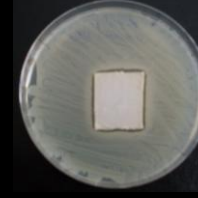
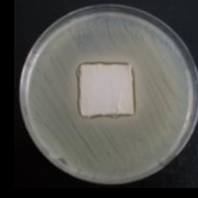
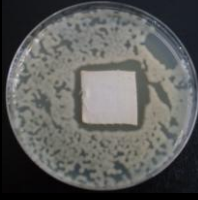
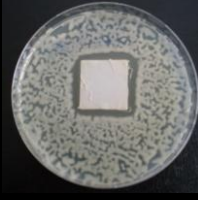
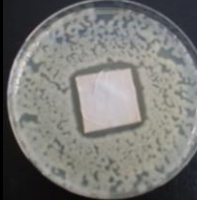
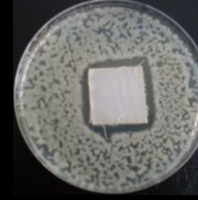
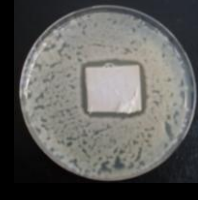
Çizelge 6.14.'den de anlaşılacağı gibi, gümüş dikarboksilat ile applike edilen kumaşta 6 farklı bakterinin antibakteriyel etkinliklerine bakıldığında, *K. Pneumoniae* ve *P. aeruginosa*'ya karşı gösterilen antibakteriyel etkinlik aynı olup, diğer bakterilere gösterilen etkinliklere göre daha yüksektir. Gümüş dikarboksilat applike edilen kumaşlara 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkama yapılmıştır. Çizelge 6.15.'de gümüş monokarboksilat applike edilen kumaşların 6 farklı bakteriye karşı 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları gösterilmiştir.

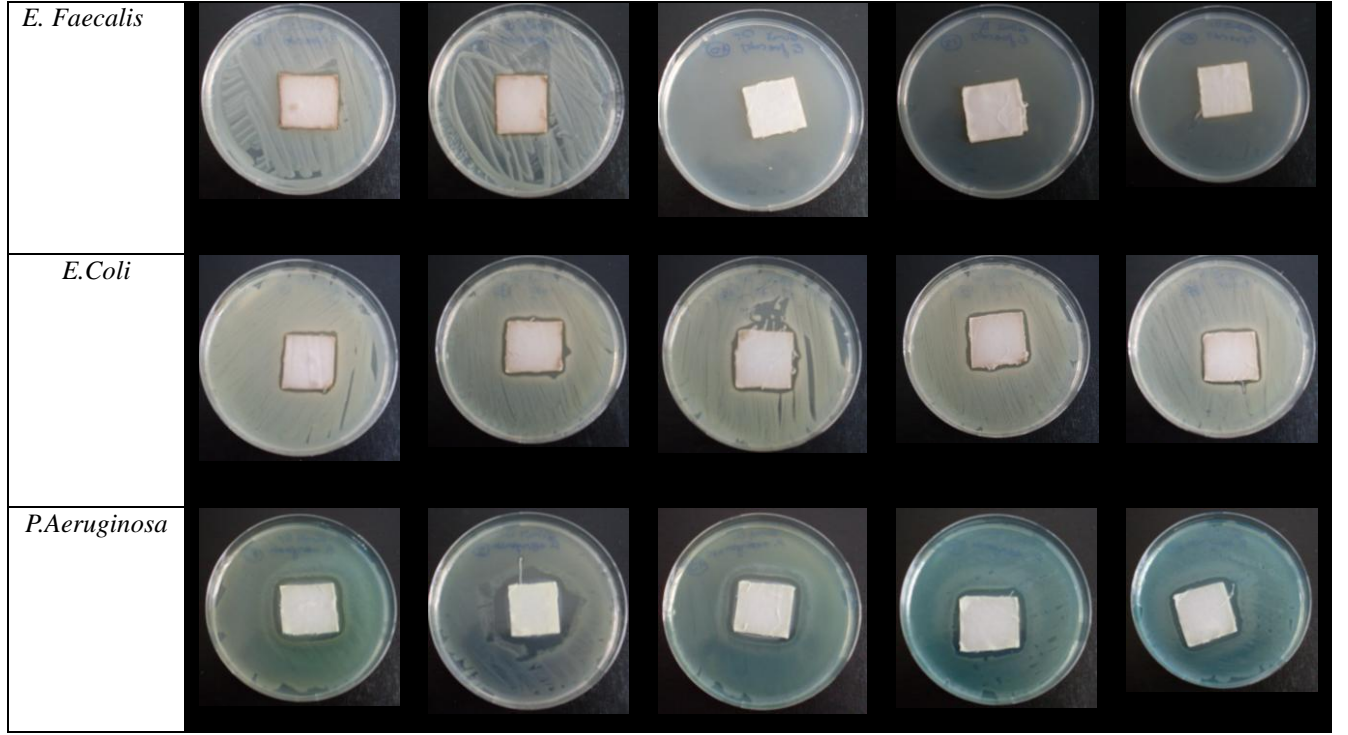
**Çizelge 6.15.** Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 6 farklı bakteri için 1. 5. 10. 15. ve 20. yıkamadan sonra ölçülen inhibisyon zone çapları

