



T.C.

TOKAT GAZİOSMANPAŞA ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

BİYOMÜHENDİSLİK ANABİLİM DALI

BİYOMÜHENDİSLİK DOKTORA PROGRAMI

**YENİ TİYOSEMİKARBAZON TÜREVLERİNİN SENTEZİ,
KARAKTERİZASYONU VE TİYOSEMİKARBAZON KATKILI
ANTİBAKTERİYEL TEKSTİLLERİN ELDE EDİLMESİ**

DOKTORA TEZİ

Gürsel KORKMAZ

Danışman: Prof. Dr. İsa Karaman

TOKAT- 2025

JÜRİ KABUL VE ONAY

GÜRSEL KORKMAZ tarafından hazırlanan “Yeni Tiyosemikarbazon Türevlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Tiyosemikarbazon Katkılı Antibakteriyel Tekstillerin Elde Edilmesi” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 26.12.24 tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen Jüri tarafından Oy Birliği ile Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Biyomühendislik Anabilim Dalında Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri (Unvanı, Adı Soyadı)

İmzası

Üye (Başkan) : Prof. Dr. Y. Dilek Kut

Üye : Prof. Dr. İsa KARAMAN

Üye : Prof. Dr. Hayreddin Gezegen

Üye : Prof. Dr. Uğur Tutar

Üye :Doç. Dr. Kıymet Berkil Akar

ONAY

...../...../.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

ETİK SÖZLEŞME

Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre, Prof. Dr. İsa KARAMAN danışmanlığında hazırlamış olduğum “Yeni Tiyosemikarbazon Türevlerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Tiyosemikarbazon Katkılı Antibakteriyel Tekstillerin Elde Edilmesi” adlı Doktora tezinin bilimsel etik değerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalışma olduğunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceğimi beyan ederim.

.../.../...

Gürsel Korkmaz



ÖNSÖZ

Doktora süresince mikrobiyoloji alanında değerli bilgiler edindiğim kıymetli danışmanım Prof. Dr. İsa Karaman’a teşekkür ederim.

Yüksek lisans ve doktora eğitimim süresince her zaman destek olan, kendimi geliştirmemde önemli katkılar sunan, çalışmamdaki bileşiklerin sentezi ve karakterizasyonu konusunda bilgi ve tecrübesiyle beni destekleyen bir diğer kıymetli hocam Prof. Dr. Hayreddin Gezen’e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Antimikrobiyal değerlendirme kısmında bilgi ve tecrübesiyle yol gösteren değerli hocam Prof. Dr. Uğur Tutar’a teşekkür ederim.

Tez çalışmamın sentez ve tekstil uygulamaları deneyleri için laboratuvar kullanım izni veren Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Sağlık Bilimleri Fakültesi Eski Dekanı Prof. Dr. Hatice Tel ve Dekan Yardımcısı Doç. Dr. Nurperihan Tosun’a teşekkür ederim.

Çalışmamın antimikrobiyal deneylerini yaptığım Sivas Cumhuriyet Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezinde (CUTAM) geçirdiğim süre boyunca yardımlarını esirgemeyen başta CUTAM Müdürü Doç. Dr. Ebru Yavaş olmak üzere tüm CUTAM personeline teşekkürlerimi sunarım.

Hayatımın her anında yanımda olan yüksek lisans ve doktora eğitimlerim için beni teşvik eden kıymetli babam ve annem Yüksel Korkmaz ve Selma Korkmaz’a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ve desteğini her zaman hissettiğim değerli eşim Cansu Korkmaz’a teşekkürlerimi sunarım.



Değerli Eşim Cansu Korkmaz'a ithafen

ÖZET

YENİ TİYOSEMİKARBAZON TÜREVLERİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE TİYOSEMİKARBAZON KATKILI ANTİBAKTERİYEL TEKSTİLLERİN ELDE EDİLMESİ

Korkmaz, Gürsel

Doktora Programı, Biyomühendislik Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. İsa Karaman

Ocak 2025, xiii + 131 sayfa

Bakteriyel enfeksiyon hastalıkları antibiyotiklerin keşfi ile önemli ölçüde kontrol altına alınmıştır. Ancak zamanla bakterilerin çeşitli mekanizmalar ile geliştirmiş oldukları antibiyotik direnç yeni antimikrobiyal ajanların geliştirilmesi ihtiyacını ortaya koymuştur. Tekstil ürünleri bakterilerin üremesi için uygun ortam sunmaktadır. Bu nedenle özellikle hastaneler, toplu taşımalar ve oteller gibi insan sirkülasyonunun fazla olduğu yerlerde antibakteriyel tekstillerin kullanılması bakteriyel enfeksiyonların ve yayılmasının önlenmesine katkı sunmaktadır.

Bu çalışmada farklı substitüentlere sahip yedi fenilüre asetofenon türevi ve bunların tiyosemikarbazid ile reaksiyonu ile sentezlenen yedi tiyosemikarbazon türevi sentezlenmiştir. Tiyosemikarbazonların antimikrobiyal aktivitesi *Staphylococcus aureus* ATCC 29213, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Escherichia coli* ATCC 25922, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 700603 bakteri suşlarına ve klinik olarak izole edilen *Candida albicans* fungus suşuna karşı mikrodilüsyon yöntemi ile değerlendirilmiştir. Bileşiklerin bakteri suşlarına karşı 7,81-250 µg/mL minimum inhibisyon konsantrasyon (MİK) değerleri ile antibakteriyel aktivitesi tespit edilmiştir. Ayrıca *C. albicans* fungus suşuna karşı ise 62.5-125 µg/mL MİK değeri ile antifungal aktivite sergilemişlerdir. Tiyosemikarbazonlardan -4Cl-3CF₃ substitüentine sahip E6 bileşiğinin *S. aureus* ve *E. faecalis* bakteri suşlarına karşı sırasıyla 7.81 ve 15 µg/mL MİK değeri ile oldukça güçlü antibakteriyel aktivite sergilediği görülmüştür. Güçlü aktivite gösteren meta-substitüe fenilüre tiyosemikarbazon türevi E6 bileşiği, E7 bileşiği ve E6 ile aynı kapalı formüle sahip para-substitüe E4 bileşiği ile tekstil malzemelerine antibakteriyel özellik katılması hedeflenmiştir. Kumaşların antibakteriyel aktiviteleri agar difüzyon yöntemi ile kalitatif ve ASTM E2149 standardına benzer koşullarda kantitatif olarak *S. aureus* ve *E. coli* bakteri suşlarına karşı değerlendirilmiştir. Pamuk kumaşlarda yüksek konsantrasyonlu uygulamalarda *S. aureus*'a karşı %100'e yakın bakteriyosidal aktivite ve daha düşük konsantrasyonlarda ise %100 e yakın bakteriyostatik aktivite tespit edilmiştir. Poliester kumaşlarda ise E4 ve E6 bileşiği her iki bakteri suşuna karşı sırası ile %54.21–71.78 ve %56.94 – 99.31 oranında bakteriyostatik etki sergilediği bulunmuştur.

Anahtar kelimeler: Tıbbi tekstil, koruyucu tekstil, asetofenonlar, tiyosemikarbazonlar, antimikrobiyal, antibakteriyel tekstil, tempo

ABSTRACT

SYNTHESIS, CHARACTERIZATION OF NOVEL THIOSEMICARBAZONE DERIVATIVES AND PREPARATION OF THIOSEMICARBAZONE-ADDED ANTIBACTERIAL TEXTILES

Korkmaz, Gürsel

Ph.D. Program, Department of Bioengineering

Thesis Advisor: Prof. Dr. İsa Karaman

January 2025, xiii + 131 pages

Bacterial infectious diseases have been significantly controlled with the discovery of antibiotics. However, over time, antibiotic resistance developed by bacteria through various mechanisms has revealed the need for the development of new antimicrobial agents. Textile products offer a suitable environment for the growth of bacteria. For this reason, the use of antibacterial textiles, especially in places with high human circulation such as hospitals, public transport and hotels, contributes to the prevention of bacterial infections and their spread.

In this study, seven phenylurea acetophenone derivatives with different substituents and seven thiosemicarbazone derivatives synthesised by their reaction with thiosemicarbazide were synthesised. The antimicrobial activity of the thiosemicarbazones was evaluated by microdilution method against bacterial strains *Staphylococcus aureus* ATCC 29213, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Escherichia coli* ATCC 25922, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 700603 and clinically isolated *Candida albicans* fungal strain. The antibacterial activity of the compounds against bacterial strains was determined with minimum inhibition concentration (MIC) values of 7.81-250 µg/mL. They also exhibited antifungal activity against *C. albicans* fungal strains with MIC values of 62.5-125 µg/mL. Among the thiosemicarbazones, compound E6 with -4Cl-3CF₃ substituent showed very strong antibacterial activity against *S. aureus* and *E. faecalis* bacterial strains with MIC values of 7.81 and 15 µg/mL, respectively. We aimed to add antibacterial properties to textile materials with the strong activity of meta-substituted phenylurea thiosemicarbazone derivative E6 compound, E7 compound and para-substituted E4 compound having the same closed formula as E6. The antibacterial activities of the fabrics were evaluated qualitatively by the agar diffusion method and quantitatively against *S. aureus* and *E. coli* bacterial strains under conditions similar to the ASTM E2149 standard. In cotton fabrics, nearly 100% bacteriocidal activity was detected against *S. aureus* in high concentration applications and nearly 100% bacteriostatic activity was detected in lower concentrations. In polyester fabrics, E4 and E6 compounds were found to exhibit 54.21-71.78% and 56.94 - 99.31% bacteriostatic activity against both bacterial strains, respectively.

Keywords: Medical textile, protective textile, acetophenones, thiosemicarbazones, antimicrobial, antibacterial textile, tempo

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	i
ÖZET	iii
ABSTRACT	iv
İÇİNDEKİLER	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar DİZİNİ	xii
KISALTMALAR ve SİMGELER LİSTESİ	xiii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER ve KAYNAK ÖZETLERİ	3
2.1. Tiyosemikarbazonlar	3
2.1.1. Tiyosemikarbazonların antimikrobiyal aktivitesi üzerine literatür araştırması	4
2.2. Antimikrobiyal Tekstiller	32
2.2.1. Antibakteriyel tekstiller	33
2.3. Selülozun Nabr/TEMPO/NaClO Oksidasyonu	36
3. MATERYAL ve YÖNTEM	40
3.1. MATERYAL	40
3.1.1. Mikroorganizma kültürleri	40
3.1.2. Kimyasallar	40
3.1.3. Karakterizasyonda kullanılan cihazlar	41
3.2. YÖNTEM	41
3.2.1. Fenil üre amino asetofenon türevlerinin sentezi	41
3.2.2. Tiyosemikarbazon türevlerinin sentezi	44
3.2.3. Sentezlenen bileşiklerin karakterizasyonu	47
3.2.4. Tiyosemikarbazon türevlerinin antimikrobiyal değerlendirilmesi	47
3.2.5. Pamuk kumaşlara tiyosemikarbazonların aktarılması	48
3.2.6. Poliester kumaşlara tiyosemikarbazonların aktarılması	51
3.2.7. Kumaşların antibakteriyel değerlendirilmesi	52
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	54
4.1. Sentezlenen Bileşikler ve Karakterizasyonu	54
4.1.1. Fenil üre asetofenon türevleri	54
4.1.2. Tiyosemikarbazonlar	59
4.2. Tiyosemikarbazon Türevlerinin Antimikrobiyal Değerlendirilmesi	76
4.3. Kumaşların Antibakteriyel Değerlendirilmesi	79
4.3.1. Kalitatif Yöntem	79

4.3.2. Kantitatif yöntem	79
4.4. Kumaşların Karakterizasyonu	96
4.4.1. FTIR analizi	96
4.4.2. SEM ve EDX analizi.....	103
5. SONUÇ ve ÖNERİLER	118
6. KAYNAKLAR	122
7. ÖZGEÇMİŞ	131



ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Tiyosemikarbazonların genel yapısı.....	3
Şekil 2.2. Çakmakçı ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	5
Şekil 2.3. Sharma ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler.....	6
Şekil 2.4. Diksha ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler	7
Şekil 2.5. Aly ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazon kompleksleri	8
Şekil 2.6. Beltrán-Torres ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazonlar	9
Şekil 2.7. Ziembicka ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazon türevleri	10
Şekil 2.8. Pitucha ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazonların genel yapısı	10
Şekil 2.9. Rusnac ve arkadaşlarının sentezlediği tiyosemikarbazon	11
Şekil 2.10. Swaminathan ve arkadaşlarının sentezlediği tiyosemikarbazon bileşiği.....	12
Şekil 2.11. Stojickov ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	13
Şekil 2.12. Ezzat ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	14
Şekil 2.13. Ragap ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler.....	15
Şekil 2.14. Jevtovic ve arkadaşlarının antimikrobiyal aktivitelerini araştırdıkları bileşikler	16
Şekil 2.15. Alzahrani ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	17
Şekil 2.16. Koçyiğit ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	17
Şekil 2.17. Gaber ve arkadaşları sentezledikleri bileşikler	19
Şekil 2.18. Abdalla ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	20
Şekil 2.19. Kalaiarasi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	21
Şekil 2.20. Nongpiur ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.	22
Şekil 2.21. Nibila ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	23
Şekil 2.22. Qi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	24
Şekil 2.23. Pham ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	25
Şekil 2.24. Ameryckx ve arkadaşlarının sentezledikleri feniltiyosemikarbazonlar.....	26
Şekil 2.25. Aljahdali ve El-Sherif'in sentezledikleri bileşikler	26
Şekil 2.26. Almeida ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	27
Şekil 2.27. Devi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	28
Şekil 2.28. Pole-Ceron sentezlediği tiyosemikarbazon metal kompleksleri.....	29
Şekil 2.29. Aneesrahman ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	30

Şekil 2.30. Alsharekh ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler	31
Şekil 2.31. Munikumari ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler.....	32
Şekil 2.32. Elmaaty ve arkadaşlarının sentezledikleri azo tiazol reaktif dispers boyaların kimyasal yapısı	36
Şekil 2.33. Selülozun Tempo/NaBr/NaClO oksidasyonu mekanizması.....	37
Şekil 2.34. Dong ve arkadaşlarının sentezlediği TSC-Cu kompleksleri.....	39
Şekil 3.1. Fenil üre asetofenon türevlerinin sentezi ve kimyasal yapıları	42
Şekil 3.2. C4 bileşiği a: reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu	43
Şekil 3.3. C6 bileşiği a: reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu,	43
Şekil 3.4. Reaksiyon sonu C1 ve C3 bileşiği.....	44
Şekil 3.5. Tiyosemikarbazon türevlerinin sentezi ve kimyasal yapıları	45
Şekil 3.6. E6 bileşiği a reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu.....	46
Şekil 3.7. E4 bileşiği a reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu.....	46
Şekil 3.8. E7 bileşiği a: reaksiyon başlangıcı, reaksiyon sonu	47
Şekil 3.9. Pamuk ve poliester kumaşların ön yıkama ve tekrarlı yıkama şartları.....	48
Şekil 3.10. Pamuk kumaşa Tempo oksidasyonu diyagramı	49
Şekil 3.11. Oksidasyon yapılmış pamuk kumaşlara TSC uygula diyagramı ve bağlanma mekanizması	50
Şekil 3.12. Poliester kumaşlara TSC'lerin aktarılması	52
Şekil 4.1. C6 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt)	55
Şekil 4.2. C6 bileşiği FTIR spektumu	56
Şekil 4.3. C6 bileşiğinin kütle spektumu.....	56
Şekil 4.4. C7 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt)	57
Şekil 4.5. C7 bileşiği FTIR spektumu	58
Şekil 4.6. C7 bileşiğinin kütle spektumu.....	58
Şekil 4.7. E1 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt)	60
Şekil 4.8. E1 bileşiğinin FTIR spektumu	61
Şekil 4.9. E1 bileşiğinin kütle spektumu.....	61

Şekil 4.10. E2 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt).....	63
Şekil 4.11. E2 FTIR kütle spektrumu	64
Şekil 4.12. E2 bileşiğinin kütle spektrumu	64
Şekil 4.13. E4 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt).....	66
Şekil 4.14. E4 bileşiğinin FTIR spektrumu	67
Şekil 4.15. E4 bileşiğinin kütle spektrumu	67
Şekil 4.16. E5 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt).....	69
Şekil 4.17. E5 bileşiğinin FTIR spektrumu	70
Şekil 4.18. E5 bileşiğinin kütle spektrumu	70
Şekil 4.19. E6 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üstte), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Altta).....	72
Şekil 4.20. E6 bileşiğinin FTIR spektrumu	73
Şekil 4.21. E6 bileşiğinin kütle spektrumu	73
Şekil 4.22. E7 bileşiğinin 400 MHz ¹ H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³ C-NMR spektrumları (Alt).....	74
Şekil 4.23 E7 bileşiğinin FTIR spektrumu	75
Şekil 4.24. E7 bileşiğinin kütle spektrumu	75
Şekil 4.25. UT-Co, T-Co, E4-50 ve E6-50 kumaşlarının agar difüzyon sonuçları	79
Şekil 4.26. E6-50, E6-25, E6-H5, E4-50, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenlerin inkübasyon sonrası fotoğrafları	81
Şekil 4.27. Başlangıç konsantrasyonu E6-50, E6-25, E6-5, E4-50, T-Co, UT-Co ve kontrolün oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>).....	82
Şekil 4.28. E6-25, E6-12, E7-25, E712, E6-25-1y, E6-25-5y, E6-25-1yf, E6-25-5yf, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenler ve kontrolün inkübasyon sonrası fotoğrafları	84
Şekil 4.29. E6-25, E6-12, E7-25, E7-12, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>).....	85
Şekil 4.30. E6-50, E6-25, E6-12, E4-50, E4-12, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-6h, E6-12-1.5h, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenlerin ve MO'nun inkübasyon sonrası fotoğrafları	87

Şekil 4.31. E6-50, E6-25, E6-12, E4-50, E4-12, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-6h, E6-12-1.5h, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler.....	88
Şekil 4.32. E6-50, E6-50-25DCC kumaşlarının ve MO'nun olduğu erlenlerin inkübasyon sonrası fotoğrafları.....	89
Şekil 4.33. 0. saat ve inkübasyon sonrası E6-50, E6-50-25DCC kumaşlarının ve MO'nun inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (<i>E. coli</i>).....	90
Şekil 4.34. PE6-12 ve 1 yıkamalı PE6-12 ve PE4-12 kumaşlarının olduğu erlenlerin ve kontrolün inkübasyon sonrası fotoğrafları.....	93
Şekil 4.35. PE6-12 ve 1 yıkamalı PE6-12 ve PE4-12 kumaşların inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>)	93
Şekil 4.36. %2 ve %5 konsantrasyonlarda E4 bileşiği uygulanan poliester kumaşların ve kontrolün inkübasyon oluşturduğu koloniler.....	93
Şekil 4.37. Poliester kontrol kumaşı Pb'nin ve MO'nun inkübasyon sonrası oluşturduğu oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>)	94
Şekil 4.39. E4 bileşiği ile işlem görmüş kumaşların FTIR spektrumu.....	99
Şekil 4.40. E6 bileşiği ile işlem görmüş kumaşların FTIR spektrumu.....	100
Şekil 4.41. Oksidasyon ön işlemli ve E7 bileşiği ile işlem görmüş kumaşların FTIR spektrumu	101
Şekil 4.42. %12,5 ve %50 konsantrasyon E6 bileşiği ile DCC'nin olduğu (E6-12, E6-50) ve olmadığı ortamlarda uygulama yapılan kumaşların FTIR spektrumları (E6-12-D0, E6-50-D0).....	102
Şekil 4.43. UT-Po, PE6-12, PE4-25, PE4-12, PE4-5 ve PE4-2 kumaşlarının FTIR spektrumları	103
Şekil 4.44. İşlem görmemiş pamuk kumaş SEM ve EDX analizi	104
Şekil 4.45. Tempo ön işlemli ve sonrasında DCC uygulanan kumaşların SEM görüntüleri (Üst T-Co, orta %50 DCC, alt %25 DCC)	105
Şekil 4.46. Tempo ön işlemli DCC uygulama yapılan kumaş T-DCC100 ve Tempo ön işlemli kumaş EDX analizi	106
Şekil 4.47. E6-50 kumaşına ait SEM ve EDX analizi	107
Şekil 4.48. E6-25 kumaşının SEM ve EDX analizi.....	108
Şekil 4.49. E6-12 kumaşının SEM analizi.....	109

Şekil 4.50. E4-50 kumaşının SEM ve EDX analizi.....	110
Şekil 4.51. E4-12 kumaşının SEM analizi.....	111
Şekil 4.52. E7-50 kumaşının SEM ve EDX analizi.....	112
Şekil 4.53. E7-25 kumaşının SEM ve EDX analizi.....	113
Şekil 4.54. E7-12 kumaşının SEM analizi.....	114
Şekil 4.55. UT-Po (Üst) ve Pb (Alt) SEM görüntüleri	115
Şekil 4.56. PE4-12 kumaşı SEM görüntüleri.....	116
Şekil 4.57. PE6-12 kumaşı SEM ve EDX analizi.....	117
Şekil 5.1. Kumaş uygulamasında kullanılan tiyosemikarbazon türevleri.....	118



TABLolar DİZİNİ

Tablo 3.1. TSC uygulanan pamuk kumaşların işlem şartları.....	51
Tablo 3.2. TSC uygulanan poliestер kumaşların uygulama şartları.....	52
Tablo 4.1. Tiyosemikarbazon türevlerinin (E1-7) MİK sonuçları (µg/mL)	78
Tablo 4.2. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E6-25, E6-5, E4-50, T-Co, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>).....	81
Tablo 4.3. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-25, E6-12, E4-12, E7-25, E7-12, E6-25-lyf, E6-25-5yf, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin oluşturduğu koloniler (<i>S. aureus</i>)	83
Tablo 4.4. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E4-50, E4-D5, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-1.5h, E6-12-6h, UT-Co ve MO'nun oluşturduğu koloni sayıları	86
(<i>S.aureus</i>).....	86
Tablo 4.5. 0. saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E6-50-25DCC ve MO'nun oluşturduğu koloniler (<i>E. coli</i>).....	89
Tablo 4.6. İnkübasyon sonunda farklı konsantrasyonlarda E4 bileşiğı uygulanmış 91 poliestер kumaşların ve kontrolün oluşturduğu koloni sayıları (<i>S. aureus</i> ve <i>E. coli</i>)....	91
Tablo 4.7. İnkübasyon sonunda MO'nun ve %12.5 E6 uygulanan poliestер kumaşların oluşturduğu koloni sayıları (<i>S. aureus</i> ve <i>E. coli</i>).....	92

KISALTMALAR ve SİMGELER LİSTESİ

μ:	mikro
μg:	mikro gram
μL:	mikro litre
g:	gram
L:	litre
mL:	mili litre
ATCC:	Amerikan Tip Kültür Koleksiyonu
Bsi:	Bakteriyosidal
Cfu:	Koloni oluşturan birim
DCC:	N,N'- Disikloheksilkarbodiimid
DMSO:	Dimetil sülfoksit
EtOH:	Etanol
FTIR:	Fouirer Transform Infrared Spektrofotometresi
FZ/T 73023-2006:	Çin Cumhuriyeti- Antibakteriyel örme kumaş standardı
MeOH:	Metanol
MHA:	Muler Hinton Agar
MHB:	Muller Hinton Broth
MİK:	Minimum inhibisyon konsantrasyonu
MO:	Mikroorganizma
MRSA:	Metisilin dirençli <i>Staphylococcus aureus</i>
NA:	Aktif değil
PEI:	Polietilenimin
pTsOH:	p-toluen sülfonik asit
SEM:	Taramalı elektron mikroskobu
T-Co:	Tempo oksidasyonu yapılmış pamuk kumaş
TEMPO:	2,2,6,6-Tetramethylpiperidine 1-oxyl
TSC:	Tiyosemikarbazon
UT-Co:	İşlem görmemiş pamuk kumaş
UT-Po:	İşlem görmemiş poliester kumaş
UV:	Ultraviyole
VRE:	Vankomisin dirençli <i>Enterococcus</i>
VRSA:	Vankomisin dirençli <i>Staphylococcus aureus</i>

1. GİRİŞ

Sağlık bilimleri ve mühendislik uygulamalarının bir araya gelmesi ile elde edilen tıbbi tekstil ürünleri birçok alanda koruyuculuk sağlamaktadır. Yüksek yüzey alanı, emicilik özellikleri, farklı formlarda üretim olanakları gibi avantajları tekstil malzemelerini, koruyucu tıbbi malzemeler arasında ön plana çıkarmaktadır. Tıbbi tekstiller yara örtüleri, kompresyon ürünleri ve kişisel bakım ürünleri gibi vücut dışı uygulamalar, implante edilebilir cihazlar, protezler ve doku iskeleleri gibi vücut içi uygulamalar ve vücut dışına yerleştirilen ancak insan kanı ile direk temas eden iç/dış ara yüzey uygulamaları olarak üç grupta toplanmaktadır. Biyouyumluluk, bazlara ve asitlere direnç, vücut sıvılarına karşı direnç, boyutsal stabilite, emicilik/iticilik, hava geçirgenliği ve antimikrobiyal aktivite tıbbi alanda kullanılacak tekstil malzemelerinde dikkat edilen önemli parametrelerdir. Sağlık çalışanları ve hastalar bulaşıcı hastalıklarının yayılımında önemli taşıyıcılardır. Hastane ortamındaki bulaşı azaltmak için antimikrobiyal aktivite gösteren önlükler, yastık kılıfları, örtüler ve maskelere artan bir talep bulunmaktadır. Biyolojik olarak aktif oldukları bilinen tiyosemikarbazon bileşiklerinin tekstil kumaşlarına uygulanması biyolojik olarak aktivite gösterecek kumaşlar elde edilmesine olanak tanıyacağı düşünülmektedir. Literatürde bu konuda yaygın çalışmalar bulunmasada tiyosemikarbazon uygulanması ile antibakteriyel aktivite kazandırılan sellüloz liflerinin olduğu görülmektedir (Dong ve ark., 2022)

Bu çalışmada yedi fenilüreasetofenon ve bunların tiyosemikarbazidler ile reaksiyonu ile yedi tiyosemikarbazon türevi sentezlenmiştir. Sentezlenen maddeler NMR, FTIR ve LC-MS analizleri ile karakterize edilmiş ve antimikrobiyal aktiviteleri mikrodilüsyon yöntemi ile incelenmiştir. Güçlü antimikrobiyal aktivitesi tespit edilen tiyosemikarbazon türevleri %100 pamuk ve %100 polyester örme kumaşa çektirme yöntemi ile aktarılmıştır. Bileşikler pamuk kumaşlara ön işlem olarak 2,2,6,6-Tetramethylpiperidine 1-oxyl, 2,2,6,6-Tetramethyl-1-piperidinyloxy (TEMPO), NaBr ve NaClO ile oksidasyonu sonrası *N,N'*-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC) varlığında uygulanmıştır. Kumaşlar SEM, EDX ve FTIR analizleri ile karakterize edilmiştir. Kumaşların antibakteriyel aktiviteleri agar difüzyon tekniği ile kalitatif olarak ve ASTM E2149 standardına benzer şartlarda kantitatif olarak değerlendirilmiştir. Aktivitesi tespit edilen kumaşların tekrarlı yıkamaları yapılarak antibakteriyel aktivitenin yıkamaya karşı dayanımı araştırılmıştır.

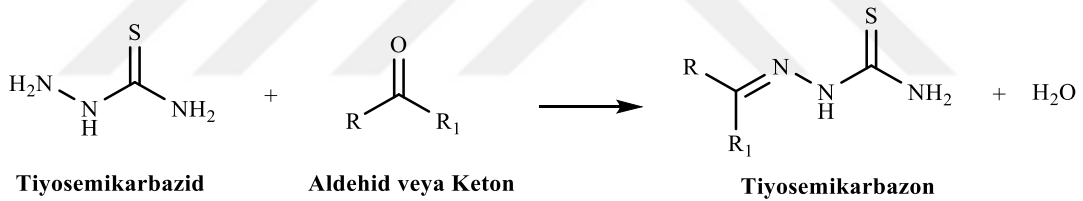
Yapılan çalışma ile yeni antibakteriyel bileşiklerin sentezlenmesi ve bunlar ile antibakteriyel kumaşların elde edilmesi amaçlanmıştır.



2. GENEL BİLGİLER ve KAYNAK ÖZETLERİ

2.1. Tiyosemikarbazonlar

Tiyosemikarbazonlar azot ve kükürt içeren ve farklı moleküllerin sentezine olanak sağlayan bir bileşik sınıfıdır (Özbek ve Berkel, 2023). Bu bileşikler genellikle tiyosemikarbazid ile keton veya aldehitin kondenzasyonu ile elde edilir (Zhu ve ark., 2021) (Şekil 2.1). Ayrıca hidrazin grubunun aldehit veya keton ile birleşmesi yoluyla stiren baz ligandları arasında önemli rol oynarlar (Piri ve ark., 2019). Semikarbazonlarda bulunan oksijen yerine kükürt içeren tiyoüre türevleri olarak da bilinirler (Özbek ve Berkel, 2023). Tiyosemikarbazonlar, parça boyunca elektron delokalizasyonunun neden olduğu genişletilmiş bir konformasyona sahiptir (Piri ve ark., 2019). Metal iyonlarını kükürt veya hidrazin azot atomlarından biriyle koordine ederler ve bu davranışlarıyla iyi şelatlayıcı ligandlar arasında yer alırlar (Khan ve Yusuf, 2009).



Şekil 2.1. Tiyosemikarbazonların genel yapısı (Gupta ve ark., 2022)

Tiyosemikarbazon türevleri antiviral (Pacca ve ark., 2017), antioksidan (Cebotari ve ark., 2023), antitümör (Vandresen ve ark., 2014), antiinflamatuvar (Saeed ve ark., 2024), antifungal (Umamatheswari ve ark., 2011) ve antibakteriyel (Alam ve ark., 2023) özelliklerin aralarında olduğu geniş bir biyolojik aktivite yelpazesine sahiptir. Bu bileşikler, bazı amino asitler, peptidler ve proteinler gibi kükürt ve azot içeren moleküller için yüksek afiniteye sahiptir (Vandresen ve ark., 2014). Tiyosemikarbazonların metal komplekslerinin biyolojik aktiviteleri, orijinal ligandlardan daha yüksek veya daha zayıf olabilmektedir (Khan ve Yusuf, 2009; Yıldırım ve ark., 2014). Bu nedenle tiyosemikarbazonların biyolojik aktivitelerini metal kompleksleriyle karşılaştıran birçok çalışma bulunmaktadır. Khan ve Yusuf (2009), yaptıkları çalışmada tiyosemikarbazon türevlerini ve bunların paladyum II metal komplekslerini sentezlemişlerdir.

Antibakteriyel analizler, metal komplekslerinin aktivitelerinin daha güçlü olduğunu göstermektedir (Khan ve Yusuf, 2009)

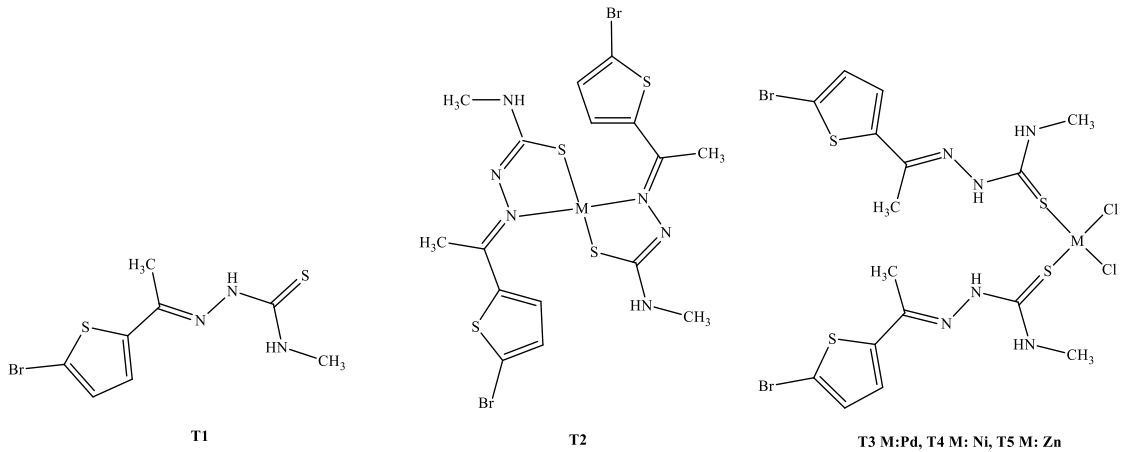
Ayrıca literatürde tiyosemikarbazonların kitosan gibi doğal polimerlerle reaksiyonlarının da bulunduğu çalışmalar bulunmaktadır. 2014 yılında yapılan bir çalışmada, tiyosemikarbazit-O-karboksimetil kitosanın sırasıyla o-hidroksibenzaldehit, p-metoksibenzaldehit ve p-klorobenzaldehit ile kondenzasyon reaksiyonuyla üç yeni tiyosemikarbazon sentezlenmiştir. Sonuçlar tiyosemikarbazon türevlerinin antibakteriyel ve antifungal aktivitelerinin O-karboksimetil kitosandan daha yüksek olduğunu göstermektedir (Mohamed ve ark., 2014). Başka bir çalışmada bir tiyosemikarbazon bileşiği ve onun altı koordinasyon bileşiği sentezlenmiştir. Antioksidan analizi, tiyosemikarbazon bileşiğinin hemen hemen tüm komplekslerden daha güçlü aktivite gösterdiğini göstermektedir (Graur ve ark., 2023). Ayrıca tiyosemikarbazonlar metal iyonları ile renkli kompleksler oluşturma özelliğine de sahiptirler. Bu yeteneği ile metal iyonlarının tespitinde sensör görevi görmektedirler (Radchatawedchakoon ve ark., 2014). Kolorimetrik, florimetrik ve elektrokimyasal gibi farklı sensör özellikleri sergileyebilirler (Özbek ve Berkel, 2023).

Tiyosemikarbazonların yapı-aktivite ilişkisi üzerine de birçok çalışma bulunmaktadır. Bileşiklerin amino substitüentlerinde veya N-heterosiklik halkasında meydana gelen değişikliklerin biyolojik aktiviteyi etkilediği rapor edilmiştir (Piri ve ark., 2019). Ayrıca aldehit veya ketonun yapısındaki değişiklikler de antibakteriyel ve antikanser aktiviteyi etkilemektedir. 2023 yılında Masuri ve arkadaşları, tiyosemikarbazonların biyolojik aktivitelerindeki -OH gruplarının varlığının, sayısının ve konumunun rolünü araştırdılar. Bu çalışmada, farklı -OH varyantlarına sahip altı kumarin bazlı tiyosemikarbazon bileşiğini sentezlediler. Sonuçlar yapıdaki -OH değişimlerinin aktivite üzerinde etkili olduğunu göstermektedir (Masuri ve ark., 2023).

2.1.1. Tiyosemikarbazonların antimikrobiyal aktivitesi üzerine literatür araştırması

Çakmakçı ve ark. (2023), bir tiyosemikarbazon türevi (T1) ve bunun Co(II), Pd(II), Ni(II) ve Zn(II) (T2-T5) metal komplekslerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.2). Sentezlenen bileşiklerin antimikrobiyal aktivitesi iki gram pozitif bakteri (*Staphylococcus aureus*,

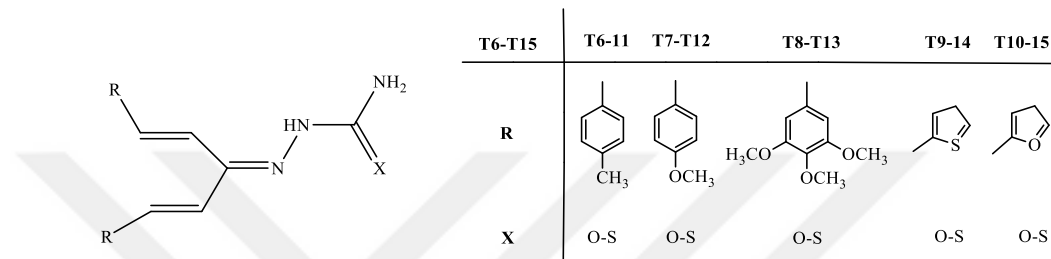
Enterococcus faecalis), üç gram negatif bakteri (*Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Serratia marcescens* ve bir mantar suşuna karşı (*Candida albicans*) disk difüzyon ve mikrodilüsyon yöntemlerine göre değerlendirilmiştir. TSC ligandı (T1) *S. marcescens* ve *C. albicans* a karşı inaktifken diğer bakteri suşlarına karşı 312-2500 µg/mL aralığında MİK değeri vermiştir. Ni(II) kompleksi de *S. marcescens* ve *C. albicans*'a karşı aktivite sergilemediği görülmektedir. Bunun dışında metal komplekslerinin MİK değerleri 39-2500 µg/mL aralığında değişmektedir. Disk difüzyon analizinde TSC ligandının *S. aureus*, *E. faecalis* ve *C. albicans*'a karşı zon oluşturduğu görülmektedir. Metal kompleksleri aktivite gösterdiği mikroorganizmalara karşı 0.8-12.1 mm arasında zon oluşturduğu verilmiştir. Pozitif kontrollerin 18-26 mm arasında zon oluşturduğu görülmektedir: Gram pozitifler için Ampisilin: 26-28; Gram negatifler için Gentamisin 18-24 mm; Funguslar için Flukonazol: 26 mm). Sonuçlar aktiviteleri tespit edilen komplekslerden TSC ligandının aktivitesini düşüren sonuç göstermezken bazı komplekslerin aktiviteyi artırdığını göstermektedir. Disk difüzyon analizinde de Ni(II) kompleksinin *C. albicans* 'a karşı aktivitesi dışında aynı durum görülmektedir (Çakmakçı ve ark., 2023).



Şekil 2.2. Çakmakçı ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Çakmakçı ve ark., 2023)

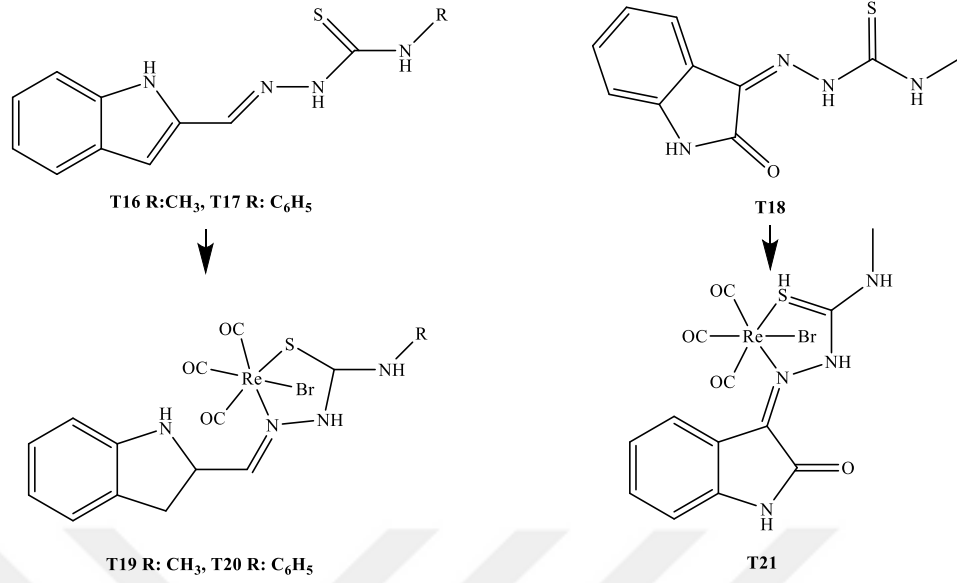
Bir diğer çalışmada simetrik kalkonlardan semikarbazon ve tiyosemikarbazon şif bazları sentezlenmiştir (Şekil 2.3). Bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerini agar kuyu difüzyon yöntemi ile bir gram pozitif *Bacillus subtilis* ve bir gram negatif *E. coli* bakteri suşuna karşı araştırılmıştır. Bileşiklerin *B. subtilis* ve *E. coli*'ye karşı sırasıyla 18,5-27,8 ve 13,6-

18,5 mm zon oluşturduğu görülürken standart ilaç Streptomisin aynı sırayla 22 mm ve 13,6-18,5 mm inhibisyon zonu oluşturmıştır. Sentezlenen bileşiklerin bazıları standart ilaca yakın güçte aktivite gösterirken -4CH₃Ph substitüentine sahip olan T11 numaralı bileşik ise gram pozitif bakteriye karşı standarttan daha güçlü etki göstermiştir. Sentezlenen grup içinde tiyosemikarbazonlar semikarbazonlardan daha güçlü aktivite sergilemiştir (Sharma ve ark., 2024)



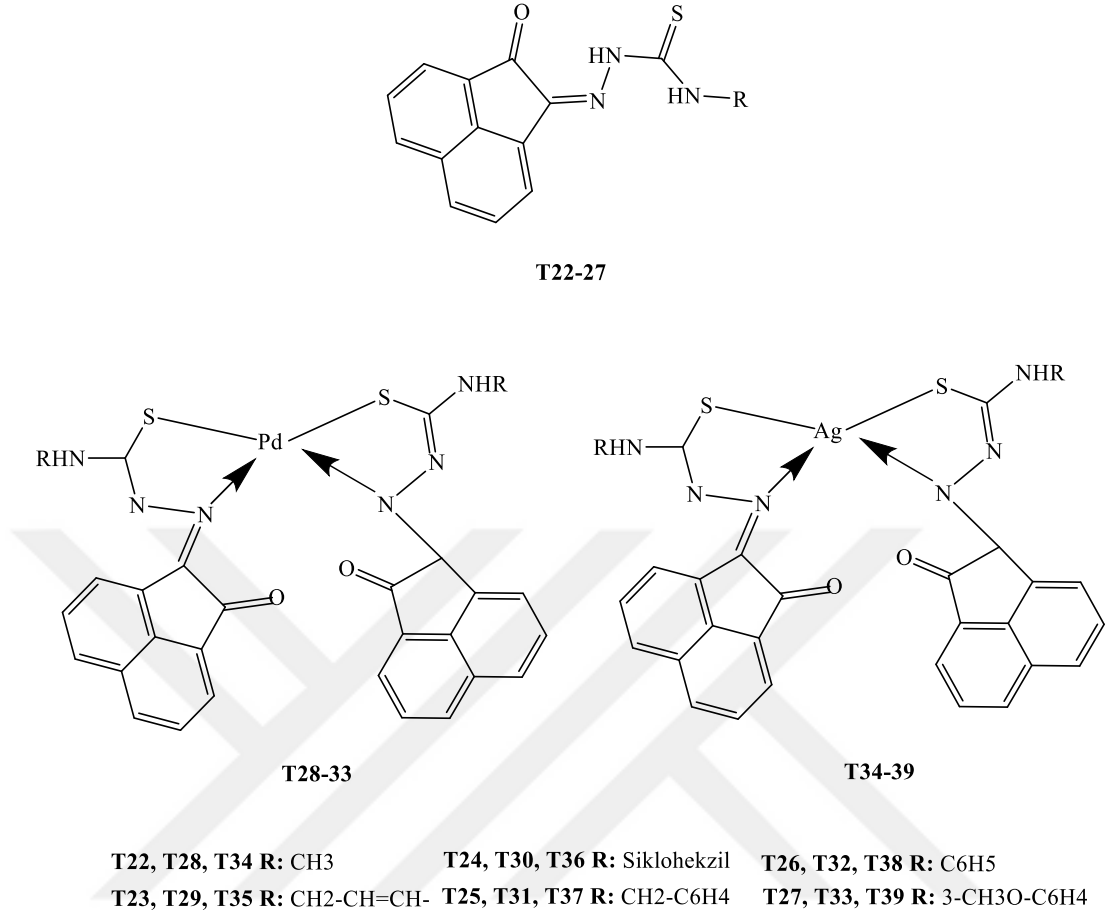
Şekil 2.3. Sharma ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler (Sharma ve ark., 2024)

Üç tiyosemikarbazon ve bunların fac-Re(I) trikarbonil organometalik komplekslerinin antimikrobiyal aktiviteleri Diksha ve ark. (2024) tarafından araştırılmıştır (Şekil 2.4). Bileşikler bir gram pozitif ve üç gram negatif bakteri suşuna karşı mikrodilüsyon tekniği ile test edilmiştir. Bileşiklerin gram negatif bakterilere karşı 64 µg/mL'ye kadar aktivite sergilemediği görülmüştür. Gram pozitif *S. aureus* bakteri suşuna karşı ise 0.5-64 µg/mL aralığında MİK değerleri ile antibakteriyel aktiviteleri tespit edilmiştir. Sonuçlar metal komplekslerinin T16, T17 ve T19 tiyosemikarbazon ligandlarının antimikrobiyal aktivitelerini *S. aureus* bakteri suşuna karşı sırasıyla 32, >128, ve >2 kat arttırdığını göstermektedir. Fenil substitüentli tiyosemikarbazonun metal kompleksinin (T20) 0.5 µg/mL MİK değeri ile güçlü antibakteriyel etki gösterdiği bildirilmiştir (Standart Levofloksasin: 0.125 µg/mL) (Diksha ve ark., 2024).