Kullanılan Bakteriler	1. yıkama sonrası	5. yıkama sonrası	10. yıkama sonrası	15. yıkama sonrası	20. yıkama sonrası
<i>B. subtilis</i>	2mm	2mm	2mm	2mm	2mm
<i>S. aureus</i>	2mm	2mm	2mm	2mm	1mm
<i>K. pneumoniae</i>	4mm	4mm	4mm	4mm	3mm
<i>E. faecalis</i>	1mm	1mm	1mm	0.5mm	0.5mm
<i>E. coli</i>	2mm	2mm	2mm	2mm	2mm
<i>P. aeruginosa</i>	4mm	4mm	4mm	3mm	3mm

Ölçülen zone çapları doğrultusunda gümüş dikarboksilat applike edilen kumaşların 6 farklı bakteriye karşı göstermiş olduğu antibakteriyel etkinlik görüntülerine ise Çizelge 6.16.'da yer verilmiştir.

**Çizelge 6.16.** Gümüş Dikarboksilat applike edilen kumaşın 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkamadan sonra 6 farklı bakteriye karşı göstermiş oldukları antibakteriyel etkinlik görüntüleri

Bakteriler	1. Yıkama Sonrası	5. Yıkama Sonrası	10. Yıkama Sonrası	15. Yıkama Sonrası	20. Yıkama Sonrası
<i>B.Subtilis</i>					
<i>S.Aureus</i>					
<i>K.Pneumonie</i>					



Gümüş dikarboksilat applike edilen pamuklu kumaşların 1, 5, 10, 15 ve 20 yıkama sonrası antibakteriyel etkinliklerine bakıldığında, antibakteriyel etkinin 20. yıkama sonrasında bile halen devam ettiği sonucuna varılmıştır.



## 7. TARTIŞMA VE SONUÇ

- Çalışmada ilk olarak metal naftenatlar(bakır, kobalt, nikel, çinko, potasyum, sodyum ve gümüş naftenatlar) sentezlenmiştir. Tüm metal naftenatların sentez reaksiyonları iki basamakta gerçekleştirilmiştir vesentezlerinde aynı deney düzeneği kullanılmıştır. Oluşturulan bu kompleksbileşiklerin kimyasal yapıları spektrofotometrik yöntemler ile aydınlatılmıştır (IR, NMR). Daha sonra elde edilen bu kompleks bileşiklerin (bakır, kobalt, nikel mono ve dikarboksilatlar) tekstil sektörü için yeni bir boyarmadde ve antibakteriyel ajan olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır.
- Bu çalışma kapsamında boyanan yünlü kumaşların renk verim değerleri irdelendiğinde, 10 g/L boya konsantrasyonu için nikel ve kobalt kompleks bileşiklerinin renk verimlerinin düşük olduğu, dolayısı ile söz konusu renkli bileşiklerin yün boyamacılığında her ne kadar renk veriyor olsalar da kullanımlarının rantabil olmayacağı sonucuna varılmıştır. Kobalt ve nikel naftenatlar ile elde edilen renklerin renk verimlerinin düşük olması nedeniyle, söz konusu boya gamının sadece açık-orta renklerin yüksek haslıklara sahip olacak şekilde boyanmasında kullanılabilceği söylenebilmektedir.Bakır kompleks bileşiğinin renk verimi, bakır monokarboksilat için 5.45, bakır dikarboksilat için ise 5.61 olduğundan ve aynı zamanda görsel sonuçlardan da görülebileceği gibiyün boyamacılığında değerlendirilebileceği sonucuna varılmıştır(Çizelge 6.6.). Böylece yün boyamacılığında kullanılabilcek, tamamen atıktan geri kazanım yoluyla elde edilmiş yeni bir boya gamı oluşturulmuştur.
- Optimum koşullarda metal naftenatlar ile boyalı yün kumaşlara su, ter (asidik ve bazik olarak), sürtme, yıkama ve ışık haslık testleri yapılmıştır. Yapılan tüm haslıklar için haslık test sonuçları en iyi değere yakın olmakla beraber sadece ışık haslıklarının değerleri orta seviyede çıkmıştır.Optimum koşullarda metal naftenatlar ile boyalı kumaşların kanserojen ve alerjen testleri değerlendirildiğinde, kanserojen ve alerjen açıdanda hiçbir risk teşkil etmemektedirler.
- Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğine göre boyama sonrası atık suyu ekolojik olarak değerlendirildiğinde, KOİ değeri yüksek çıkmıştır (Çizelge 6.8.). Ancak bu değer doğrudan boya atık suyuna ait bir değerdir ve bir tekstil terbiye işletmesi düşünüldüğünde tüm proseslerden gelen sular birleştiğinde söz konusu değer, total işletme suyunda seyrelmeden dolayı azalacaktır.AKM, Bulanıklık ve pH parametreleri açısından değerlendirildiğinde,