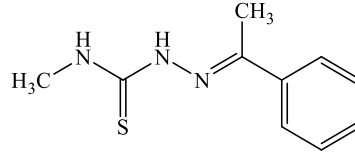
Şekil 2.4. Diksha ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler (Diksha ve ark., 2024)

Aly ve ark. (2024), bir seri tiyosemikarbazon (T22-27) ve bunların Pd ve Ag komplekslerini (T28-T39) sentezlemişlerdir (Şekil 2.5). Tiyosemikarbazon komplekslerinin antimikrobiyal aktivitesini iki gram pozitif, iki gram negatif ve bir mantar suşuna karşı mikrodilüsyon yöntemi ile araştırmışlardır. Kompleks bileşikler 0,018-1,135 µg/mL aralığında MİK değerleri ile oldukça güçlü antimikrobiyal aktivite sergilemiştir. 3-CH₃O-Ph substitüentli Ag-tiyosemikarbazon kompleksi (T39) *S. aureus* ve *E. coli* bakteri suşlarına karşı standart ilaç olan Siprofloksasin ile aynı MİK değerini (0,018 µg/mL) vermiştir (Aly ve ark., 2024) .

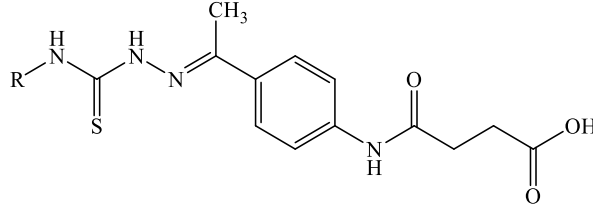


Şekil 2.5. Aly ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazon kompleksleri (Aly ve ark., 2024)

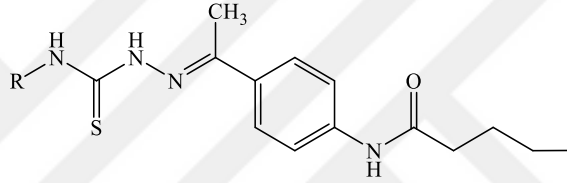
Beltrán-Torres ve ark. (2024), %78'in üzerinde verim ile beş tiyosemikarbazon türevi (T40-44) ve bunların bismuth(III) komplekslerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.6). Elde edilen bileşiklerin antibakteriyel aktivitelerini *S. aureus* ve *Salmonella spp.* bakteri suşlarına karşı agar kuyu difüzyon, mikrodilüsyon ve canlı hücre sayımı metodları ile araştırmışlardır. Tiyosemikarbazonlar ve bismuth(III) kompleksleri *S. aureus*'a karşı antimikrobiyal aktivite sergilemezken *Salmonella spp* ye karşı antibakteriyel aktivite göstermiştir. Yazarlar komplekslerin bakteri büyümesini % inhibe etme oranları (%72-85) ilgili tiyosemikarbazon türevlerinden (%32-63) daha etkili olduğunu rapor etmiştir (Beltrán-Torres ve ark., 2024).



T40



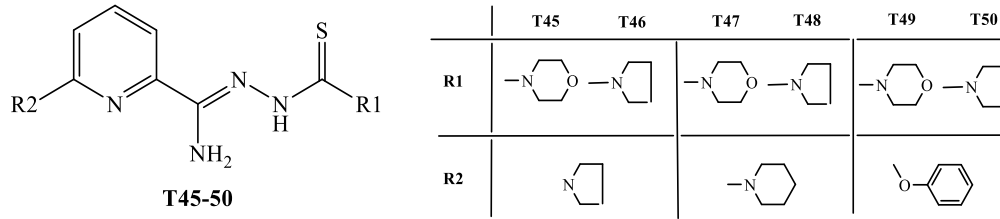
T41 R:H, T42 R: CH₃



T43 R:H, T44 R:CH₃

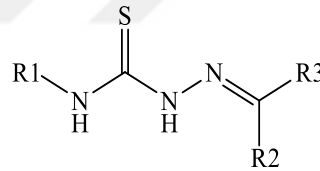
Şekil 2.6. Beltrán-Torres ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazonlar (Beltrán-Torres ve ark., 2024)

Ziembicka ve ark. (2023), tiyosemikarbazonların ve piridin halkalarının antimikrobiyal aktivitelerini bildikleri için bu iki yapıyı kombine ederek antimikrobiyal aktivitelerini incelemek için altı tiyosemikarbazon türevi (T45-50) sentezlemişlerdir (Şekil 2.7). Bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerini toplam on beş mikroorganizma suşuna karşı değerlendirmişlerdir: Tüberküloza sebep olan iki *M. tuberculosis* suşu (H37Rv ve Spec. 210); gram pozitif bakteriler (*S. aureus*, *S. epidermidis*, *M. luteus*, *B. subtilis*, *Bacillus cereus*); gram negatif bakteriler (*E. coli*, *P. mirabilis*, *K. pneumoniae*, *P. aeruginosa*) ve funguslar (*C. albicans*, *C. parapsilosis*). Bileşiklerin MİK değerleri şöyle rapor edilmiştir: *M. tuberculosis* bakteri suşlarına karşı 0.5-16 µg/mL; gram negatif bakteri suşlarına karşı >1000 µg/mL ; gram pozitif bakteri suşlarına karşı 0.49-7.8 µg/mL (Bileşik T49 hariç); fungus suşlarına karşı 7.8-1000 ve >1000 µg/mL. T46 ve T48 numaralı bileşiklerin standart ilaçlara eşit veya daha yüksek güçte antimikrobiyal aktivite gösterdikleri bildirilmiştir (Ziembicka ve ark., 2023).



Şekil 2.7. Ziembicka ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazon türevleri (Ziembicka ve ark., 2023)

Şekil 2.8’de görülen Tiyosemikarbazonlar (T51-69) Pitucha ve ark. (2023) tarafından sentezlenmiştir. Bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri *S. aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Enterococcus hirae* ve *Mycobacterium tuberculosis* suşlarına karşı araştırılmıştır. En güçlü antitüberküloz aktivite gösteren bileşik T69 *M. tuberculosis* H₃₇R_v ‘e karşı 4 µg/cm³ aktivite göstermiştir (Standart İzonikotinik Asit Hidrazid: 0.125 µg/cm³). Diğer bakteri suşlarına karşı T57 ve T58 64-128 µg/mL MİK değeri ile orta düzeyde aktivite sergilemişlerdir (Pitucha ve ark., 2023).

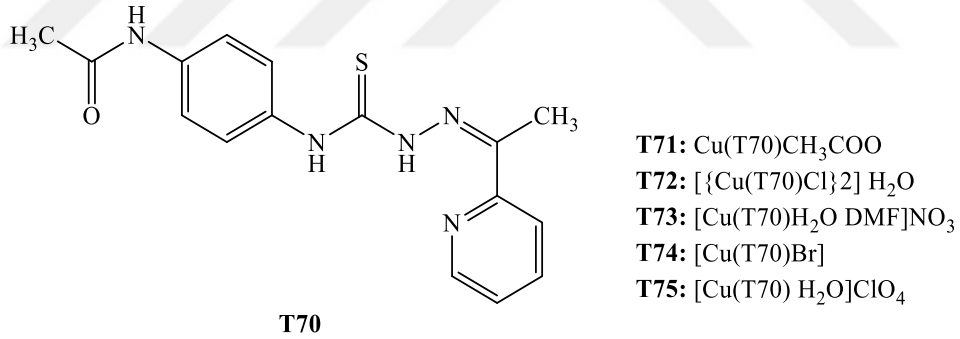


T51-69

	R1	R2	R3		R1	R2	R3
T51	C ₆ H ₅	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃	T61	2-ClC ₆ H ₄	CH ₃	H
T52	CH ₃	H	4-BrC ₆ H ₄	T62	2-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diClC ₆ H ₃
T53	CH ₃	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃	T63	3-ClC ₆ H ₄	H	4-Br
T54	CH ₃	CH ₃	4-NH ₂ C ₆ H ₄	T64	3-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃
T55	CH ₃	H	3,4-diClC ₆ H ₃	T65	3-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diClC ₆ H ₃
T56	2-CH ₃ C ₆ H ₄	H	4-BrC ₆ H ₄	T66	4-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃
T57	2-CH ₃ C ₆ H ₄	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃	T67	4-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diClC ₆ H ₃
T58	2-CH ₃ C ₆ H ₄	H	3,4-Cl ₂ C ₆ H ₃	T68	4-ClC ₆ H ₄	H	4-BrC ₆ H ₄
T59	2-ClC ₆ H ₄	H	4-BrC ₆ H ₄	T69	3-ClC ₆ H ₄	CH ₃	H
T60	2-ClC ₆ H ₄	H	3,4-diCH ₃ OC ₆ H ₃				

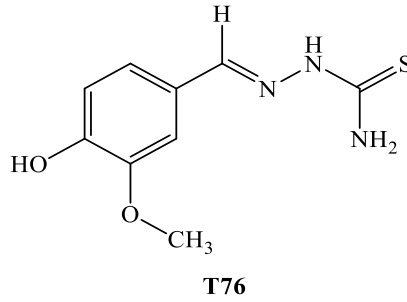
Şekil 2.8. Pitucha ve arkadaşlarının sentezledikleri tiyosemikarbazonların genel yapısı (Pitucha ve ark., 2023)

Rusnac ve ark. (2023), parasetemol içeren bir tiyosemikarbazon (T70) ve bunun beş Cu(II) kompleksini sentezlemişlerdir (T71-75) (Şekil 2.9). MİK sonuçları T70'in 500 µg/mL konsantrasyona kadar antibakteriyel aktivite sergilemediğini göstermektedir. *E. coli*'ye karşı iki kompleksin 62,5 (T72) ve 250 µg/mL (T74) MİK değeri tespit etmişlerdir. Diğer taraftan aynı kompleksler *C. albicans* mantar suşuna karşı aynı sıra ile 15,6 ve 31,3 µg/mL MİK değeri ile 16 µg/mL MİK veren Mikonazol'e yakın antifungal aktivite sergilemiştir. Aynı zamanda T70 de 31.3 µg/mL değer ile *C. albicans*'a karşı güçlü antifungal aktiviteyi göstermiştir. *S. aureus*'a karşı T71 15,6 µg/mL MİK verirken diğer dört kompleks 3,9 µg/mL konsantrasyon ile standart ilaç olan Nitrofurazon'dan (4.7 µg/mL) daha güçlü aktivite sergilemiştir. Minimum bakteriyosidal konsantrasyon değerlendirmesi aktivitesi tespit edilen tüm komplekslerin bakteriyosidal aktiviteye sahip olduğunu göstermektedir. Sonuçlar metal komplekslerinin tiyosemikarbazon bileşiğinin antibakteriyel aktivitesini önemli ölçüde artırabildiğini gösterirken antifungal aktivite için aynı durum görülmemektedir (Rusnac ve ark., 2023).



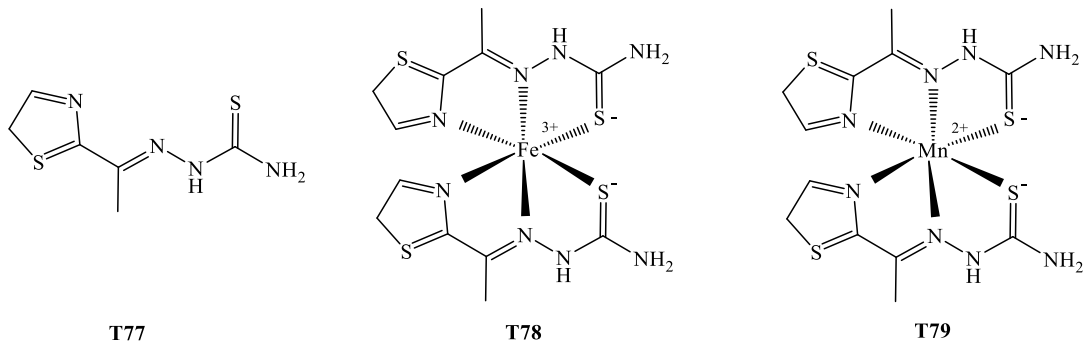
Şekil 2.9. Rusnac ve arkadaşlarının sentezlediği tiyosemikarbazon (Rusnac ve ark., 2023)

Swaminathan ve ark. (2023), 4-hidroksi-3-metoksibenzaldeid ve tiyosemikarbazid reaksiyonu ile T76 tiyosemikarbazon bileşiğini sentezlemişlerdir (Şekil 2.9). Tiyosemikarbazon türevi ve öncü bileşiği olan 4-hidroksi-3-metoksibenzaldeid'in antibakteriyel aktivitesi *E. coli* JM101 bakteri suşuna karşı disk difüzyon yöntemi ile araştırılmıştır. Yazarlar benzaldehid türevi öncü bileşiğin inhibisyon zonunu 12 mm olarak ölçerken tiyosemikarbazon bileşiğinin inhibisyon zonunu 2.5 kattan fazla artışla 30 mm olarak ölçmüşlerdir (Swaminathan ve ark., 2023).



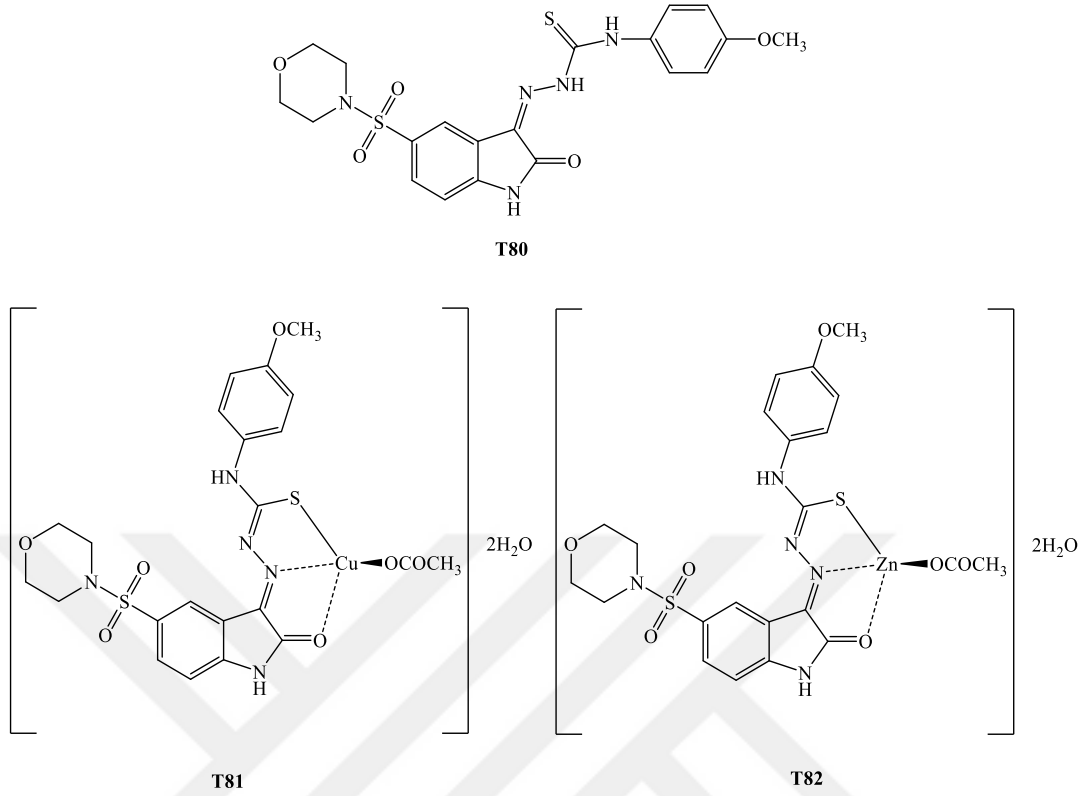
Şekil 2.10. Swaminathan ve arkadaşlarının sentezlediği tiyosemikarbazon bileşiği (Swaminathan ve ark., 2023)

2023 yılında yapılan bir diğer çalışma bir tiyosemikarbazon bileşiği (T77) ve bunun Fe(III) (T78) ve Mn(II) (T79) metal komplekslerinin sentezini ve antimikrobiyal özelliklerini vermektedir (Şekil 2.11). Sentezlenen bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri bir dizi bakteri, maya ve fungusa karşı test edilmiştir. MİK değerleri bileşiklerin antibakteriyel aktiviteye sahip olduklarını göstermektedir: Serbest TSC (T77) 0.42-0.84 mM; Fe(III) kompleksi 0.28-0.56 mM; Mn(II) kompleksi 0.17-0.34 mM; standart (Kloramfenikol) 0.05-0.77. *P. aeruginosa*, *C. sporogenes* bakteri suşlarına karşı T77 (0.84 mM) standart ilaca (0.77 mM) çok yakın aktivite gösterirken Fe(III) metal kompleksi ise daha güçlü aktivite (0.56 mM, 0.28 mM, sırasıyla) sergilemiştir. Mn(II) kompleksi T79 *P. hauseri*, *E. coli*, *K. pneumoniae*, *C. sporogenes* bakteri suşlarına karşı standart ilaçtan daha yüksek aktivite sergileyerek çalışmada en güçlü antibakteriyel bileşik olmuştur. Sonuçlar bileşiklerin antifungal güçlerinin sıralamasını antibakteriyel aktiviteleri ile benzer olarak küçükten büyüğe doğru TSC (0.84-168 mM), Fe(III) kompleks (0.56-1.12 mM), Mn(II) kompleks (0.34-1.37 mM) olduğunu göstermektedir. Yazarlar Fe(III) kompleksinin nispeten daha düşük aktivitesini Fe-S bağlarının kovalansı ve yüksek bağ düzeninden kaynaklanma ihtimali ile açıklamaktadır (Stojičkov ve ark., 2023).



Şekil 2.11. Stojickov ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Stojickov ve ark., 2023)

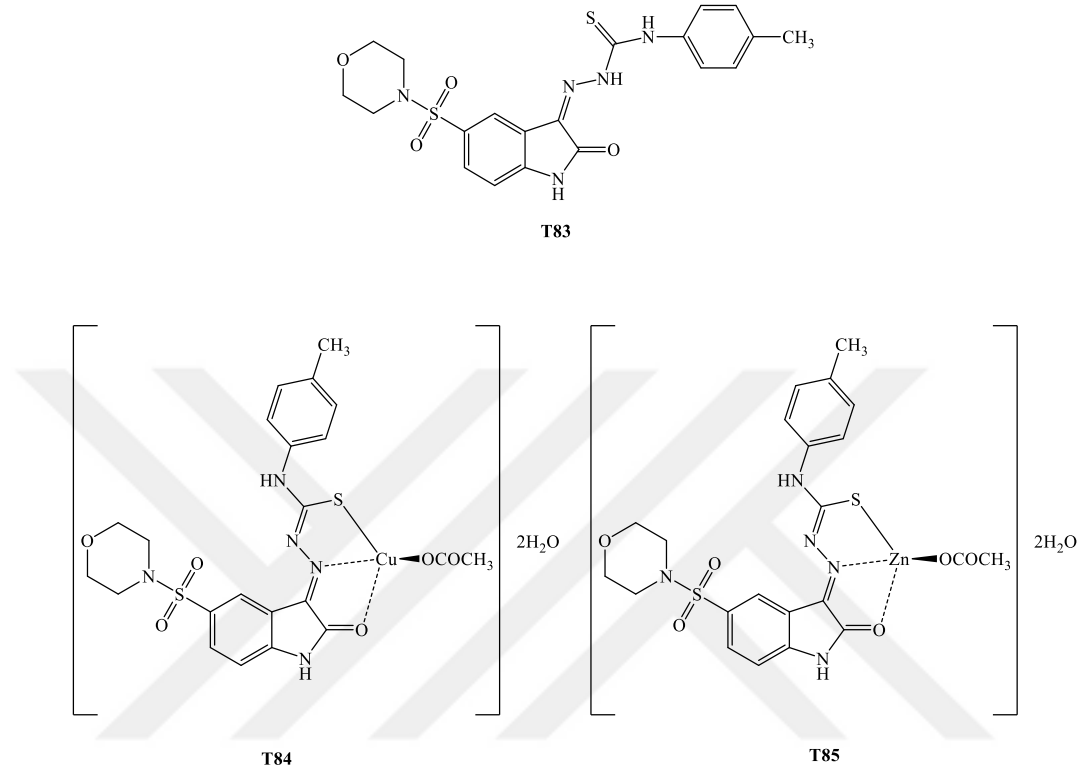
Ezzat ve ark. (2022), 5-(morpholinisulfonyl)isatin ve tiyosemikarbazid reaksiyonu ile bir tiyosemikarbazon türevi (T80) ve bunun Cu (II) ve Zn (II) komplekslerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.12). Sentezlenen bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri MİK ve inhibisyon zonları ölçülerek değerlendirilmiştir. Çalışmada iki gram pozitif iki gram negatif ve bir fungus suşu kullanılmıştır. İnhibisyon zon ölçümleri TSC ligandı T80'nin Zn metal kompleksi T82 ile *E. coli* ye karşı aynı inhibisyon zonunu verdiğini, diğer mikroorganizma suşlarının tümünde her iki metal kompleksinden daha yüksek zon oluşturduğunu göstermektedir. Buna ek olarak diğer bakteri ve fungus suşlarına (*B. Subtilis*, *S. aureus*, *P. aureginosa* ve *C. albicans*) karşı ise standart ilaç olan Tetrasiklin ve Amfoterisin B den daha güçlü aktivite göstermiştir. Zon ölçümünde düşük aktivite gösteren T81 Cu(II) kompleksi mikrodilüsyon ile test edilmemiştir. MİK sonuçları T80 TSC ligandının (8,2-32.84 μ M) Zn(II) metal kompleksinden (24.59-98.42 μ M) tüm bakteri suşlarına karşı daha güçlü aktiviteye sahip olduğunu göstermektedir. Standart ilaç Tetrasiklin'e (35.14-140.62 μ M) karşı ise her iki bileşik de daha güçlü aktivite sergilemiştir. T80 (22.24 μ M) Zn(II) kompleksinden (24.59 μ M) daha güçlü antifungal aktiviteye sahipken pozitif kontrol Amfoterisin B'ye (16.90 μ M) yakın ama daha zayıf aktivite göstermiştir (Ezzat ve ark., 2022).



Şekil 2.12. Ezzat ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Ezzat ve ark., 2022)

Ragap ve ark. (2022), iki adımlı farklı bir yöntem ile T80'nin metil substitüentli türevini (T83) ve bunun Cu (T84) ve Zn (T85) komplekslerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.13). Bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerini aynı mikroorganizma grubuna karşı mikrodilüsyon ve agar kuyu difüzyon yöntemi ile araştırılmıştır. Bakterilere karşı oluşturdukları inhibisyon zonları TSC, Cu, Zn-kompleksi ve standart Tetrasiklin için sırasıyla 22-24 mm, 11-14 (bazı bakteriler için inaktif), 22-27 mm ve 20-25 mm. *C. albicans* fungus suşuna karşı aynı sırayla 21 mm, 12 mm ve 25 mm inhibisyon zonu oluşturmuştur (Standart Amfoterisin B: 22 mm). TSC ligandı T83 ve Zn-kompleksi tüm mikroorganizmalara karşı sırasıyla 7.81-31.25 µg/mL ve 3.9-27.77 µg/mL MİK değeri vermiştir. Zn-kompleksi tüm mikroorganizmalara karşı standart ilaçlardan yüksek antimikrobiyal aktivite göstermiştir. TSC ise *E. coli* ve *C. albicans*'a karşı standart ilacın altında etkinlik gösterirken *S. aureus*, *B. subtilis* ve *P. aeruginosa*'ya karşı daha standart ilaçtan daha yüksek aktivite sergilemiştir. Bileşiklerin antimikrobiyal güçleri büyükten küçüğe doğru Zn-kompleksi (T85), TSC (T83), Cu-kompleksi (T84) olarak sıralanmaktadır. Antimikrobiyal aktivite sıralaması bir önceki çalışmada yapılan -OCH₃

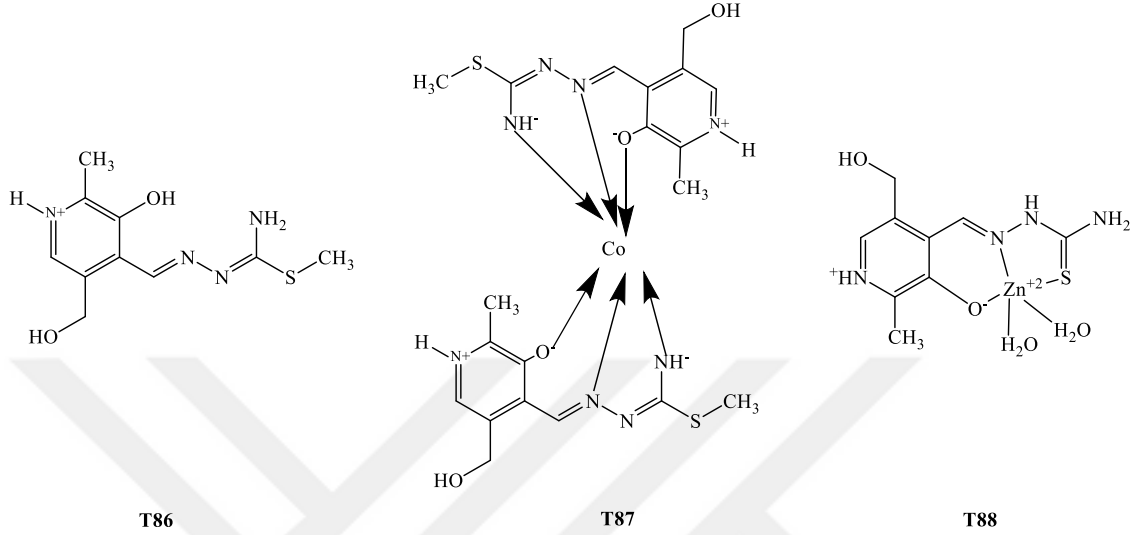
substitüentli TSC T80 ve metal kompleksleri (T81, T82) ile paralellik göstermektedir (Ragab ve ark., 2022)



Şekil 2.13. Ragab ve arkadaşlarının sentezlediği bileşikler (Ragab ve ark., 2022)

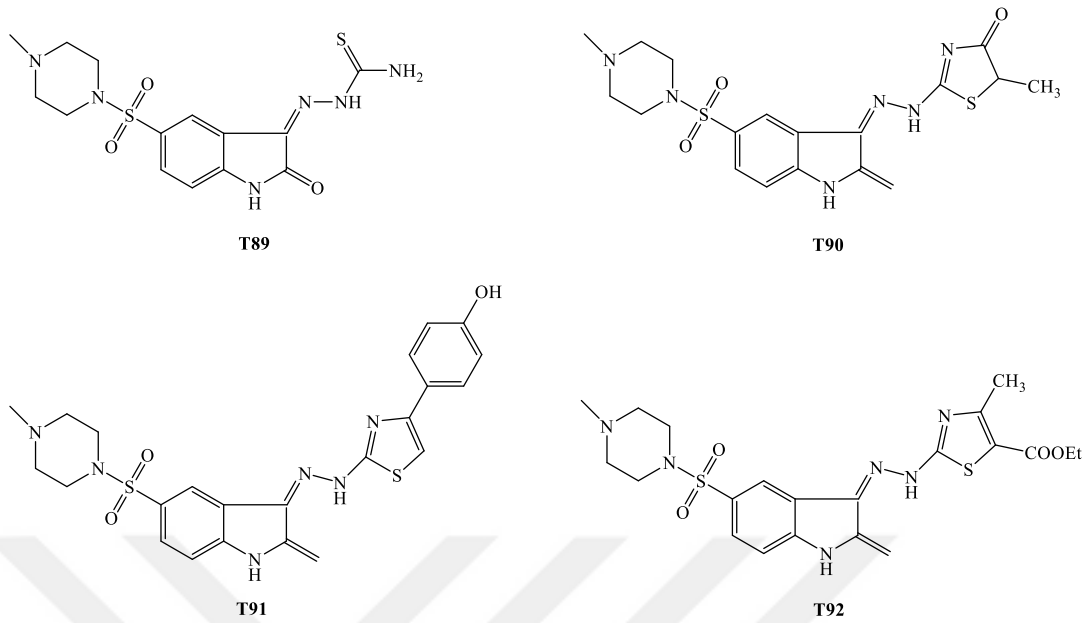
Jevtovic ve ark. (2022), piridoksal-s-metil-izotiyosemikarbazon (T86) ve bunun Co(III) (T87) kompleksini sentezlemişlerdir (Şekil 2.14). Co(III) kompleksi ve daha önceki çalışmalarda sentezledikleri Zn(II) kompleksinin (T88) antibakteriyel aktivitelerini mikrodilüsyon ve agar kuyu difüzyon yöntemi ile değerlendirmişlerdir. Agar kuyu difüzyon yönteminde 0.25, 0.50, 1, ve 2 mg/mL konsantrasyonlarında dilüsyonlar hazırlamışlardır. Sonuçlar konsantrasyon arttıkça inhibisyon zonunun arttığını göstermektedir. En yüksek konsantrasyonda elde edilen sonuçlar T87 ve T88 kompleksleri için sırası ile şu şekilde görülmektedir: *S. aureus* için 17 mm, 4.8 mm ve *E. coli* için 14 mm, 3.4 mm. Mikrodilüsyon testi 1000-20 µg/mL konsantrasyon aralığında yapılmıştır. Zn kompleksi iki bakteri suşuna karşı da bu aralıkta aktivite göstermemiştir. Co(III) bileşiği ise *S. aureus*, *E. coli*, *P. aeruginosa* bakteri suşlarına karşı sırasıyla <20 µg/mL, 30 µg/mL, 30 µg/mL konsantrasyonda antibakteriyel aktivite

sergilemiştir (Standart Kloramfenikol MİK sonuçları aynı sıra ile 5 µg/mL, 5 µg/mL, 50 µg/mL) (Jevtović ve ark., 2022).



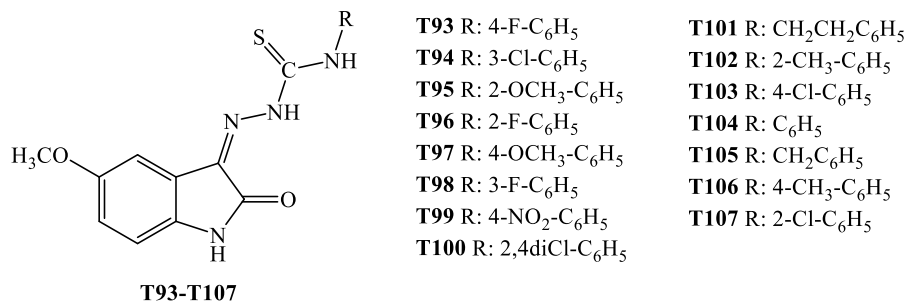
Şekil 2.14. Jevtovic ve arkadaşlarının antimikrobiyal aktivitelerini araştırdıkları bileşikler (Jevtović ve ark., 2022)

Alzahrani ve ark. (2022), bir Indolin-2,3-dion türevinden indolin-2-on Schiff bazı, 5-(2-oksoindolin-3-iliden)tiyazol-4-on, 3-tiyosemikarbazon)indolin-2-on, tiyazolo-indolin-2-on bileşiklerini sentezlemişlerdir. Şekil 2.15’de tiyosemikarbazon-indolin türevi (T89) ve bu bileşikten sentezlenen tiyazol bileşikleri (T90-92) verilmiştir. Bileşikler dört gram pozitif, dört gram negatif bakteri ve bir mantar suşuna karşı mikrodilüsyon yöntemi ile değerlendirilmiştir (İki farklı *S. aureus* ve *P. aeruginosa* suşu ile çalışmışlardır). TSC türevi T89’un *S. aureus*, *B. subtilis*, *S. Typhimurium* ve *C. albicans*’a karşı aktivite sergilemezken diğer beş bakteriye karşı 125-1000 µg/mL MİK aralığında aktivite sergilediği görülmektedir. Tiyazol türevleri (T90-92) 1.9-500 µg/mL aralığında aktivite sergilemişlerdir. Özellikle T91 1.9-31.2 µg/mL aralığında MİK değeri ile *B. subtilis* hariç tüm bakteri suşlarına karşı standart ilaç olan Levofloksasin’den (8.1-130 µg/mL) daha yüksek aktivite sergilemiştir (Alzahrani ve ark., 2022).



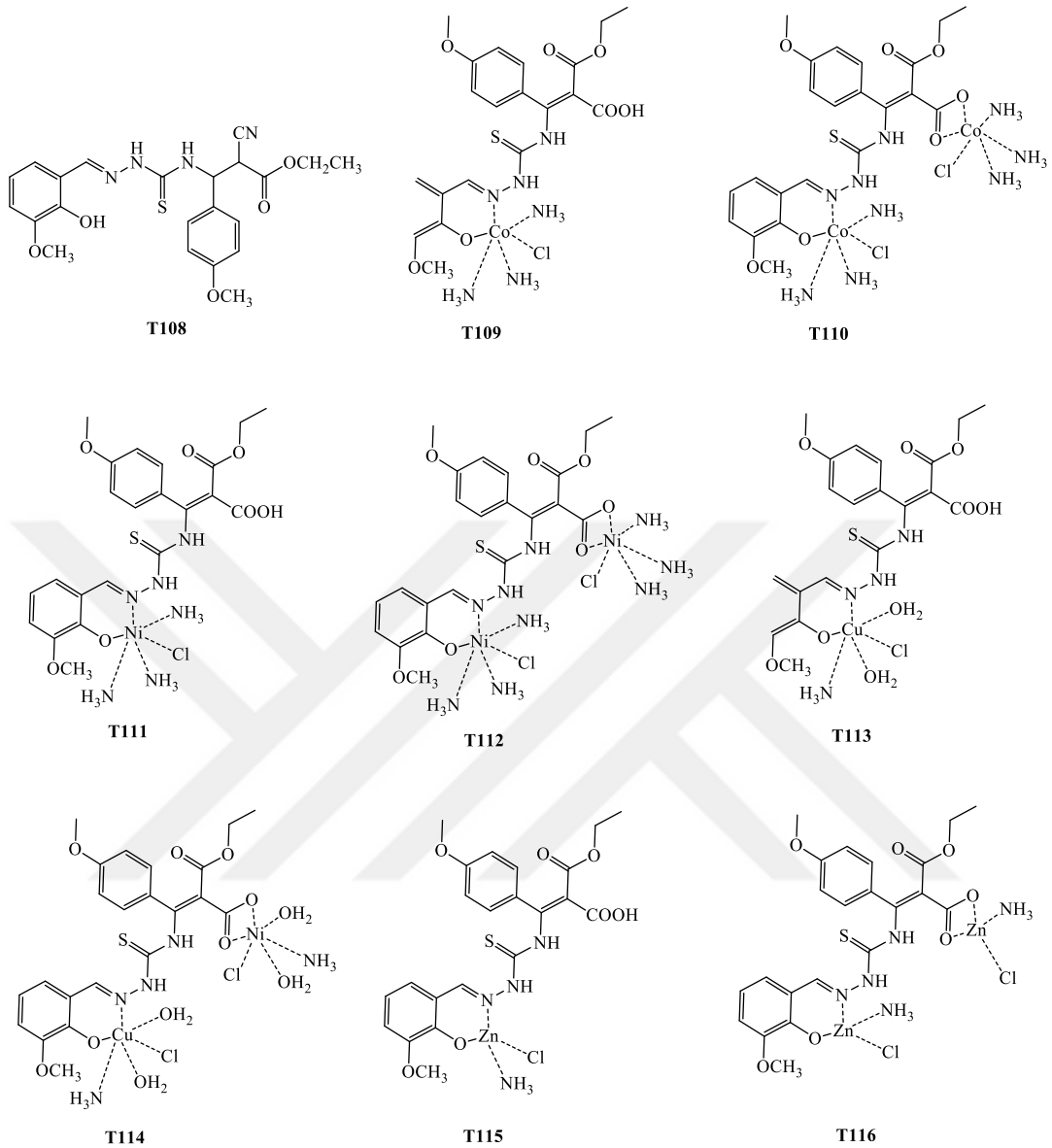
Şekil 2.15. Alzahrani ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Alzahrani ve ark., 2022)

2022 yılında yapılan bir çalışmada on beş isatin-tiyosemikarbazon türevi sentezlenmiştir (Şekil 2.16). Sentezlenen bileşiklerin antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri mikrodilüsyon yöntemi ile incelenmiştir. Analizde *S. aureus*, *B. cereus*, *E. coli*, *P. aeruginosa* bakteri suşları ve *C. albicans*, *Candida tropicalis* mantar suşları kullanılmıştır. Bileşikler *S. aureus* dışındaki mikroorganizma suşlarına karşı 5000 µg/mL konsantrasyona kadar aktivite göstermezken, *S. aureus* a karşı 39-625 µg/mL konsantrasyon ile antibakteriyel aktivite sergilemişlerdir. En güçlü aktivite gösteren bileşiklerin MİK değerleri T103 ve T104 için 39 µg/mL, T94, T105 ve T106 için 78 µg/mL olarak bildirilmiştir (Koçyiğit ve ark., 2022).



Şekil 2.16. Koçyiğit ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Koçyiğit ve ark., 2022)

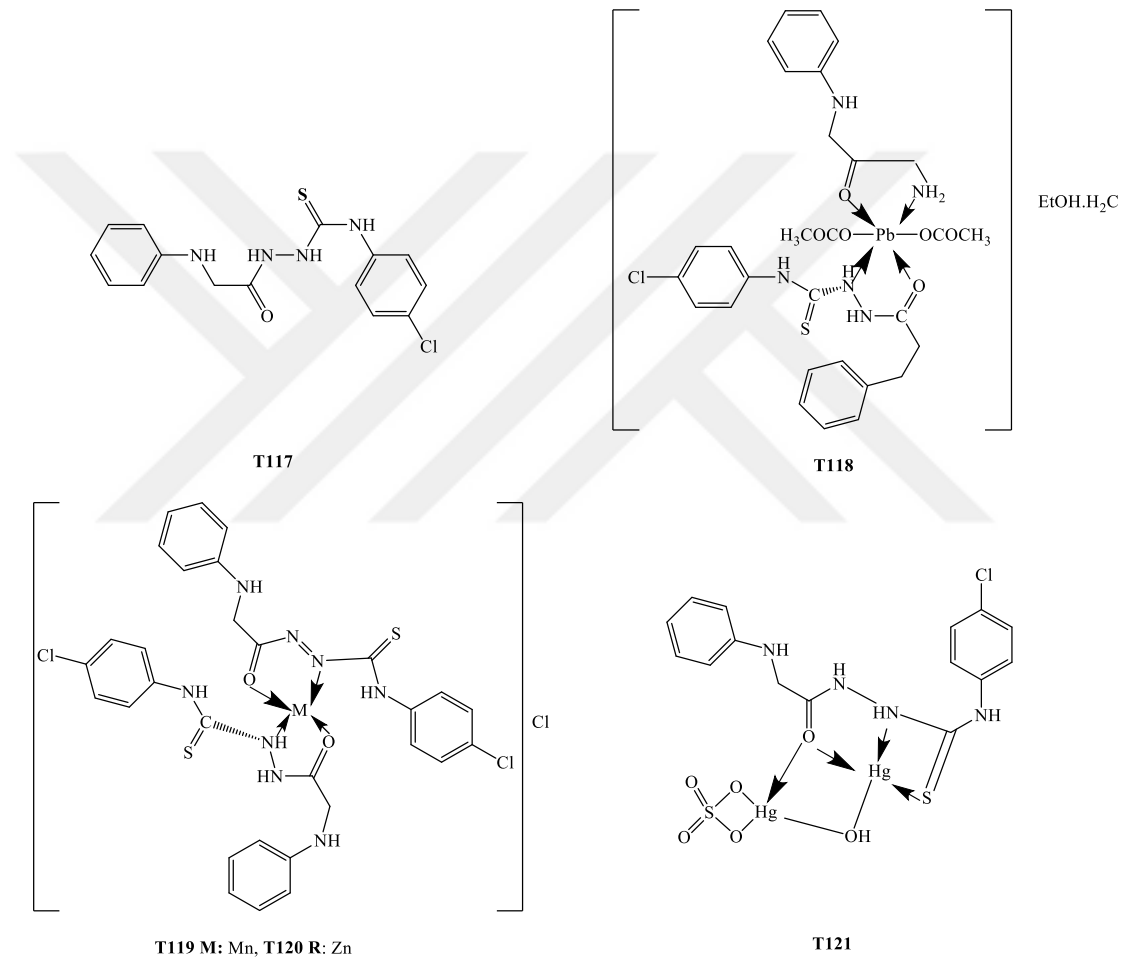
Gaber ve ark. (2021), metoksi tiyosemikarbazon türevi (T108) ve bunun mononükleer ve binükleer Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} ve Zn^{2+} metal komplekslerini (T109-T116) sentezlemişlerdir (Şekil 2.17). Bileşiklerin antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri agar kuyu difüzyon metodu ile *B. subtilis*, *S. aureus*, *E. coli*, *Proteus vulgaris* bakteri suşlarına ve *Aspergillus flavus*, *C. albicans* mantar suşlarına karşı değerlendirilmiştir. Sonuçlar tüm metal komplekslerinin TSC ligandı T108'den daha yüksek antibakteriyel aktivite sergilediğini göstermektedir. Ek olarak T113 ve T114 *B. Subtilis*'e ve *P. vulgaris*'e karşı sırasıyla 33 mm ve 25-26 mm inhibisyon zonu ile en az standart ilaç gentamisin (26mm, 25 mm aynı sıra ile) kadar aktivite sergilemiştir. *A. flavus* mantar suşuna karşı hiçbir metal kompleksi aktivite sergilemezken TSC ligandı 10 mm ve standart ilaç ketokonazol 16 mm inhibisyon zonu oluşturmuşlardır. Bir diğer mantar suşu *C. albicans* a karşı tüm kompleksleri (T109-T116) 8-12 mm inhibisyon zonu oluştururken, TSC ligandı T108 11 mm, ketokonazol 20 mm inhibisyon zonu oluşturmuştur. Sadece T113 numaralı metal kompleksi 12 mm zon oluşturarak T108'den daha güçlü antifungal aktivite gösterdi. Sonuçlar metal komplekslerinin T108'in antibakteriyel aktivitesini artırırken bileşik T113 hariç hepsinde antifungal aktiviteyi düşürdüğünü göstermektedir (Gaber ve ark., 2021).



Şekil 2.17. Gaber ve arkadaşları sentezledikleri bileşikler (Gaber ve ark., 2021)

Tiyosemikarbazonların antimikrobiyal aktivitelerini araştıran bir diğer çalışma 4-(4-klorofenil)-1-(2-(fenilamino)asetil)tiyosemikarbazon türevi (T117) ve bunun bazı metal komplekslerini (T118-121) içermektedir (Şekil 2.18): $[\text{Pb}(\text{H}_2\text{L})_2(\text{OAc})_2]\text{EtOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, $[\text{Mn}(\text{H}_2\text{L})(\text{HL})]\text{Cl}$, $[\text{Hg}_2(\text{H}_2\text{L})(\text{OH})\text{SO}_4]$, ve $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{L})(\text{HL})]\text{Cl}$. Bileşiklerin antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri irradyasyona maruz bırakılmadan önce ve sonra disk difüzyon sonuçları ile karşılaştırılmıştır. T117 *S. mutants*'a ve *C. albicans*'a karşı aktivite göstermezken *K. pneumoniae*, *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı 13.6-15.3 mm inhibisyon zonu oluşturmuştur. Metal komplekslerinden sadece T121'in aktivitesi tespit

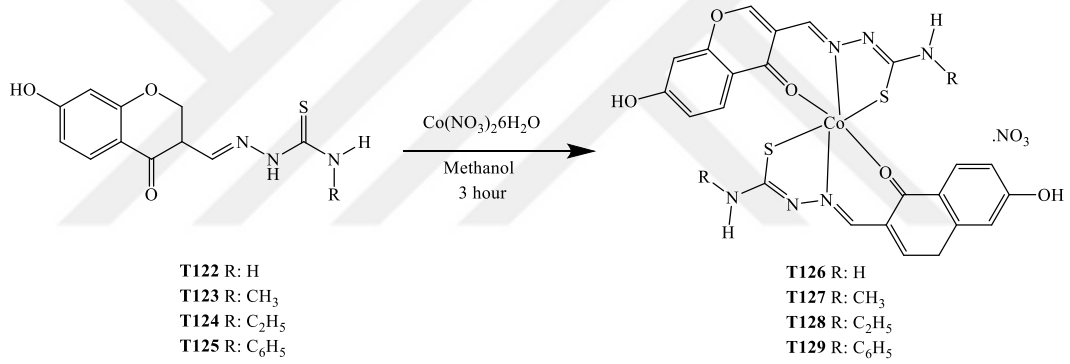
edilmiştir (Bakteriler için 21.3-36.6 mm, funguslar için 23.6 mm ve 29,6 mm). Sonuçlar metal komplekslerinin genel olarak tiyosemikarbazonun antibakteriyel aktivitesini düşürdüğünü gösterirken sadece T121'in metal kompleksinin antibakteriyel ve antifungal aktivitesinin daha güçlü olduğu görülmektedir. İrradyasyona maruz bırakılan bileşiklerin aktiviteleri bazı durumlarda artarken bazı durumlarda ise düşmüştür (Abdalla ve ark., 2021).