yapılan test numune suyu için bu değerler standart aralıklar arasında bulunmuş olup herhangi bir tehlike teşkil etmemektedir.

- Boyarmadde olarak sentezlenen metal naftenatlarda aynı zamanda antibakteriyel özellik de olabileceği düşünülerek naftenatlara AATCC 147 standardı çerçevesinde antibakteriyel test yapılmıştır. Kobalt ve nikel monokarboksilatlar aplike edilen pamuklu kumaşların antibakteriyel özellikleri değerlendirildiğinde, tüm bakterilere karşı hem yıkamasız hem de yıkama sonrası herhangi bir antibakteriyel etkinliklerinin bulunmadığı sonucuna varılmıştır. Bakır monokarboksilat aplike edilen pamuklu kumaşlar ise, *B.Subtilis* ve *K.Pneumoniae* 'ye karşı 10 yıkama sonrasına kadar antibakteriyel etki gösterirken diğer üç bakteri olan *S.Aureus*, *E.Coli* ve *P.Aeruginosa* 'ya karşı ancak 3 yıkama sonuna kadar antibakteriyel aktivite gösterebilmiştir. Elde edilen boyaların çok iyi antibakteriyel özellikleri vermemesi üzerine antibakteriyellikte önemli bir metal olan gümüş ile gümüş naftenatlar elde edilerek antibakteriyel aktiviteleri değerlendirilmiştir. Gümüş naftenat aplike edilen pamuklu kumaşların yıkamasız (24 saat bekletme) halde ölçülen inhibisyon zone çaplarının diğer metal naftenatlara göre daha yüksek olduğu görülmüştür. Gümüş naftenat aplike edilen pamuklu kumaşların tekrarlı yıkamalara karşı antibakteriyel etkinliklerine bakıldığında etkinin 20. yıkama sonrasında bile halen kalıcı olduğu sonucuna varılmıştır. Gümüş monokarboksilat ile gümüş dikarboksilatın antibakteriyel etkinlikleri karşılaştırıldığında, aynı koşullarda altı farklı bakteriye karşı gümüş monokarboksilatın göstermiş olduğu antibakteriyel direnç, gümüş dikarboksilattan daha yüksektir (Çizelge 6.13., Çizelge 6.16.). Tüm metal naftenat bileşikler antibakteriyel aktivite açısından değerlendirildiğinde bu metal naftenatlar arasından bakır monokarboksilat, gümüş monokarboksilat ve gümüş dikarboksilatın tekstil sektöründe yeni bir antibakteriyel ajan olarak kullanılabilmesi sonucuna varılmıştır. Antibakteriyel olarak kullanılmalarının bir diğer avantajı ise antibakteriyel ajanların kompleks bileşik sınıfında olmasıdır. Bu şekilde kompleks bileşik içerisinde bulunan gümüş iyonlarının insan teni ile teması da söz konusu olmayacaktır.
- Böylece bir atık olan naften için geri kazanım yoluyla faydalı bir kullanım alanı yaratılarak çevresel kirlenmenin önüne geçilmesine katkıda bulunacak bir uygulama alanı geliştirilmiştir.