Şekil 2.18. Abdalla ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Abdalla ve ark., 2021)

Kalaierasi ve ark. (2021), 7-hidroksi-4-okso-4H-kromon-3-karbaldehit-4(N) substitüe tiyosemikarbazon türevlerini (T122-125) ve bunların Co(III) komplekslerini (T126-129) sentezlemişlerdir (Şekil 2.19). Metal komplekslerinin antimikrobiyal aktivitelerini mikrodilüsyon ve 25, 50 ve 100 µg/mL konsantrasyon aralığında agar kuyu difüzyon metodu ile incelemişlerdir. 25 µg/mL konsantrasyonda bazı komplekslerin bazı

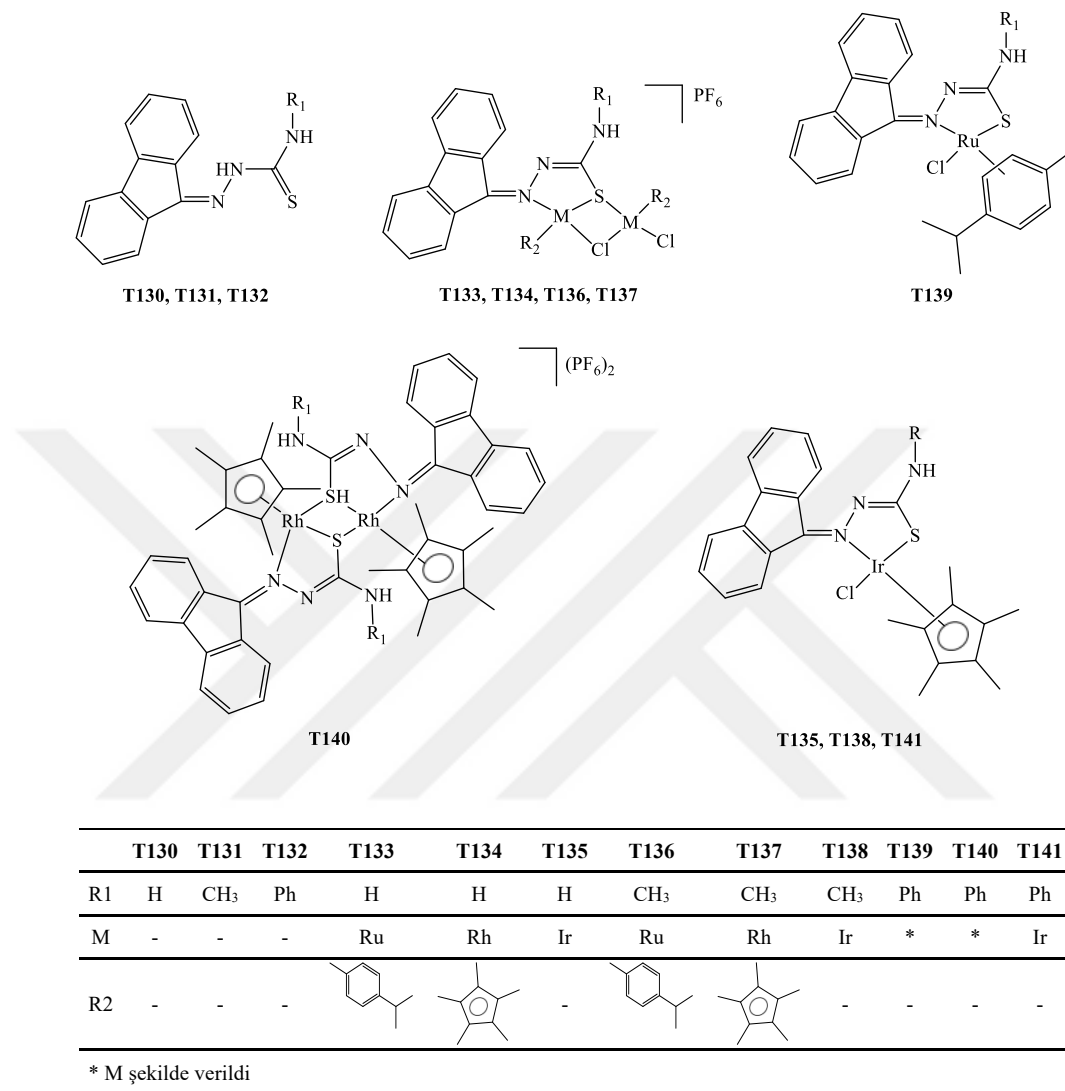
mikroorganizmalara karşı zon oluşturmadiğı ve konsantrasyon artışı ile aktivitenin arttığı görülmektedir. En yüksek konsantrasyon olan 100 µg/mL konsantrasyonda kompleks T126-129 sırasıyla 17.46-17.82 mm, 18.19-18.98 mm, 19.12-19.39 mm, 16.61-18.41 mm zon oluşturmıştır. T128 standart ilaç gentamisine (20.32-20.39 mm) yakın en güçlü antibakteriyel aktiviteyi sergileyen bileşik olmuştur. Dört mantar suşuna karşı yapılan antifungal değerlendirmede kompleksler 100 µg/mL konsantrasyonda 16.17-19.43 mm inhibisyon zonları ile tüm suşlara karşı zon oluşturmıştır (Standart Ketokonazol: 19.48-24.12 mm). Buna ek olarak, komplekslerin bakterilere karşı 22.73-40.89 µM (Standart Gentamisin: 6.27-10.00 µM), funguslara karşı 20.97-40.05 µM (Standart Ketokonazol: 7.30-10.03 µM) MİK değerleri ölçülmüştür. Agar kuyu difüzyon sonuçlarına benzer olarak T128'in en güçlü aktiviteyi sergilediğı görülmüştür (Kalaierasi ve ark., 2021).



Şekil 2.19. Kalaierasi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Kalaierasi ve ark., 2021)

Bir başka çalışmada halid-köprülü metal öncülerini üç tiyosemikarbazon ligandıyla (T130-132) reaksiyona sokarak bir dizi rutenyum, rodyum ve iridyum komplekslerinin sentezi verilmiştir (Şekil 2.20). Tüm bileşikler 5 mg/mL konsantrasyonda iki gram negatif (*E. coli*, *P. aeruginosa*) ve iki gram pozitif (*S. aureus*, *B. thuringiensis*) bakteri suşlarına karşı agar kuyu difüzyon yöntemi ile incelenmiştir. Sonuçlar tüm TSC ligandlarının (T130-132) ve metal komplekslerinin (T133-141) gram negatif bakteri suşlarına karşı inaktif olduğunu göstermektedir. *S. aureus* ve *B. thuringiensis* bakteri suşlarına karşı standart ilaç gentamisin sırasıyla 22 ve 23 mm zon oluşturmıştır. Aktivite gösteren bileşiklerin zon ölçümleri aynı sırayla şu şekildedir: T134 19 ve 17 mm; T135 22 ve 21

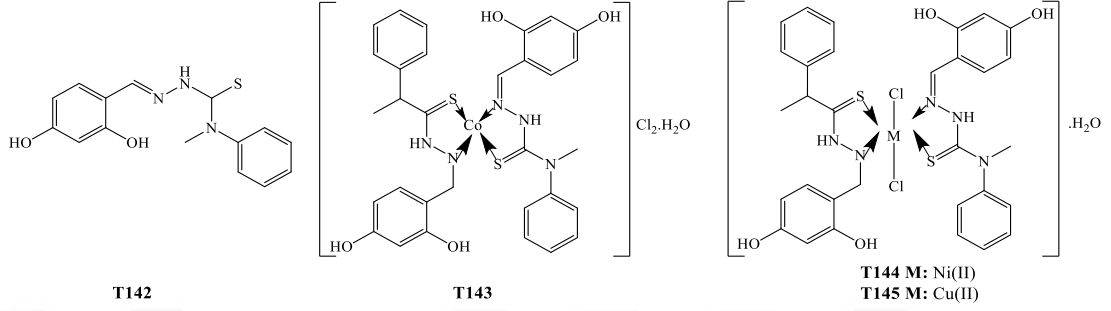
mm; T137 21 ve 20 mm; T138 22 ve 21 mm; T139 23 ve 21 mm. Bileşiklerin çoğunun standart ilaca yakın aktivite sergilediği görülmektedir (Nongpiur ve ark., 2022).



Şekil 2.20. Nongpiur ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Nongpiur ve ark., 2022).

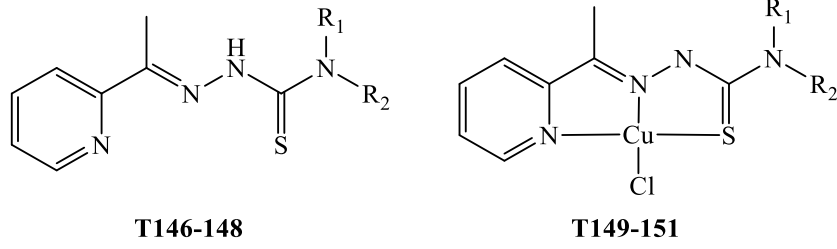
Nibila ve ark. (2021), bir TSC ligandı (T142) ve bunun Co(II) (T143), Ni(II)(T144) ve Cu(II) (T145) komplekslerini üretmişlerdir (Şekil 2.21). Bileşiklerin antibakteriyel ve antifungal aktiviteleri *S. aureus*, *B. subtilis*, *P. aeruginosa*, *E. coli* ve *C. albicans*, *A. niger* mikroorganizma suşlarına karşı agar kuyu difüzyon metodu ile 400 ve 800 µg/mL konsantrasyonlarda ölçülmüştür. 800 µg/mL konsantrasyondaki sonuçlara göre *P. aeruginosa* 'ya karşı metal kompleksleri aktivite göstermezken T142 ligandı 16 mm zon oluşturmuştur. *E. coli*'ye karşı sadece T144 kompleksi 12 mm zon oluşturmuştur. *S.*

aureus'a karşı T144 ve T145 kompleksleri sırasıyla 12 ve 11 mm zon oluştururken *B. subtilis* 'e karşı T142-145 bileşikleri sırasıyla 20, 11, 20, 25 mm zon oluşturmuştur (Nibila ve ark., 2021).



Şekil 2.21. Nibila ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Nibila ve ark., 2021)

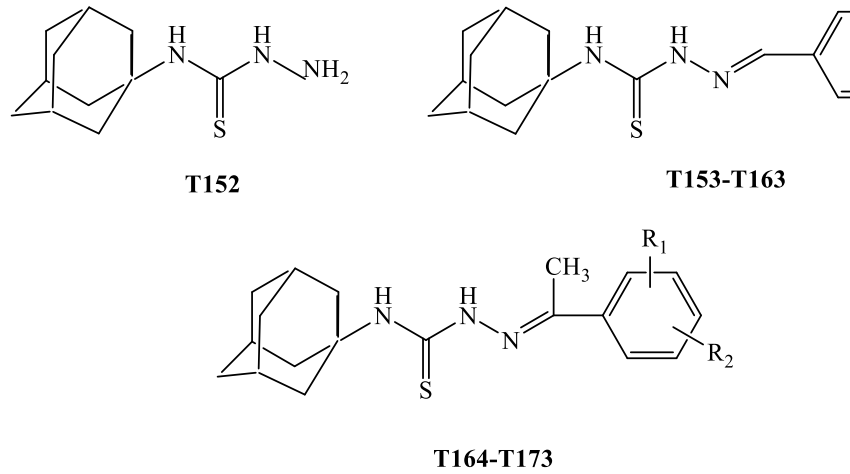
2020 yılında yapılan bir çalışmada Qi ve ark. (2020) bir dizi tiyosemikarbazon türevi ve bunların Cu(II) komplekslerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.22). Bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri mikrodilüsyon ve disk difüzyon yöntemleri ile araştırılmıştır. *S. aureus*'a karşı tüm ligandlar inaktifken, *E. coli*'ye karşı T147 ve T148 sırasıyla 12.22, 13.74 mm inhibisyon zonu oluşturmuştur. Kompleksler her iki bakteri suşuna karşı da aktivite sergilemiştir (14-25.78 mm). Bileşiklerin MİK değerleri arasındaki sıralama zon ölçüm sonuçlarına benzer olarak gözlemlenmiştir. MİK sonuçları T146-148 ligandları için 128, 256 ve >256 μ M, kompleksler için 16-128 μ M aralığında görülmektedir. En güçlü aktivite gösteren ligand T148 ve en güçlü kompleks T148-Cu(II) kompleksi T151 olarak belirlenmiştir (Qi ve ark., 2020).



	R ₁	R ₂
T146, T149	H	H
T147, T150	H	Me
T148, T151	Me	Me

Şekil 2.22. Qi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Qi ve ark., 2020)

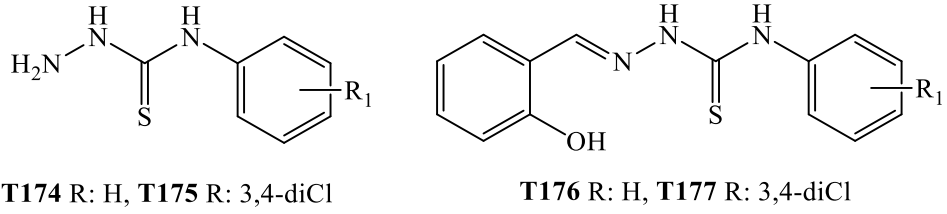
Pham ve ark. (2020), 4-(1-adamantil)-3-tiyosemikarbazid ile asetofenon veya benzaldehidin reaksiyonu sonucu adamantan iskeletleri içeren tiyosemikarbazon türevleri sentezlemişlerdir ve bileşiklerin antimikrobiyal aktivitelerini mikrodilüsyon yöntemi ile incelemişlerdir (Şekil 23). Bileşiklerin hiçbirisi *E. coli* ve *S. enterica*'ya karşı antibakteriyel aktivite sergilememiştir. Gram negatif bakterilerden sadece *P. aeruginosa*'ya karşı T156 ve T160 100 µM MİK değeri ölçülmüştür. Gram pozitif bakterilerde (*E. faecalis*, *S. aureus*, *B. Subtilis*) T156 hariç tüm bileşikler 25-100 µM aralığında MİK değeri ile standart ilaç streptomisinden (175-350 µM) daha yüksek aktivite sergilemiştir. Bileşiklerin tümü *C. albicans* mantar suşuna karşı 6.25-25 µM standart sikloheksimide (114 µM) kıyasla oldukça güçlü aktivite sergilemiştir (Pham ve ark., 2020).



	T153	T154	T155	T156	T157	T158	T159	T160	T161	T162	T163
R1	H	H	H	H	H	H	H	2-OH	3-NO ₂	3-NO ₂	2-CH ₃
R2	H	3-NO ₂	4-OCH ₃	2-OH	4-NO ₂	4-OC ₂ H ₅	4-Cl	5-CH ₃	4-OC ₂ H ₅	4-Cl	5-CH ₃
	T164	T165	T166	T167	T168	T169	T170	T171	T172	T173	
R1	H	H	H	H	H	3-NO ₂	H	H	3-NO ₂	3-NO ₂	
R2	H	3-NO ₂	4-Br	4-OH	4-NO ₂	4-Br	4-Cl	4-CH ₃	4-OCH ₃	4-Cl	

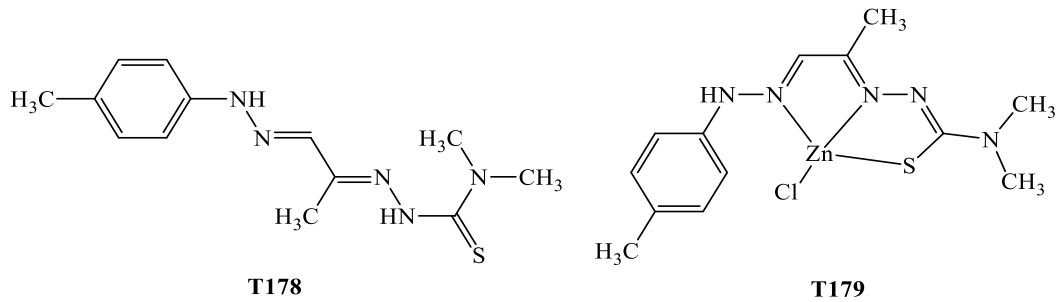
Şekil 2.23. Pham ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Pham ve ark., 2020)

Ameryckx ve ark. (2020), peptidoglikan biyosentezinde yer alan D-Alanil-D-alanin ligaz (Ddl) enzimini inhibe ederek antimikrobiyal aktivite sergilemesini düşündükleri 1,2,4-tiyotriazol-3-tiyonlar, 1,3,4-tiyadiazoller, feniltiyosemikarbazonlar, diasiltiyosemikarbazitler, ve tiyoüre türevlerini sentezlemişlerdir (Şekil 2.24). Mikrodilüsyon ile antibakteriyel aktiviteleri *E. faecalis* ve *S. aureus* bakteri suşlarına karşı incelenmiş olan tüm bileşikler içerisinde iki bakteri suşuna karşı da 4.20 µg/mL MİK değeri ile 3,4-diCl substitüentli tiyosemikarbazon bileşiği (T77) en güçlü aktiviteyi sergilemiştir (Standart D-sikloserin: 32, 128 µg/mL). Potansiyel gösteren on bileşik, içlerinde vankomisin dirençli *Enterococcus* (VRE) da olan üç farklı *E. faecalis* ve içlerinde metisilin dirençli (MRSA) ve vankomisin dirençli (VRSA) suşlarında olduğu beş farklı *S. aureus* bakteri suşuna karşı tekrar değerlendirilmiştir. T177 tiyosemikarbazon bileşiği VRE suşlarına karşı 1.06-2.10 µg/mL, MRSA ve VRSA suşlarına karşı ise 4,25-8,50 µg/mL MİK değerlerine sahip en güçlü bileşik olarak dikkat çekmiştir (Ameryckx ve ark., 2020).



Şekil 2.24. Ameryckx ve arkadaşlarının sentezledikleri feniltiyosemikarbazonlar (Ameryckx ve ark., 2020)

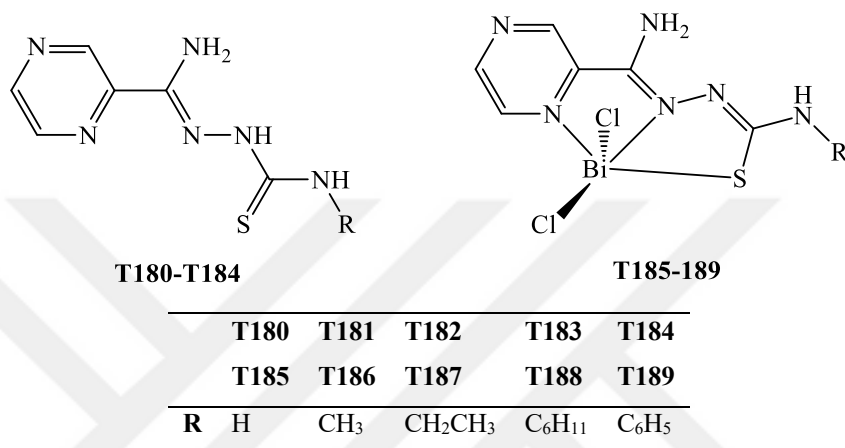
1-(p-Tolilhidrazono)-propan-2-on ve N,N-dimetiltiosemikarbazid reaksiyonu ile T178 tiyosemikarbazon ligandı ve bu ligandın Zn(II) (T179) ve Cd(II) kompleksleri Aljahdali ve El-Sherif (2020) tarafından sentezlenmiştir (Şekil 2.25). Bileşikler iki gram pozitif (*S. aureus* ve *B. subtilis*), iki gram negatif (*E. coli* ve *Neisseria gonorrhoeae*) ve iki fungus suşuna (*A. flavus* ve *C. albicans*) karşı disk difüzyon metodu ile değerlendirilmiştir. Bileşikler *A. flavus* mantar suşuna karşı zon oluşturmazken *C. albicans*'a karşı T178, Zn(II) kompleksi ve Cd(II) kompleksi sırasıyla 15, 18, 22 mm (Standart Amfoterisin B: 21 mm); *S. aureus*'a karşı 16, 18, 20 mm; *B. subtilis*'e karşı 10, 14, 18 mm; *N. gonorrhoeae* ye karşı 9, 13, 17, mm; *E. coli*'ye karşı 13, 15, 19 mm inhibisyon zonu oluşturmuşlardır (Standart Ampisilin: 21-28 mm bakterilere karşı). Sonuçlar her iki kompleks bileşiğin TSC ligandından daha yüksek aktivite gösterdiğini bununla birlikte en güçlü aktivitenin tüm mikroorganizmalara karşı Cd(II) kompleksi tarafından sergilendiği görülmektedir (Aljahdali ve El-Sherif, 2020).



Şekil 2.25. Aljahdali ve El-Sherif'in sentezledikleri bileşikler (Aljahdali ve El-Sherif, 2020)

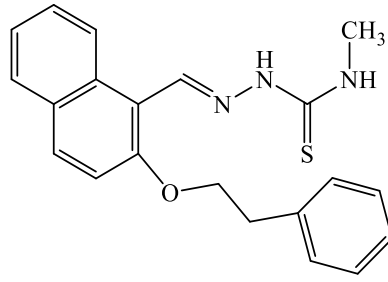
Almeida ve ark. (2020), beş tiyosemikarbazon (T180-184) ve bunların Bi(III) komplekslerini (T185-189) sentezlemişlerdir (Şekil 2.26). Elde edilen bileşiklerin

antitüberküloz aktivitesi *M. tuberculosis H37Rv* suşlarına karşı incelenmiştir. Mikrodilüsyon sonuçları serbest T180-184 TSC ligandlarının antitüberküloz aktiviteye sahip olmadığını göstermektedir. Komplekslerden ise sadece T188 ve T189'un sırasıyla 181.4 $\mu\text{mol/L}$ ve 438.4 $\mu\text{mol/L}$ MİK değerleri ile zayıf aktivite sergilediği görülmektedir (Standart Isoniazid: 2.27 $\mu\text{mol/L}$) (Almeida ve ark., 2020).

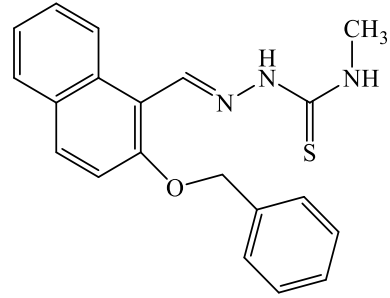


Şekil 2.26. Almeida ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Almeida ve ark., 2020)

2019 yılında yapılan bir çalışmada 4-methyl-3-thiosemicarbazide ve naftaldehit/benzaldehit/salisilaldehit kondenzasyonu ile T190-193 TSC ligandları ve bunların Co (II), Ni (II), Cu (II) ve Zn (II) kompleksleri (T194-209) ile birlikte toplam yirmi bileşik sentezlenmiştir (Şekil 2.27). Bileşikler bir takım bakteri ve fungus suşları ile antifungal ve antibakteriyel olarak test edilmiştir (Gram pozitif bakteri suşları *S. aureus*, *Streptococcus gordonii*; gram negatif bakteri suşları *E. coli*, *P. aeruginosa*; fungus suşları *C. albicans* ve *A. niger*). TSC ligandları gram pozitif bakterilere karşı 0.0170-0.0506 $\mu\text{M/mL}$, gram negatif bakterilere karşı 0.0340-0.0506 $\mu\text{M/mL}$, funguslara karşı 0.0170-0.0506 $\mu\text{M/mL}$ MİK değeri vermiştir (Bakterilere karşı standart siprofloksasin: 0.0047 $\mu\text{M/mL}$; Funguslara karşı standart flukonazol: 0.0051-0.0102 $\mu\text{M/mL}$). T207-209 kompleksleri sırasıyla 0.0134, 0.107 ve 0.0107 $\mu\text{M/mL}$ MİK değeri ile *A. niger*'e karşı standart ilaca yakın aktivite göstermiştir. T209 *C. albicans*'a karşı aktivitesi haricinde tüm metal kompleksleri TSC ligandlarından daha güçlü antibakteriyel ve antifungal aktivite sergilemiştir. Yazarlar komplekslerin antifungal güçlerini küçükten büyüğe doğru şu sırayla vermiştir: Ni(II), Co(II), Cu(II), Zn(II) (Devi ve ark., 2019).



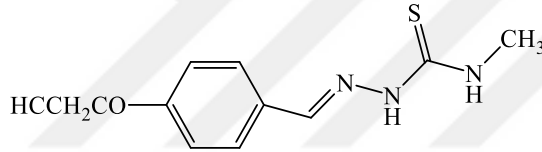
T190



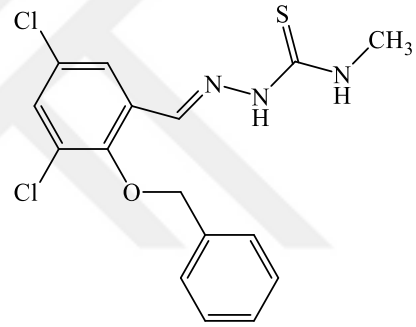
T191

T194: Co(T189).(CH₃COO)₂2H₂O
T195: Ni(T189).(CH₃COO)₂2H₂O
T196: Cu(T189).(CH₃COO)₂2H₂O
T197: Zn(T189).(CH₃COO)₂2H₂O

T198: Co(T190).(CH₃COO)₂2H₂O
T199: Ni(T190).(CH₃COO)₂2H₂O
T200: Cu(T190).(CH₃COO)₂2H₂O
T201: Zn(T190).(CH₃COO)₂2H₂O



T192



T193

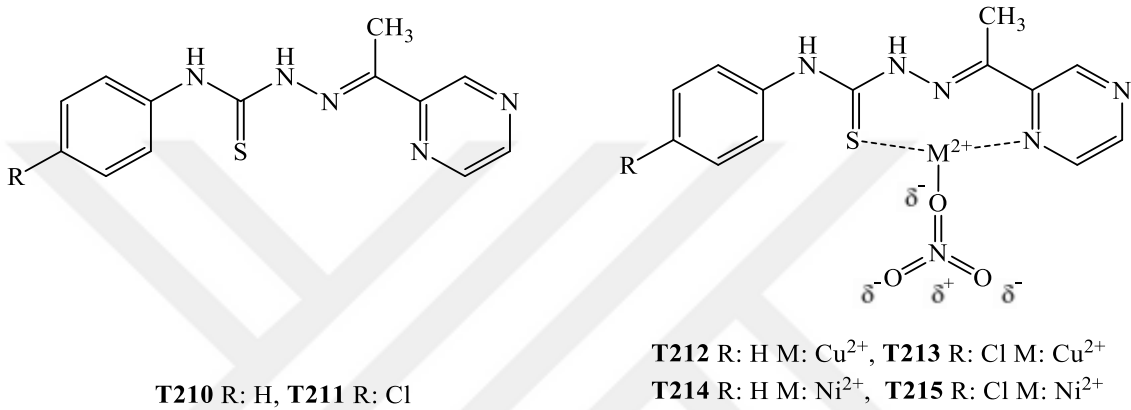
T202: Co(T191).(CH₃COO)₂2H₂O
T203: Ni(T191).(CH₃COO)₂2H₂O
T204: Cu(T191).(CH₃COO)₂2H₂O
T205: Zn(T191).(CH₃COO)₂2H₂O

T206: Co(T192).(CH₃COO)₂2H₂O
T207: Ni(T192).(CH₃COO)₂2H₂O
T208: Cu(T192).(CH₃COO)₂2H₂O
T209: Zn(T192).(CH₃COO)₂2H₂O

Şekil 2.27. Devi ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Devi ve ark., 2019)

Pole-Ceron (2019), 2-asetilpirazin'den tridentate tiyosemikarbazon türevleri (T210-211) ve bunların Cu(II) (T212-213) ve Ni(II) (T214-215) komplekslerini sentezlemiştir (Şekil 2.28). Bileşikler gram pozitif (*S. aureus*, *Listeria monocytogenes* ve *B. cereus*) ve gram negatif (*E. coli*, *S. typhimurium*, ve *K. pneumoniae*) bakteri suşlarına karşı antibakteriyel olarak değerlendirilmiştir. T210-211 ligandlarının gram pozitif bakteri suşlarına karşı aktiviteleri 500-2000 µg/mL aralığında ölçülürken bunların Cu(II) ve Ni(II) kompleksleri sırasıyla 3.9-31.3 µg/mL ve 63-125 µg/mL MİK değeri

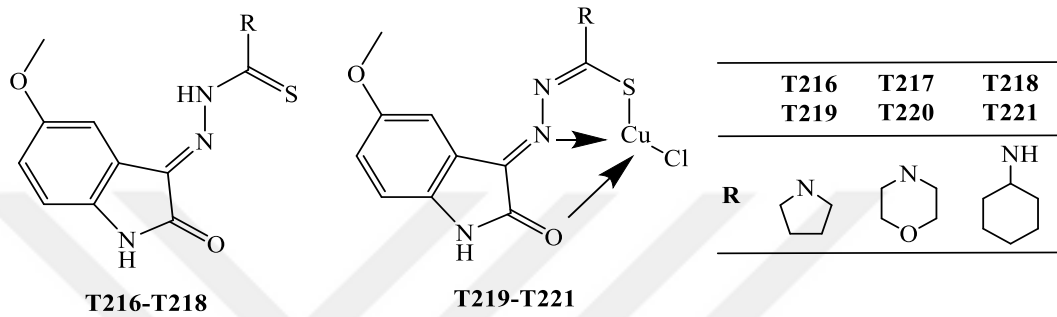
oluşturmuştur. Gram negatif bakterilere karşı T211 ligandının *E. coli* ve *K. pneumoniae* ye karşı inaktif olduğu görülmüştür. Bunun dışında ligandlar 500-2000 µg/mL MİK değerleri ile oldukça düşük aktivite göstermiştir. Zn (II) metal kompleksinin gram negatif bakterilere karşı aktiviteyi 0.5-2 kat etkilemiştir. Bununla birlikte T213 kompleksinin gram negatif bakterilere karşı aktiviteyi en az dört kat arttırdığı görülmektedir (Polo-Cerón, 2019).



Şekil 2.28. Pole-Ceron sentezlediği tiyosemikarbazon metal kompleksleri (Polo-Cerón, 2019)

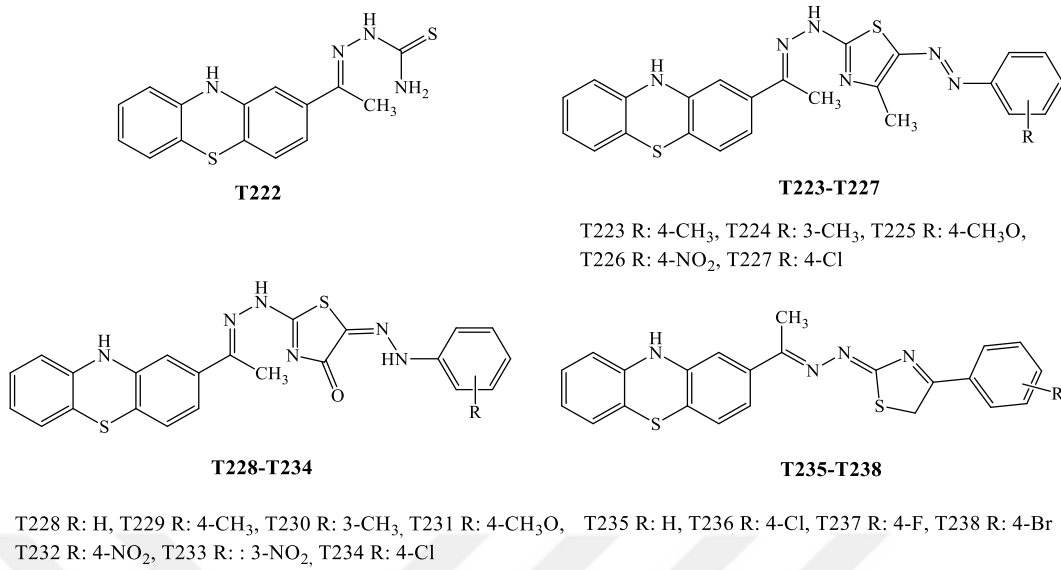
Bir başka çalışmada üç 5-metoksiizatin tiyosemikarbazon ve bunların Cu(II) kompleksleri sentezlenmiştir (Şekil 2.29). Bileşikler bir takım mikroorganizmaya karşı antibakteriyel ve antifungal olarak mikrodilüsyon yöntemi ile değerlendirilmiştir. *S. epidermis*, *E. coli*, *P. vulgaris* bakteri suşlarının tümünde metal kompleksleri ligandlara göre daha yüksek aktivite göstermiştir. *B. subtilis*'e karşı T219 ve T221 komplekslerinin aktiviteyi artırdığı tespit edilirken T220 numaralı kompleksin artırıcı ya da düşürücü etkisi test edilen konsantrasyon aralığında belirlenememiştir. *P. aeruginosa*'ya karşı T219 metal kompleksinin aktiviteyi değiştiren etkisi tespit edilmezken T220 kompleksinin ise liganda göre aktiviteyi düşürdüğü görülmektedir. *S. aureus*'a karşı T219 ve T220 numaralı komplekslerin aktiviteyi düşürürken T221'in ise aktiviteyi 8.56 µg/mL MİK değeri ile önemli ölçüde artırdığı tespit edilmiştir (Standart siprofloksasin: 6.25 µg/mL). Antifungal değerlendirmede *C. albicans* ve *C. lunata*'ya karşı sırasıyla T220 ve T219 komplekslerinin aktiviteyi düşürdüğü görülmüştür. Geriye kalan fungus suşlarına karşı (*A. niger*, *A. flavus*, *Fusarium solani*) metal kompleksleri aktiviteyi ilgili liganda

karşı genel olarak arttırmıştır. En yüksek antifungal aktivite T221 numaralı kompleksin 8.14 µg/mL MİK değeri ile *A. flavus*’a karşı sergilediği görülmüştür (Standart Nistatin: 2.81 µg/mL). En güçlü antibakteriyel aktivite ise aynı bileşiğin 6.50 µg/mL MİK değeri ile *S. epidermis*’e karşı sergilenmiştir (Standart Siprofloksasin: 3.12 µg/mL) (Aneesrahman ve ark., 2019).



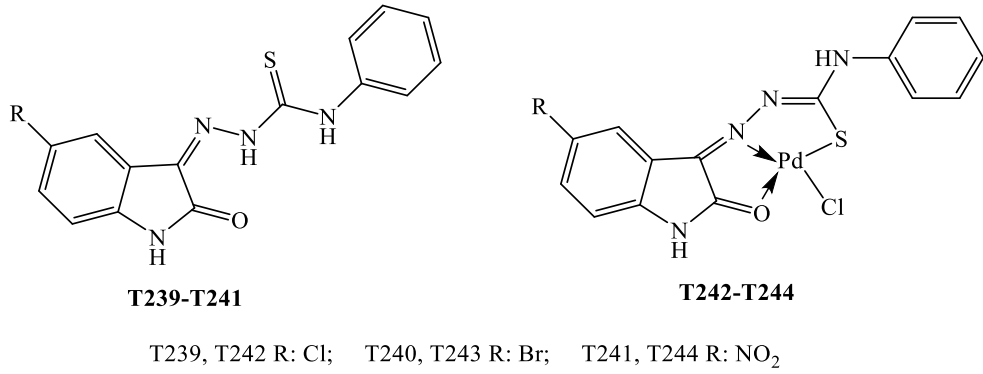
Şekil 2.29. Aneesrahman ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Aneesrahman ve ark., 2019)

Şekil 2.30 T222 tiyosemikarbazon türevi ve bundan sentezlenen tiyazol türevlerini (T223-238) vermektedir. Sentezlenen T222, T224-227 T228, T230, T235-237 isimli bileşiklerin antimikrobiyal aktiviteleri agar kuyu difüzyon yöntemi ile iki gram pozitif bakteri (*S. aureus* ve *B. subtilis*), iki gram negatif bakteri (*Salmonella typhimurium* ve *E. coli*) ve iki fungus suşuna (*A. flavus* ve *C. albicans*) karşı agar kuyu difüzyon yöntemi ile değerlendirildi. *A. flavus* fungus suşuna karşı tüm bileşikler etkisizken, *C. albicans* fungus suşuna karşı sadece T225, T227 ve T230 sırasıyla 9, 14 ve 14 mm inhibisyon zonu oluşturdular (Standart Ketokonazol: 20 mm). *S. aureus*’a karşı sadece T222, T225, T227, T228, T230 sırasıyla 5, 9, 14, 14, 14 mm zon oluşturmuştur (Standart gentamisin: 24 mm). *B. subtilis*’e karşı T226 T236-237 bileşikleri etkisizken diğer bileşiklerin 10-16 mm zon oluşturduğu görülmüştür (Standart gentamisin: 26 mm). *S. typhimurium* için T222 T224, T227-229 bileşikleri sırasıyla 13, 12, 13, 16, 15 mm zon oluşturmuştur (Standart gentamisin: 17 mm). *E. coli*’ye karşı sadece T226’nın inaktif olduğu diğer bileşiklerin 10-15 mm aralığında zon oluşturdıkları görülmüştür (Standart gentamisin: 30 mm). En güçlü antimikrobiyal aktiviteler şu şekilde görülmektedir: T227 ve T230 bileşikleri *A. flavus* için; T227, T228, T230 *S. aureus* için; T222 ve T230 *B. Subtilis* için; T230 *S. typhimurium* ve *E. coli* için (Alsharekh ve ark., 2019).



Şekil 2.30. Alsharekh ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Alsharekh ve ark., 2019)

2019 yılında yapılan bir çalışmada isatin ve N(4)-fenil-3-tiyosemikarbazit kondenzasyonu ile sentezlenen tiyosemikarbazon türevleri (T239-241) ve bunların palladium(II) komplekslerinin (Şekil 2.31) antimikrobiyal aktiviteleri araştırılmıştır. *B. subtilis*, *S. aureus*, *E. coli* ve *K. pneumoniae* bakteri suşlarına karşı yapılan mikrodilüsyon değerlendirmesi TSC ligandlarından sadece T241'in *B. subtilis*'e karşı 50 µg/mL ve T239'un *K. pneumoniae* ye karşı 25 µg/mL MİK değeri verdiğini göstermektedir. T242 kompleksi diğer mikroorganizmalara karşı etkisiz kalırken *K. pneumoniae*'ye karşı antibakteriyel aktiviteyi (6.17 µg/mL) ilgili TSC ligandına göre yaklaşık dört kat artırmıştır. Kompleks T243 tüm bakterilere karşı 5.67-50 µg/mL aktivite sergileyerek T240 ligandının aktivitesini önemli ölçüde artırmıştır. T244 ise *S. aureus* ve *K. pneumoniae* için 25 µg/mL MİK değeri oluştururken diğer bakterilere karşı aktivite göstermemiştir. Sonuçlar Palladium(II) komplekslerinin antibakteriyel aktiviteyi düşürücü yönde etkisini göstermezken bazı bakterilere karşı aktiviteyi önemli ölçüde artırdığını göstermektedir: T243'ün aktivitesinin *B. subtilis*'e karşı ilgili liganda göre 17 kattan daha güçlü olduğu görülmektedir (Munikumari ve ark., 2019).



Şekil 2.31. Munikumari ve arkadaşlarının sentezledikleri bileşikler (Munikumari et al., 2019)

2.2. Antimikrobiyal Tekstiller

Tekstil malzemeleri mikroorganizmaların üremesi için uygun ortam sunmaktadırlar (Scacchetti ve ark., 2017). Bu nedenle hastanelerde sağlık çalışanlarının üniformaları, hasta yatak örtüleri ve bekleme salonlarında bulunan mobilyaların döşemelik kumaşları nozokomiyal enfeksiyonların yayılmasında önemli taşıyıcılar olabilmektedirler. Antimikrobiyal tekstiller, toplu taşımalar, oteller ve hastaneler gibi insan sirkülasyonunun fazla olduğu yerlerde mikrobiyal bulaşı azaltmakta rol oynayabilirler.

Tekstil malzemelerine plazma uygulaması, mikroenkapsülasyon, grafting ve sol-jel teknikleri gibi yöntemler ile fonksiyonel özellikler katılabilmektedir (Korkmaz ve ark., 2024). Bu sayede kumaşa su iticilik, UV koruma ve antibakteriyel özellik gibi yeni özellikler kazandırılabilir (Thinkohkaew ve ark., 2022).

Gümüş, titanyum ve bakır gibi metal partiküller veya metal oksitler (Calais ve ark., 2024; Kangwansupamonkon ve ark., 2009; Ouadil ve ark., 2019); esansiyel yağlar, lignin veya kitosan gibi doğal bileşikler (Pratiwi ve ark., 2022; Solihat ve ark., 2024; Subramani ve Incharensakdi, 2024) ; tiyazoller ve tiyosemikarbazonlar gibi sentetik yapılar (Abdallah Abomelha, 2020; Dong ve ark., 2022) tekstil malzemelerine antibakteriyel özellikler eklenmesi için kullanılabilmektedirler.

Kullanılan işlem ve antimikrobiyal bileşiğe bağlı olarak, antimikrobiyal kumaşlar leaching (sızdırma) ve non-leaching (sızdırmayan) olarak sınıflandırılabilir.

Ayrıca, antimikrobiyal etkinlik mekanizmalarına göre kumaşlar biyosidal veya biyostatik olarak ayrı bir sınıflandırma yapılabilmektedir. Biyosidal özellik taşıyan kumaşlar, mikroorganizmaları öldürürken, biyostatik kumaşlar ise mikroorganizmaların çoğalmasını engellemektedir. Bu kumaşlar için hedef aldıkları mikroorganizmalara göre antibakteriyel, antifungal veya antiviral gibi bir başka sınıflandırma da yapılmaktadır. Cildin doğal bakteriyel florasını korumak ve cilt üzerinde olumsuz bir etki oluşturmaması için giysilerde biyostatik özellik gösteren kumaşlar tercih edilebilmektedir (Gulati ve ark., 2022).

Tekstil malzemesine antibakteriyel özellik kazandırılması ile bulaşın azaltılmasının yanı sıra malzemenin performans özelliklerinin daha uzun süre korunmasına (El-Khatib ve ark., 2020), kötü koku oluşumunun azalmasına (Chang ve Wang, 2023) ve bu sayede daha az yıkama gerektirmesine olanak tanıyabilmektedir.

2.2.1. Antibakteriyel tekstiller

Alves ve ark. (2024), ön yıkamadan sonra pamuk kumaşları UV-A ışığı (96 W, T8 Sylvania lambalar, $\lambda = 365$ nm); asetik asit (AA, Sigma-Aldrich); sitrik asit, oksalik asit ve sukkinik asit ile aktive etmişlerdir. Emdirme işlemi için, 0.5 g LiNbO_3 , 200 mL su içinde 15 dakika boyunca ultrasonik dalga ile dispersiyon haline getirmişlerdir. Daha sonra, pamuk kumaş bu dispersiyonda 75 °C sıcaklıkta 1 saat boyunca muamele edilmiştir. Ardından 1 saat süreyle 70 °C'de kuruması için dikey olarak asılmış ve kuruma sonrası, 95 °C'de 5 dakika süreyle kürleme işlemi yapılmıştır. Kumaş 1 saat boyunca çalkalandıktan sonra kaynar su banyosuna daldırılarak, bağlanmamış partiküller temizlenmiş ve oda sıcaklığında dikey olarak kurutulmuştur. Elde edilen kumaşların antibakteriyel aktiviteleri *S. aureus* ve *E. coli* bakteri suşlarına karşı direkt temas şartlarında 120 rpm'de 37 °C de 2 saat süre ile çalkalanması sonrası başlangıç bakteri konsantrasyonundaki değişime göre analiz edilmiştir. Oksalik asit ile aktive edilen kaplanmış pamuk kumaşı *E. coli* gram negatif ve *S. aureus* gram pozitif bakteri suşlarına karşı %97'nin üzerinde bir bakteri azalma oranı göstermiştir ve bu etkinliğin FZ/T 73023-2006 standardına göre yapılan 10 yıkama döngüsünden sonra bile devam ettiği belirtilmiştir (Alves ve ark., 2024).

Bir diğerk çalışmada karboksimetil selülozun pamuk kumaşa aşılması ve ardından Cu^{2+} iyonlarıyla muamele edilmesi ile numuneler hazırlanmıştır. Çalışmada 12.5 mmol/L bakır iyonu çözeltileri ile modifiye edilen aşılammış kumaşlar 10 dakikalık sürede *E. coli* ve *S. aureus* 'a karşı sırasıyla %94.3 ve %89.3 oranında azaltmış ve iki saatlik sürenin sonunda ise bakterilerin tamamen yok etmiştir (Xiao ve ark., 2024).

2024 yılında yapılan bir çalışmada pamuklu kumaşlarda alkil zinciri ve kuarternery amonyum grupları ile antibakteriyel aktivite için moleküler fırçaların kullanımı üzerine odaklanılmıştır. Aşılammada alkil zincir uzunluğu ve kuarternery amonyum gruplarının düzenlenmesinin antibakteriyel etkinlik üzerinde etkili olduğu görölmüştür. [3-(N,N-Dimetilamino)propil]trimetoksisilan ve setil modifikasyonu ile elde edilen pamuklu kumaşların *E. coli* ve *S. aureus* 'a karşı %99'dan fazla antibakteriyel etki gösterdiği bulunmuştur (Li ve ark., 2024).

Ratnawulan ve ark. (2024), tekstillerin hidrofobik ve antibakteriyel özelliklerini geliştirmek amacıyla kitosan ve pirinç kabuğu külünden silika oksit (SiO_2) ile pamuk kumaşlara nanokompozit kaplama yapmışlardır. Nanokompozit sol-jel yöntemi ile %0,2-1 konsantrasyonlarda üretildikten sonra kumaşlara dip kaplama tekniğı ile uygulanmıştır. Elde edilen kumaşlarda 161 ° temas açısı tespit edilmiş ve *S. aureus* 'a karşı 17 mm inhibisyon zonu oluşturduğu gözlenmiştir (Ratnawulan ve ark., 2024).

Bir diğerk çalışmada CeO_2 ve CeO_2 -Karbon nanokompozitlerinin kumaşlara uygulanmasıyla antibakteriyel özellikler incelenmiştir. Nanokompozitler, kumaşlara immersiyon ve ultrasonikasyon yöntemiyle emprenye edilmiş ve ardından *E. coli* ve *S. aureus* bakteri suşlarına karşı antibakteriyel aktiviteleri incelenmiştir. Sonuçlar CeO_2 kaplanmış kumaşların *E. coli* ve *S. aureus* bakteri suşlarına karşı sırasıyla 23,6 ve 40,53 mm inhibisyon zonu oluşturduğunu göstermektedir. CeO_2 -Karbon kaplanmış kumaşlar ise aynı sıra ile 26,25 ve 45,26 mm zon oluşturmuştur. Bu kumaşların ayrıca farklı konsantrasyonlardaki P-Rosanilin HCl boyası üzerine yüksek ve güçlü fotokatalitik aktivite sergilediğı bulunmuştur (Thanka Rajan ve ark., 2024).