## 8. KAYNAKLAR

- Abdullayev, A.M.,(1967). ‘ nikel, mangan ve bakır naftenatlarının sentezi ve araştırılması ‘ 1. Doktora adayı tezi, Bakü.
- Abdullayev, Fırıncı A., Altun Ö., (2000). Demir naftenatların farklı pH’lardaki ekstraksiyonunun incelenmesi, Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Dergisi B Serisi, Cilt 3, No 2, 123-126.
- Abdullayev, Altun Ö., Türkyılmaz M. (2002). Karboksilli asitlerinve karboksilatların sentezi, özellikleri ve uygulama alanlarının incelenmesi, Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Dergisi B Serisi, Cilt 3, No 1, 39-46.
- Adıyaman G., Öden B., (2005). ‘Boyarmaddeler’ Balıkesir üniversitesi kimya bölümü.
- Akalın M., Merdan N., Koçak D, Usta İ.; (2004). Effect of Ultrasonic Energy on the wash fastness of Reactive dyes; Ultrasonics, 42,, 161-164.
- Akbaş T., Erciyes T.A., (2000). Ayçiçeği ve keten yağı temelli yeni makromoleküllerin sentezlenmesi ve uygulama alanları, yüksek lisans tezi.
- Arsheen M., Aleem A., Naheed K., Karman A., Munnaza S., (2010). Study the effect of metal ion on wool facric dyeing with tea as natural dye, Journal of Saudi Chemical Society, 69-76.
- Burkinshaw S.M., Jeong D.S., (2011). The dyeing of poly(lactic acid) fibres with disperse dyes using ultrasound, Dyes and Pigments, S0143-7208(11)00177.
- Can C., Körlü A., (2011). Antibakteriyel Tekstil Üretiminde Sıkça Kullanılan Gümüşün Etki Mekanizması ve Toksisitesi.
- Czajkwaski W., Szymczyk M., (1998). İron complexed afterchrome dyes, Dyes and Pigments, S0143 -7208 ( 97 ) 00055– 7.
- Datar G.V., Banks-Lee P., Grady P. L.,(1995). Acoustical Properties of Fabrics in Low Intensity Ultrasound, Technical Note, 00044-5.
- Deveoğlu O., Karadağ R., (2011) Doğal Boyarmaddeler, Fen Bilimleri Dergisi, 23(1), 21-23
- Dipl.-İng. M.R. Nutuk (2010). Petrol Rafineri Sahasında Amerikan Organik Büyük Endüstrisinin Modern Esaslarını Teşkil Edecek Mahiyette Yeni Usuller.
- Duran K., Perincek S. D, Körlü A.E., Bahtiyari M. I., (2007). Usage opportunities of ultrasound technology in textile, Tekstil ve Konfeksiyon, 3/2007.
- Erişmiş B., Eren H. A., (2010). Tekstil Terbiye işlemlerinde Ultrason Kullanımı, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, e-ISSN: 1309-3991, 30-38.

- Ferrero F., Periolatto M., (2012). Ultrasound for low temperature dyeing of wool with acid dye, *Ultrason. Sonochem.*, 19 (3) (2012), pp. 601–606.
- Feng, Q.L., Wu, J., Chen, G.Q., Cui, F.Z., Kim, T.N., Kim, J.O., (2000). A Mechanistic Study of the Antibacterial Effect of Silver Ions on Escherichia Coli and Staphylococcus Aureus, John Wiley and Sons, p. 662-668.
- Gupta, D., Bhaumik, S., (2007). Antimicrobial Treatments for Textile, *Indian Journal of Fibre and Textile Research*, Vol: 32, p. 254-263.
- Han L., Zhou Y., Wang X. T., Li X., Tomg M. L., (2009). High thermal stability and antiferromagnetic properties of a 3D Mn (II)- Organik framework with metal carboxylate chains, China.
- Hurren C., Cookson P., Wang X., (2008). The effect of ultrasonic agitation in laundering on the properties of wool fabrics, *Ultrasonic Sonochemistry*, 1069-1074.
- Holt, K., Bard, A., (2005). Interaction of Silver (I) Ions with the Respiratory Chain of Escherichia Coli: An Electrochemical and Scanning Electrochemical Microscopy Study of the Antimicrobial Mechanism of Micromolar Ag.
- <http://www.cevreorman.gov.tr/belgeler/aluminyum.doc>, 2013.
- <http://www.genbilim.com/content/view/2147/34>, 2012.
- <http://www.solverkimya.com/site/makaleler/endustriyel-urunler-makaleleri/tekstil-boyamada-kullanilan-yardimci-kimyasallar.html>, 2012.
- <http://www.kimyaevi.org/TR/Genel/BelgeGoster.aspx?F6E10F8892433CFF95FB1C180B6BD62DB08752D3131507>, 2013.
- [http://www.egekimya.com/tr/metal\\_karboksilatlar.html](http://www.egekimya.com/tr/metal_karboksilatlar.html), 2013.
- <http://www.google.com.tr/url?sa=f&rct=j&url=http://www.wikiturk.net/Madde/35705/sabun-luktakullanilanhammaddeler&q=www.bilgininadresi,+ge%C3%A7i%C5%9F+karboksilatlar%C4%B1&ei=U2vMULq0HoHl4QSG8IHwAQ&usg=AFQjCNFekZQnAZrS9679ZIRyJiZkB-fYGA>, 2013.
- <http://www.mailce.com/nafta-nedir-ne-anlama-gelir-naftanin-kelime-anlami-acilimi.html>, 2013.
- <http://www.isguvenligi.net/yararli-bilgiler/nafta-kullaniminda-guvenlik>, 2012.