Zhang ve ark. (2024), doğal antibakteriyel ajanlar kullanarak, hem ışıktay hem de karanlık koşullarda çalışabilen, güneş ışığıyla şarj olabilen antibakteriyel tekstillerin hazırlanması üzerine bir makale yayınladılar. Çalışmada benzofenon tetrakarboksilik dianhidrit ve faz

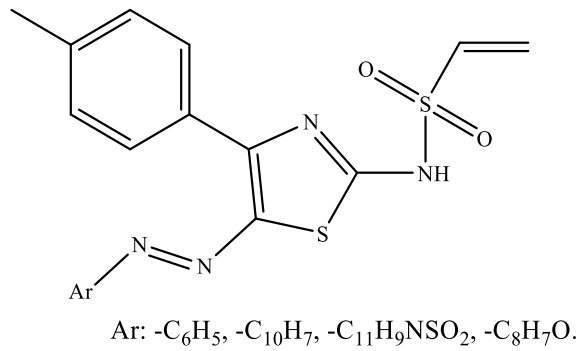
geçişli lizozim ile hazırlanan yün kumaşın hızlı bir şekilde reaktif oksijen türleri üretebilmekte olduğunu ve ışıqla sterilizasyon aktivitesini depolayarak tüm gün boyunca ışıqla altında *E. coli* ve *S. aureus* bakteri suşlarına karşı %99.95'in üzerinde ve karanlıkta %99.80'in üzerinde bakteriyosidal aktivite gösterdiği gözlenmiştir. Yazarlar bu malzemenin 5 ardışık kullanım sonrasında antibakteriyel etkinin %95'in üzerinde kaldığını bildirmişlerdir (Zhang ve ark., 2024).

Emam ve ark. (2024), sürdürülebilir ve çevre dostu bir nanokaplama yöntemi üzerine çalışmışlardır. Nanokaplamalar, pirinç kabuğundan elde edilen ortalama 73,2 nm boyutunda silika nanopartikülleri kullanılarak üretilmiştir. Bu nanopartiküller, ortalama 7,6 nm boyutunda ZnO nanopartikülleri ile donatılmış ve molokhia gövdesi yan ürünlerinden elde edilen molokhia ekstresi ile kaplanmıştır. Ardından nanokompozit bir kitosan çözeltisinde ultrasonikasyon ile homojen bir şekilde dağılmıştır. Bu sayede pamuklu kumaşlara alev geciktirici, güçlendirici, antibakteriyel ve UV koruyucu özellikler kazandırmak amaçlanmıştır. Çalışma sonuçları işlem görmüş kumaşların *S. aureus* bakteri suşuna karşı antibakteriyel aktivite sergilediğini göstermektedir (Emam ve ark., 2024).

2024 yılında yapılan bir diğer çalışmada yazarlar pamuklu kumaşlara antibakteriyel özellik eklemek için dinamik disülfid bağları içeren polietilenimin (PEI) grafting yöntemi ve gümüş nanopartiküllerinin in-situ birikimi kullanılarak kumaşların modifiye edilmesi hedeflenmiştir. Reaktif α -lipoik asit modifiye edilmiş polietilenimin mPEI, tiol-ene klik reaksiyonu ile pamuk yüzeyine eklenmiş ve ardından, mPEI moleküllerindeki amino gruplar ve dinamik olarak oluşan sülfhidril grupları, ek bir indirgen maddeye gerek kalmadan gümüş iyonlarının hızlı bir şekilde indirgenmesini başlatarak, lif yüzeyinde kararlı bir antibakteriyel tabaka oluşturmuştur. Bu modifikasyonun kumaşa hem amin grupları ile hem de nanopartikül salınımı yoluyla antibakteriyel etki kazandırdığı ifade edilmiştir. Elde edilen kumaşlar 2 g/L deterjan konsantrasyonunda 9'ar dakikalık seri yıkamalara tabi tutulmuştur. Modifiye kumaşlar 20 yıkama sonrasında bile yüksek antibakteriyel etkinlik göstererek, %95 (5 dakika) ve %99.99 (30 dakika) oranında bakteriyel büyümeyi engellemiştir (Wu, Fan, ve ark., 2024).

Wu ve ark. (2024), 40 nm boyutunda selenyum nanokürelerini α -lipoik asit ile modifiye edilmiş polilizin kullanarak hazırlamıştır. Ardından bu nanoküreler, pamuk lifleriyle çapraz bağlanmak üzere disülfid bağlarının yeniden yapılanmasını sağlamış ve etilen glikol diglisil eter ile bağlantı kurarak kumaş yüzeyine yerleştirilmiştir. Elde edilen kompozit kumaşın, mükemmel fototermal dönüşüm kapasitesine ve uzun süreli antibakteriyel ve antifungal özelliklere sahip olduğu bildirilmiştir. Bununla birlikte kumaşın tuşe ve hava geçirgenliği gibi özelliklerinde herhangi bir olumsuz etki gözlenmemiştir (Wu, Bao, ve ark., 2024).

Elmaaty ve ark. (2022), süper kritik karbondioksit ortamında yeni azo tiazol reaktif dispers boyaları kullanarak (Şekil 2.32) pamuk kumaşların boyanması ve antibakteriyel özellik kazanmaları için tek adımlı bir teknik sunmaktadır. Farklı boyalarla boyanmış pamuk kumaşlarda açık turuncudan, kahverengi ve kırmızıya kadar değişen renkler elde edilmiştir. Yazarlar sentezlenen tiazol boyalarının ve bu bileşikler ile boyanmış pamuk kumaşların *P. aeruginosa*, *E. coli*, *B. cereus* ve *S. aureus* bakteri suşlarına karşı antibakteriyel aktivite gösterdiğini bildirmişlerdir (Abou Elmaaty ve ark., 2022).



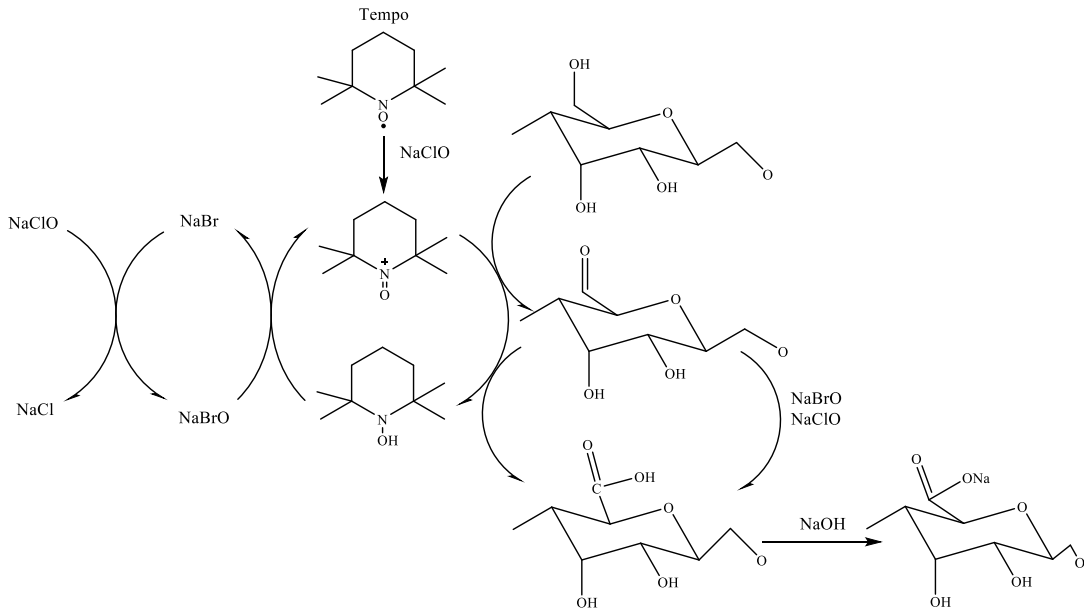
Şekil 2.32. Elmaaty ve arkadaşlarının sentezledikleri azo tiazol reaktif dispers boyaların kimyasal yapısı (Abou Elmaaty ve ark., 2022)

2.3. Selülozun Nabr/TEMPO/NaClO Oksidasyonu

Kararlı bir nitroksil radikali olan TEMPO suda çözünebilmekte ve ticari olarak temin edilebilmektedir. Tempo oksidasyonu, alkolik hidroksil gruplarının aldehitlere, ketonlara ve karboksilat gruplarına seçici ve verimli bir şekilde dönüştürülmesini sağlayan önemli bir modifikasyon işlemidir (Tang ve ark., 2024).

TEMPO ortamı kontrollü oksidasyon ve selektivite sağlaması sebebi ile nişasta ve selüloz gibi polisakaritlerin modifikasyonu için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu oksidasyon sonucunda selülozun C6 pozisyonundaki birincil hidroksil grupları karboksil gruplarına dönüşmektedir (Fitz-Binder ve Bechtold, 2014). Diğer taraftan C2 ve C3 pozisyonlarındaki ikincil hidroksil grupları ve diğer fonksiyonel grupları etkilenmemektedir. TEMPO oksidasyonu yüklü gruplar arasındaki elektrostatik itmeyi düzenleyerek etkili lif ayrılmasına olanak tanımaktadır. Bu oksidasyonun saf mekanik işlem ile oksitlenmiş nanoliflere göre enerji tasarrufu sağladığı ve bu liflerin toksisiteye sahip olmayan biyoyumlu yapılar olduğu bildirilmiştir (Jiang ve ark., 2024).

TEMPO/NaBr/NaClO oksidasyon sistemi pH 10 ve oda sıcaklığında, selüloz I kristal yapısına sahip orijinal selüloz liflerinin orijinal morfolojilerini değiştirmemektedir. NaClO sistemdeki ana oksidandır ve NaBr ile NaBrO oluşturmaktadır. NaBrO TEMPO'yu nitroonyum iyonuna oksitlemekte ve bu iyon $-CH_2OH$ gruplarını $-CHO$ gruplarına oksitlemektedir. Ardından $-CHO$ gruplarından $-COOH$ grupları oluşmaktadır (Şekil 2.33) (Tang ve ark., 2024)



Şekil 2.33. Selülozun Tempo/NaBr/NaClO oksidasyonu mekanizması (Tang ve ark., 2024)

Fukuzimi ve ark. (2009), yaptığı çalışmada TEMPO-oksidlenmiş selüloz nanolif filmleri hazırlanmış olup bu filmlerin şeffaf, esnek ve yüksek gerilme dayanımına sahip olduğu görülmüştür. Ayrıca, filmlerin yüksek kristallik nedeniyle yüksek oksijen bariyer özellikleri ve düşük termal genleşme katsayısına sahip olduğu bulunmuştur. TEMPO ile yapılan oksidasyon sayesinde yapıda karboksilat gruplarının oluşması ile termal bozunma noktası 300 °C'den 200 °C'ye düşmüştür. Yazarlar TEMPO-oksidasyonu ile selüloz mikrofibrillerinin yüzeyindeki C6 birincil hidroksillerinden sodyum karboksilat gruplarının oluşumu, termal bozunma noktasında belirgin bir azalmaya yol açarak selülozda ki bozunmaya başlama sıcaklığının 300 °C'den 200 °C'ye düştüğünü belirtmişlerdir (Fukuzumi ve ark., 2009).

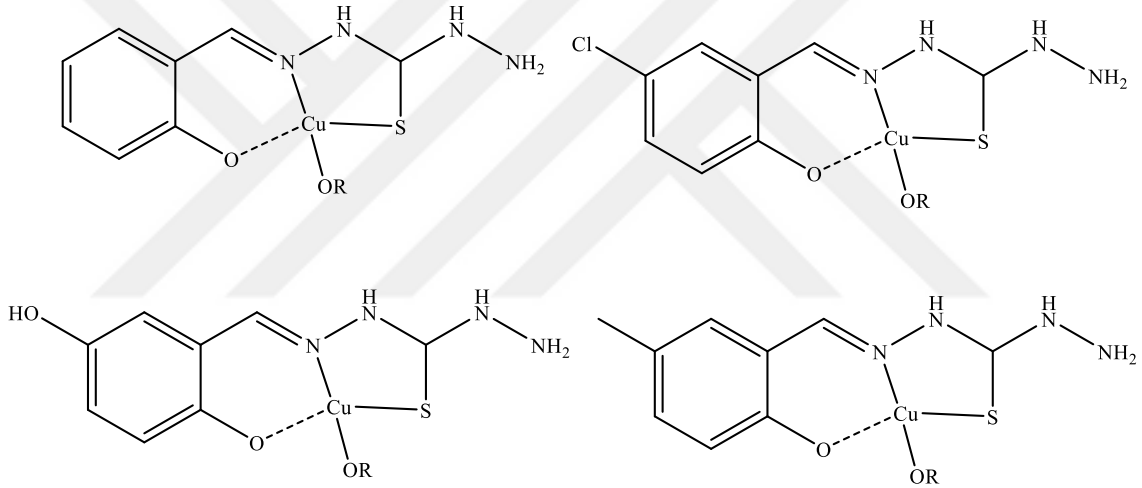
2024 yılında yapılan bir diğer çalışmada bambudan nano lif elde etmek için kimyasal olarak tempo oksidasyonu ve fiziksel olarak top milleme tekniklerinin kombinasyonlarını araştırılmıştır. Sonuçlar oksidasyon ve top milleme kombinasyonunun sadece top millemeye karşı daha yüksek su tutma, şişme ve yağ tutma özelliklerine ve glikoz adsorpsiyon kapasitesine sahip olduğunu göstermiştir. Bu kombinasyon yoğun ve dolaşık ağ yapısı, düzgün partikül boyutu dağılımı ve yüksek zeta potansiyel değeri sağlamıştır (Pratama ve ark., 2024).

Sun ve ark. (2022), TEMPO ile oksitlenmiş saman selülozlu itriyum oksit (Y_2O_3) kompoziti hidrotermal bir yöntemle elde etmiştir. Antibakteriyel aktivite, plaka sayım yöntemiyle incelenmiştir. Antibakteriyel testler Y_2O_3 ve nanokompozitlerinin *E. coli* ve *S. aureus* üzerinde iyi antibakteriyel aktivite sergilediğini göstermektedir. Nano kompozitlerin görünür ışık ışınlamı altında *E. coli* ve *S. aureus*'a karşı önemli ölçüde artırılmış antibakteriyel etkinlik sergilemiştir. Yazarlar kompozitin antibakteriyel etkinliğinin sırasıyla 30 ve 60 mg/L konsantrasyonlarında, 0.5 ve 1 saatlik ışınlam sonrasında iki bakteri için de yaklaşık %100'e ulaştığını belirtmişlerdir (Sun ve ark., 2022).

Fitz-Binder ve Bechtold (2014), yaptıkları çalışmada baskı yöntemi ile liyosel kumaşın bir yüzüne oksidasyon yapmışlardır. Bu çalışmada kumaşa öncelikle NaBr/Tempo çözeltisi emdirilmiş ve kurutulmuştur. Ardından NaClO patı oluşturularak baskı tekniği ile kumaşın tek yüzüne uygulanmıştır. Bu sayede kumaşın bir yüzünde karboksil grupları

oluşturmayı başarmışlardır. Yazarlar FTIR analizinde görülen 1600 cm^{-1} dalga boyunda oluşan piklerin oksidasyon sonucu oluşan $-\text{COOH}$ gruplarının karakteristik piki olarak yorumlamışlardır (Fitz-Binder ve Bechtold, 2014).

Dong ve ark. (2022), biyobozunur ve antibakteriyel elyaflar geliştirmek için selülozun tempo oksidasyonu ile hidroksimetil gruplarını karboksil gruplarına oksitlemişlerdir. Daha sonra yüksek etkinlik gösteren bakır-tiyosemikarbazon komplekslerini (Şekil 2.34) okside edilmiş selüloz liflerine amid bağları ile kovalent olarak aşılamışlardır. Elde edilen lifler *E. coli*, *S. aureus* ve *B. subtilis* bakteri suşlarına karşı bakteri büyümesini sırası ile % 61.5, %85.7, %87.6 inhibe etmiştir (Dong ve ark., 2022).



Şekil 2.34. Dong ve ark. (2022) tarafından sentezlenen TSC-Cu kompleksleri

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Tez çalışması Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Sağlık Bilimleri Fakültesi Besin Kimyası Laboratuvarı ve İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi Mikrobiyoloji Laboratuvarında gerçekleştirildi.

3.1. MATERYAL

3.1.1. Mikroorganizma kültürleri

Staphylococcus aureus ATCC 29213, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Escherichia coli* ATCC 25922, *Klebsiella pneumoniae* ATCC 700603 bakteri suşlarına ve klinik olarak izole edilen *Candida albicans* fungus suşu Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Araştırma Hastanesi Mikrobiyoloji Laboratuvarından temin edildi.

3.1.2. Kimyasallar

115 g/m² boyamaya hazır %100 pamuk süprem ve 110 g/ m² %100 poliester kumaş İstanbul'da bulunan bir işletmeden temin edildi. Tiyosemikarbazid, 3'-aminoasetofenon, 4'-aminoasetofenon, 4-Cl-Ph izosiyanat, 4-OCH₃ izosiyanat, 4-F-Ph izosiyanat, 4-Cl-3-CF₃-Ph izosiyanat, NaOH, p-toluen sulfonik asit (pTsOH), toluen, etanol (EtOH), metanol (MeOH), dimetilsulfoksit (DMSO), N,N'-Dicyclohexylcarbodiimide (DCC), Tempo, NaOH, NaBr, NaClO, Muller Hinton Broth (MHB), Muller Hinton Agar (MHA) hazır olarak satın alındı.

3.1.3. Karakterizasyonda kullanılan cihazlar

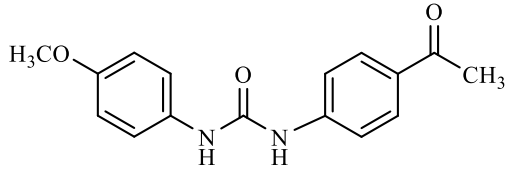
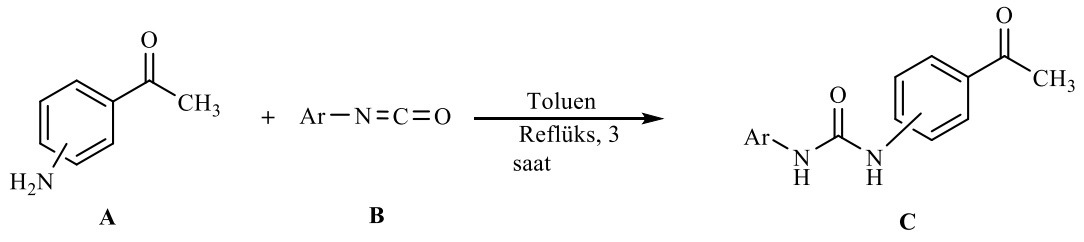
Karakterizasyon için aşağıdaki marka ve model cihazlar kullanıldı.

NMR	JEOL (400 MHz) JNM – ECZ400S/L1
FTIR	Bruker Tensor II
Kütle Spektrumu	Agilent 6530
Erime Noktası Cihazı	Elektrotermal 1A-9100
SEM- EDX	Tescan MIRA3

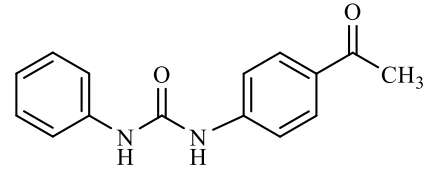
3.2. YÖNTEM

3.2.1. Fenil üre amino asetofenon türevlerinin sentezi

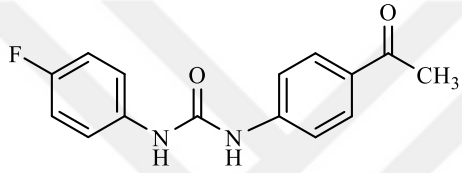
Daha önce literatürde verilen **C1-5** bileşikleri ve yeni türevler **C6, C7** literatüre uygun olarak sentezlendi (Şekil 3.1) (Gezegen ve ark., 2017). Aminoasetofenon (**A**) (10 mmol) bir reaksiyon balonunda toluen ile çözülerek üzerine ilgili izosiyanat (**B**) (10 mmol) ilave edilerek 3 saat reflüks edildi. Çöken kısım nuçe hunisinden filtre kağıdı ile süzülerek kurutuldu. Reaksiyonlara ait bazı fotoğraflar Şekil 3.2-4’de verilmiştir.