<http://www.nedirvikipedi.com/kimya/karboksilli-asitler.html>, 2013.

<http://www.nedirvikipedi.com/kimya/aromatik-bilesikler.html>, 2013.

<http://www.tekstilokulu.net/smfforum/index.php?PHPSESSID=cua9ju4hovmq8viubmtot3611&topic=118.msg118#msg118>, tekstilde boya ve boyarmaddeler 1, 2012

İçođlu H.İ., (2006). Pamuklu Dokunmuş Kumaşların Reaktif Boyarmaddelerle Boyanması ve Uygulama Yöntemlerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi.

Jeong S. H., Yeo S.Y. ve Yi C., (2004). The effect of filler particle size on the antibacterial properties of compounded polymer/silver fibers.

Jiang D., Hu w., Wang H., Shen B., Deng Y., (2011). Microemulsion template synthesis of copper sulfide hollow spheres at room temperature, China.

Kato C. N., Mori W. (2006). Oxidation Catalysis of Microporous Metal Carboxylate Complexes, Konagowa University, Japan.

Kamel M.M., Reda El-Shishtawy M., Yussef B.M., Mashaly H., (2004). Ultrasonic assisted dyeing III. Dyeing of wool with lac as a naturel dye, *Dyes and Pigments*, 103-110.

Li Q., Lin T., Wang X, (2012). Effects of ultrasonic treatment on wool fibre and fabric properties, *J. Text. Inst.*, 103 (6) (2012), pp. 662–668.

Li Q., Hurren C.J., Wang L.J., Lin T., Yu H.X., Ding C.L., Wang X.G. (2011). Frequency dependence of ultrasonic wool scouring, *J. Text. Inst.*, 102 (6) pp. 505–513.

Li, W., Xie, X., Shi, Q., Zeng, H., Ou, S., Chen, Y., (2010). Antibacterial Activity and Mechanism of Silver Nanoparticles on Escherichia Coli, *Applied Microbial and Cell Physiology*, vol:85, p. 1115-1122.

Liau, S.Y., Read, D.C., Pugh, W.J., Furr, J.R., Russell, A.D., (1997) Interaction of Silver Nitrate with Readily Identifiable Groups: Relationship to the Antibacterial Action of Silver Ions, *Letters in Applied Microbiology*, vol:25, p. 279-283.

McNeil S.J., McCall R.A., (2011). Ultrasound for wool dyeing and finishing, *Ultrasonics Sonochemistry*, (401-406), 2011-08-21.

Özer İ., Bahadır Ö., (2007). Reactions of some pyrazole-3 carboxylic acids with various alcohols.

Palamutcu S., Şengül M., Devrent N., Keskin R., (2008). Tekstil Ürünlerinde Antibakteriyel Etkinlik Belirleme Testleri, VII. ULUSAL ÖLÇÜM BİLİM KONGRESİ, 25-33

- Papageorgiou S.K., Kauvelos E. P., Fawas E. P., Romanos E.G., Sapalidis A.A., Katsaros F.K., (2010). Metal- Carboxylate interaction in metal- alginate complexes studied with FTIR spectroscopy, Greece, Carbohydrate Research.
- Obuhova, T.A., ve Basayeva, N.N.,(1979). C9-C10 akrilaromatik karbohidrojenlerinin moleküler oksijenle sıvı fazda katalitik oksitleşmesi, IV konferans, I. Bölüm,Bakü, 9.
- Obuhova, T.A., ve Basayeva, N.N., (1979). C9-C10 akrilaromatik karbohidrojenlerinin moleküler oksijenle sıvı fazda katalitik oksitleşmesi, IV konferans, I. Bölüm.
- Öztürk, M., (2005). Kullanılmış Alüminyum Malzemelerin Geri Kazanılması, Çevre ve Orman Bakanlığı (<http://www.cevreorman.gov.tr/belgeler/aluminyum.doc>)
- Sun D., Guo Q., Liu X., (2010). Investigation into dyeing acceleration efficiency of ultrasound energy, Ultrasonics, 441-446.
- Shukla S.R., Mathur M.R., (1995) Low Temperature Ultrasonic Dyeing of Silk, 111:342-5
- Türkyılmaz M., Otkun T. M., Abdullayev (2003). Sikloheksan karboksilli asidin sodyum ve kobalt tuzlarını eldesi ve sodyum tuzunun antibakteriyel aktivitesi, Trakya Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar Dergisi B Serisi Fen Bilimleri, 4(1): 17-21.
- Üreyen M.Ü., Çavdar A., Koparalı A.S., Doğan A., (2005). Yeni Geliştirilen Gümüş Katkılı Antibakteriyel Tekstil Kimyasalı ve Bu Kimyasal İle İşlem Görmüş Kumaşların Antibakteriyel Performansları (Proje No:083315).
- Wang X., YaO Z., Wang J., GaO W., Li G. (2007). Degradation of reactive brilliantred in aqueous solution by ultrasonic cavitation.
- Wilk E., Dziworska G., (2005). Antimicrobial properties of silver content textiles, 5thWorldTextile ConferenceAUTEX, June 27-29,
- Vajnhandl, S. and Le Marechal, A.M.,(2005). Ultrasound in textile dyeing and the decolouration/mineralization of textile dyes, Dyes and Pigments, 65 (2), 89-101p.
- Vouters M., Rumeau P., Tierce P., (2004). Costes S., Ultrasounds: an industrial solution to optimize costs, environmental requests and quality for textile finishing, Ultrason. Sonochem., 11 (1) pp. 33–38.
- Yükseloglu S. M., Bolat N.,(2010). The use of conventional and ultrasonic energy in dyeing of 100% wool fabrics, Tekstil ve Konfeksiyon, 2/2010
- Yıldız A.,Abdullayev, Şabudak T., Bazı Ağır Metallerle SikloheksanKarboksilat ve Abietat Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, 2007
- Yıldız A.,Atav R., Ağırğan A.Ö., Kanat Z. E.(2009). Bakır SikloHekzan Mono Karboksilat (Bakır Naftenat) bileşiğinin tekstil boyar madde olarak kullanılabilirliğinin araştırılması NKU BAP.

Yıldız A., Atav R., Öztaş M., Ağırhan A.Ö., Kanat Z.E., (2012). *IndustriaTextila*, Investigation of the usage possibility of copper cyclohexanemonocarboxylate (copper naphthenate) as a textile dye, 3, 113-168.

Zhang W.L., Liu Y.Y., Ma J. F., Jiang H., Yang J., (2008). Syntheses and characterizations of nine coordination polymers of transition metals with carboxylate anions and bis(imidazole) ligands.

## ÖZGEÇMİŞ

1986 yılında Tekirdağ'ın Marmara Ereğlisi ilçesinde doğdu. İlk ve orta öğrenimini Marmara Ereğlisi Süleyman Turgut Kırali İlköğretim Okulu'nda tamamladı. Lise öğrenimini Tekirdağ Zübeyde Hanım Anadolu Meslek Lisesi'nde okul birincisi olarak tamamladı. 2005 yılında girdiği Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Tekstil Teknoloji Öğretmenliği Bölümü'nden 2009 yılında mezun oldu. 2010 yılında Namık Kemal Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Aynı zamanda, Anadolu Üniversitesi Açıköğretim Fakültesi İşletme Bölümüne kaydoldu. Şu an, Anadolu Üniversitesi Açıköğretim Fakültesi İşletme Bölümü 4. sınıf öğrencisidir.