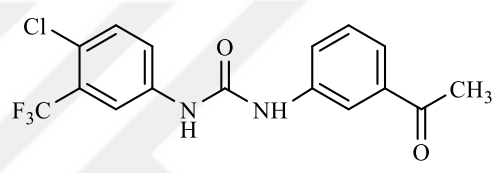
C1: 1-(4-asetilfenil)-3-(4-metoksifenil)üre



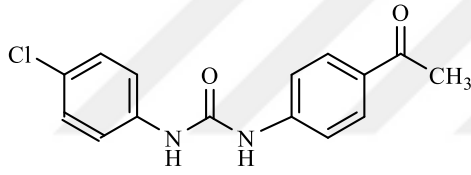
C5: 1-(4-asetilfenil)-3-fenilüre



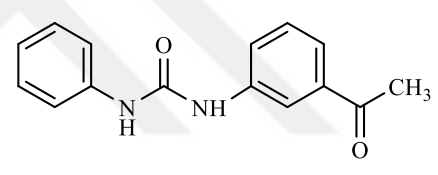
C2: 1-(4-asetilfenil)-3-(4-florofenil)üre



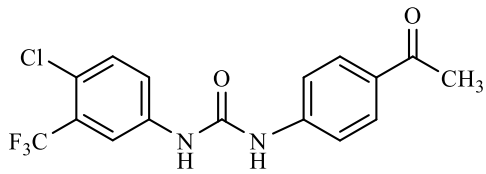
C6: 1-(3-asetilfenil)-3-(4-kloro-3-(triflorometil))



C3: 1-(4-asetilfenil)-3-(4-klorofenil)üre

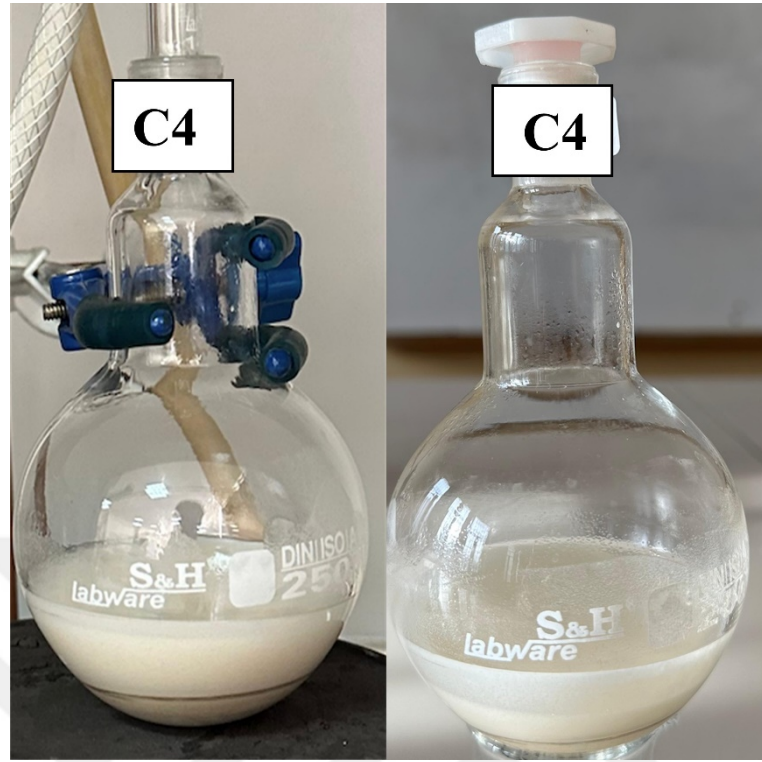


C7: 1-(3-asetilfenil)-3-fenilüre

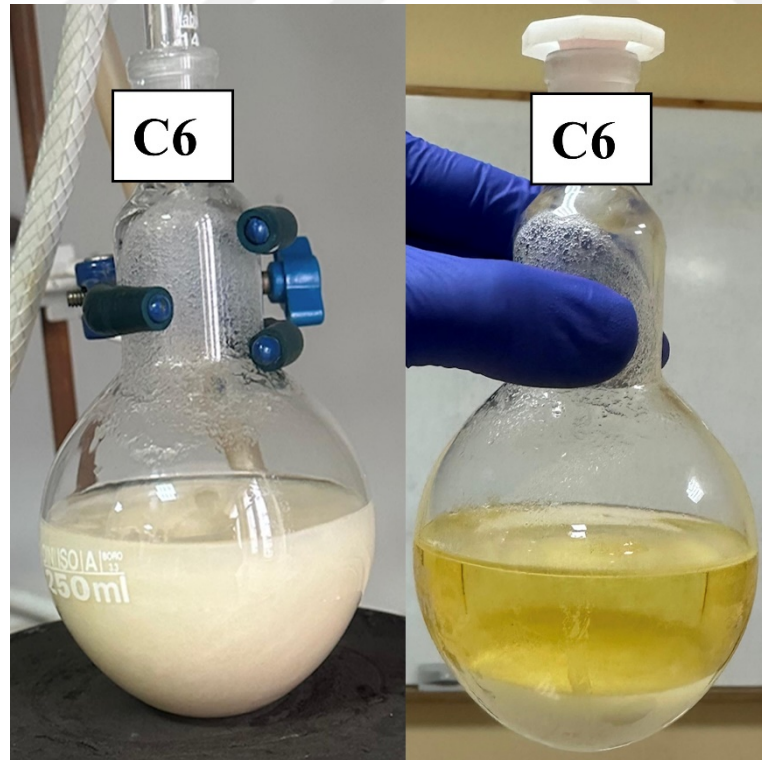


C4: 1-(4-asetilfenil)-3-(4-kloro-3-(triflorometil))

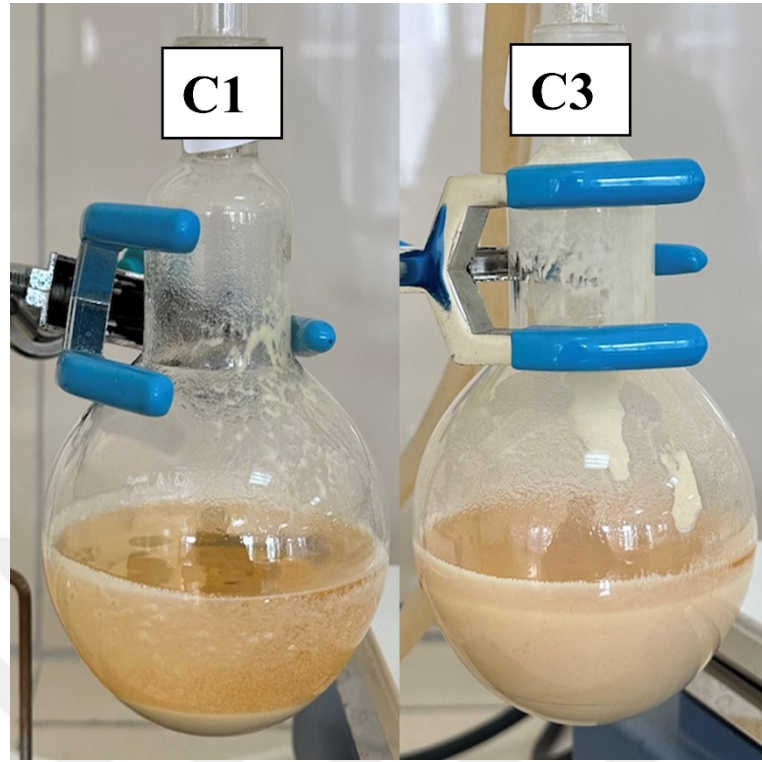
Şekil 3.1. Fenil üre asetofenon türevlerinin sentezi ve kimyasal yapıları



Şekil 3.2. C4 bileşiği a: reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu



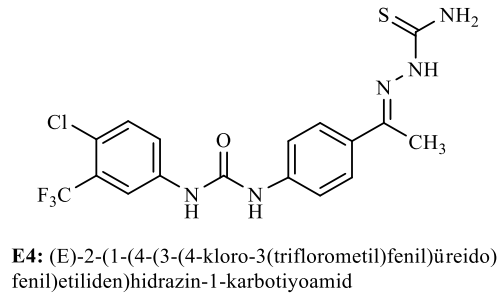
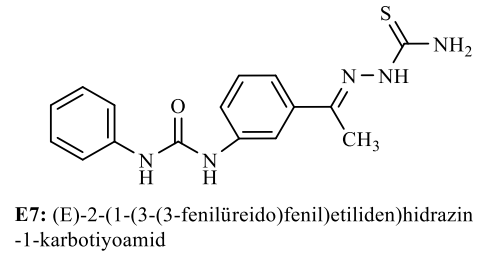
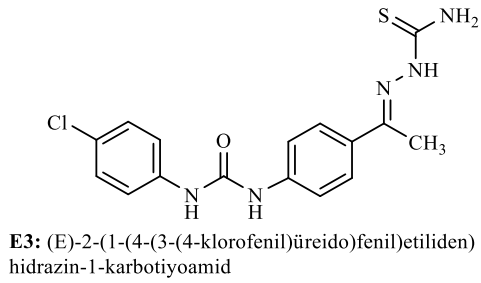
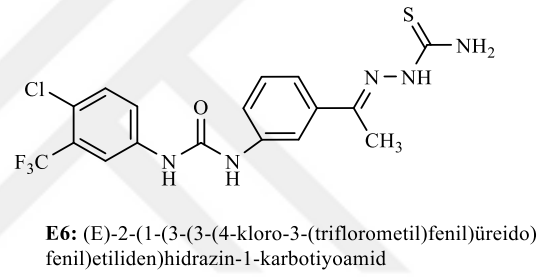
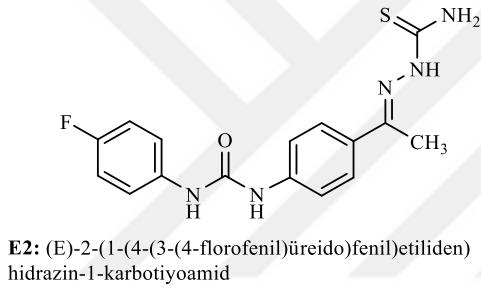
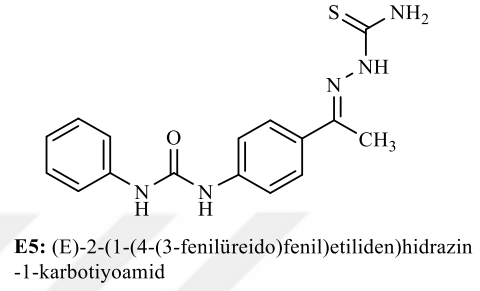
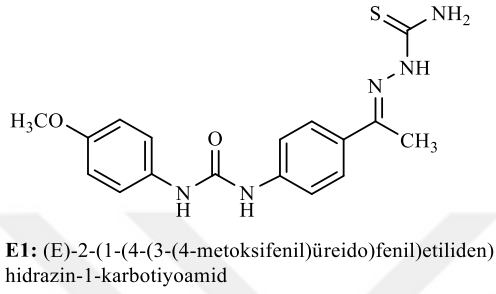
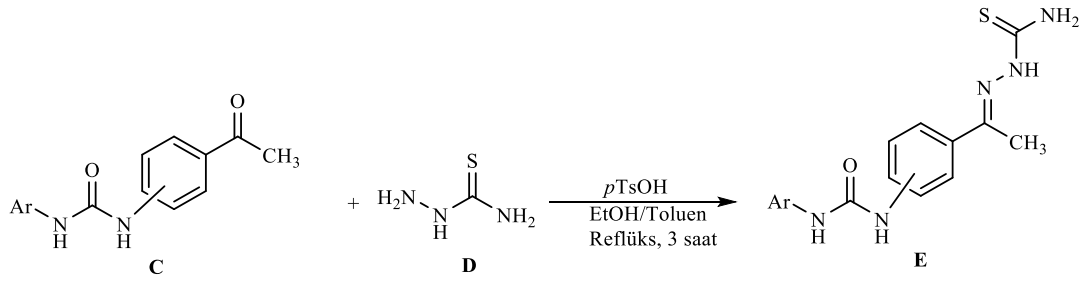
Şekil 3.3. C6 bileşiği a: reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu,



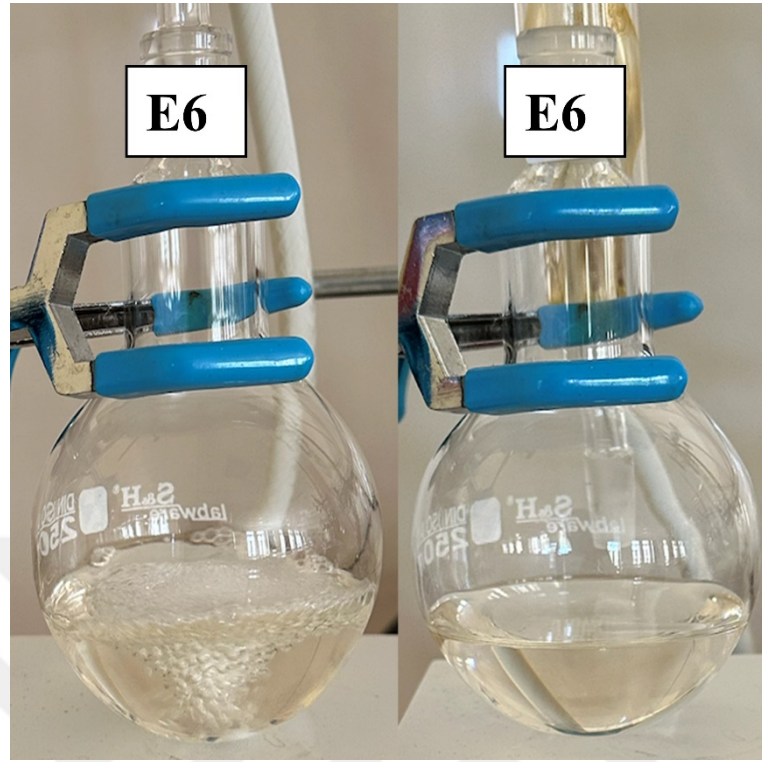
Şekil 3.4. Reaksiyon sonu C1 ve C3 bileşiği

3.2.2. Tiyosemikarbazon türevlerinin sentezi

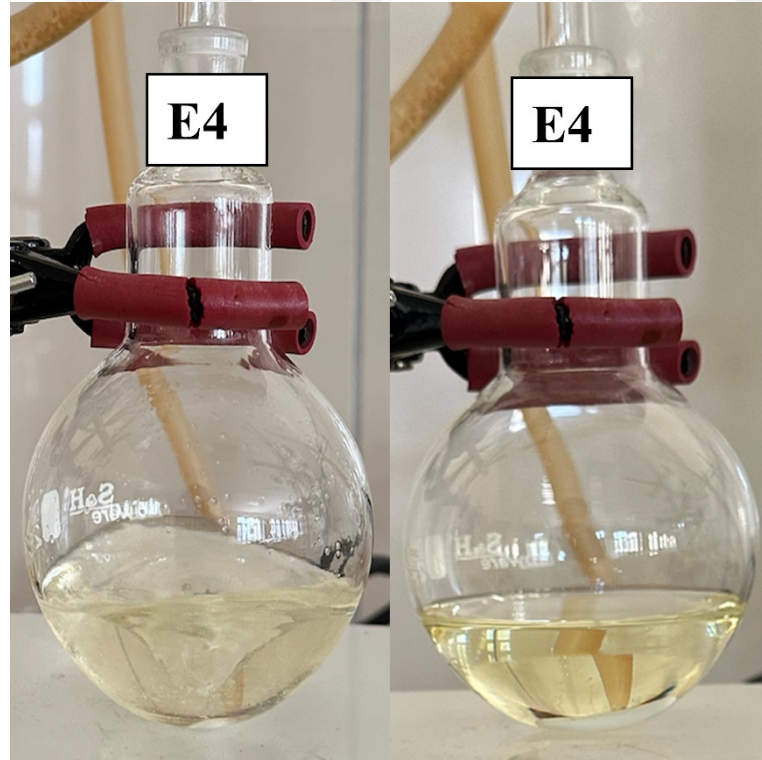
Elde edilen fenilüre substitüe asetofenon türevleri (10 mmol) etanol-toluen (1:1) içerisinde katalitik miktarda pTsOH varlığında tiyosemikarbazit (10 mmol) (**D**) ile 2 saat reflüks edilerek tiyosemikarbazonlar (**E1-7**) literatüre uygun olarak sentezlendi (Şekil 3.5) (Özbek ve ark., 2022). Reaksiyon sonunda çöken maddeler filtre kağıdı ile alındı. Çökme olmayanların çözücülerini evaporatörde alındıktan sonra 1/3 EtOH/Dietil eter karışımında kristallenmeye bırakıldı. Reaksiyonlara ait bazı fotoğraflar Şekil 3.6-8’de verilmiştir.



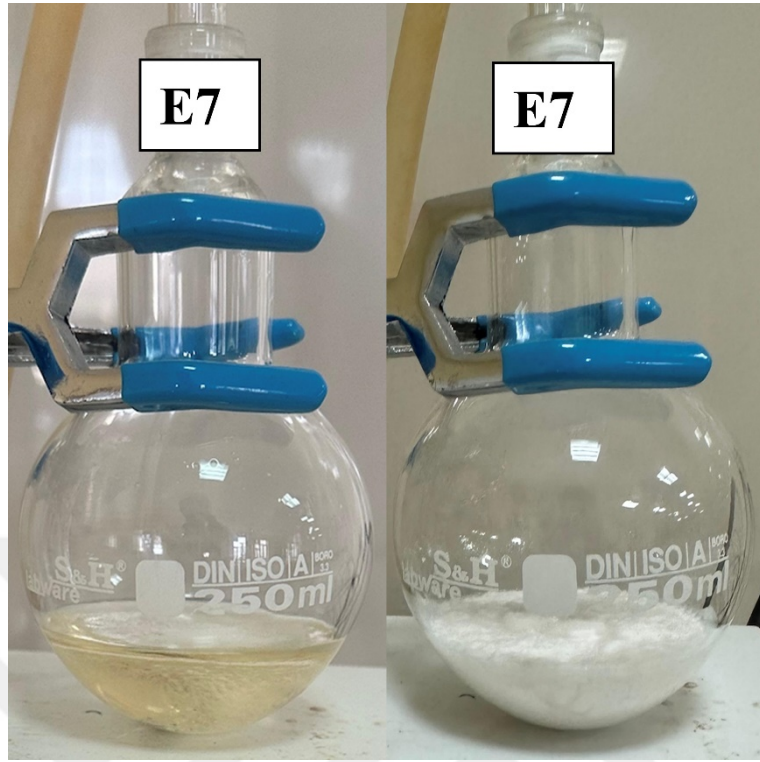
Şekil 3.5. Tiyosemikarbazon türevlerinin sentezi ve kimyasal yapıları



Şekil 3.6. E6 bileşiği a reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu



Şekil 3.7. E4 bileşiği a reaksiyon anı, b: reaksiyon sonu



Şekil 3.8. E7 bileşiği a: reaksiyon başlangıcı, reaksiyon sonu

3.2.3. Sentezlenen bileşiklerin karakterizasyonu

¹H-NMR, ¹³C-NMR, FTIR, Q-TOF, Erime Noktası Tayini

Sentezlenen bileşiklerin spektroskopik yöntemler ile (¹H-NMR, ¹³C-NMR, FT-IR ve HRMS (Q-TOF) LC/MS) yapı analizleri gerçekleştirildi. NMR spektrumlarının alınmasında çözücü olarak DMSO-*d*₆ kullanılmıştır. Her gruptan birer bileşiğin ¹H-NMR ve ¹³C-NMR spektrumları ilgili kısımlarda tartışılmıştır.

3.2.4. Tiyosemikarbazon türevlerinin antimikrobiyal değerlendirilmesi

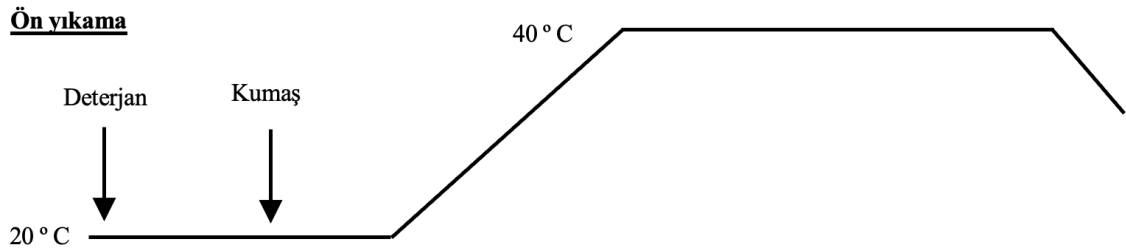
Mikrodilüsyon yöntemi

Tiyosemikarbazon türevleri antimikrobiyal aktivitesi mikrodilüsyon yöntemi ile *S. aureus* ATCC 29213, *E. faecalis* ATCC 29212, *E. coli* ATCC 25922, *K. pneumoniae* ATCC 700603 bakteri suşlarına ve klinik olarak izole edilen *C. albicans* mantar suşuna

karşı literatüre benzer olarak değerlendirildi (Şahin et al., 2021). Bileşikler DMSO da çözülerek 1000-1,95 µg/mL arasında seri dilüsyonları MHB ile seyreltilerek hazırlandı. 37 °C 24 saat süre inkübasyon sonucu MHA katı besiyerinde yetiştirilen mikroorganizmalardan alınan birer koloni taze MHB'ye inoküle edilerek 37 °C de inkübe edildi. Bakteri solüsyonları 0.5 McFarland konsantrasyona ayarlandıktan sonra 100 kat seyreltildi. Elde edilen mikroorganizma solüsyonları ve ilgili dilüsyonlar 96 kuyucuklu mikrolakalara 100/100 µL oranında steril biyokabinde eklendi. Negatif kontrol olarak saf MHB, saf mikroorganizma, ve 1/1 oranında Tiyosemikarbazon/MHB kullanıldı. Pozitif kontrol olarak 4/1 oranında Amoksisilin/Klavulanik asit (P₁) ve Flukanazol (P₂) kullanıldı. Mikrolakalar 37 °C de 18-24 saat inkübe edildi. Mikrobiyal büyümenin olmadığı en düşük konsantrasyon minimum inhibisyon konsantrasyonu (MİK) olarak belirlendi.

3.2.5. Pamuk kumaşlara tiyosemikarbazonların aktarılması

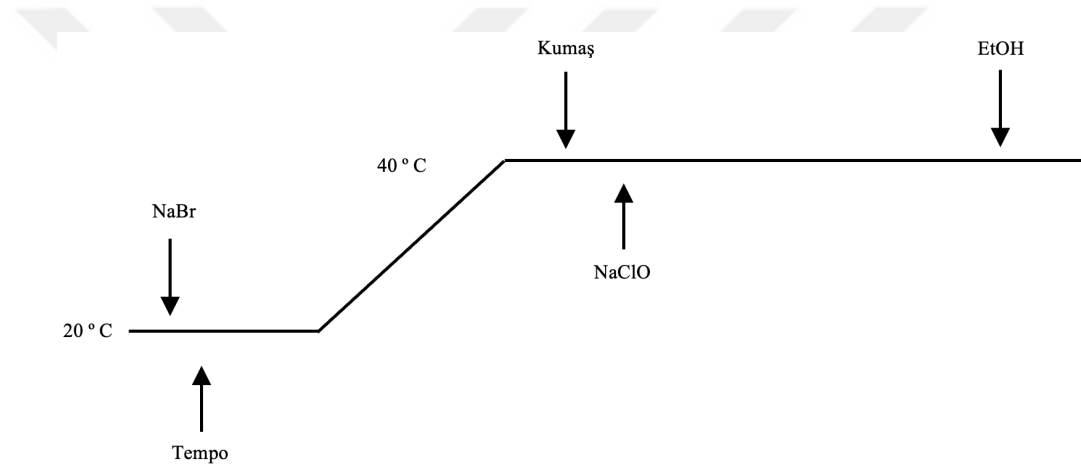
İşletme şartlarında şeker kasar işlemi yapılan %100 pamuk süprem ve ön yıkaması yapılan %100 poliester süprem kumaşlar 4 g/L ECE B deterjan ile 30 dakika süre ile 40 °C'de ön yıkama yapıldı (Şekil 3.9). Yıkama banyolarında bulanıklık kalmayana üç ayrı banyoda deiyonize su ile durulandı ve oda şartlarında kurutuldu. Tekrarlı yıkama dayanımı için yapılan yıkamalar aynı şartlarda ECE B deterjan ile ISO 105 C06-A1S standardına benzer olarak beher içinde manyetik karıştırıcıda karıştırılarak yapılmıştır.



Şekil 3.9. Pamuk ve poliester kumaşların ön yıkama ve tekrarlı yıkama şartları

Pamuk kumaşların NaBr/Tempo/NaClO ortamında oksidasyonu

Oksidasyon işlemi için literatüre benzer şekilde NaBr ve katalitik miktar Tempo 40 °C sıcaklıkta deiyonize suda çözündürüldü. Banyoya 4 mmol NaClO ilave edilerek oksidasyon başlatıldı. 16 g/L NaOH çözeltisi ile pH 10-11 arasında tutuldu. pH düşmemeye başladığında banyoya 40 mL/L EtOH ilave edilerek reaksiyon bitirildi (Şekil 3.10). Ardından yeni banyolarda ilk olarak 40 °C’de 5 mL/L EtOH çözeltisinde 10 dakika daha sonra iki kere 5’er dakika soğukta durulama yapılarak oda sıcaklığında kurutuldu (Dong ve ark., 2022)

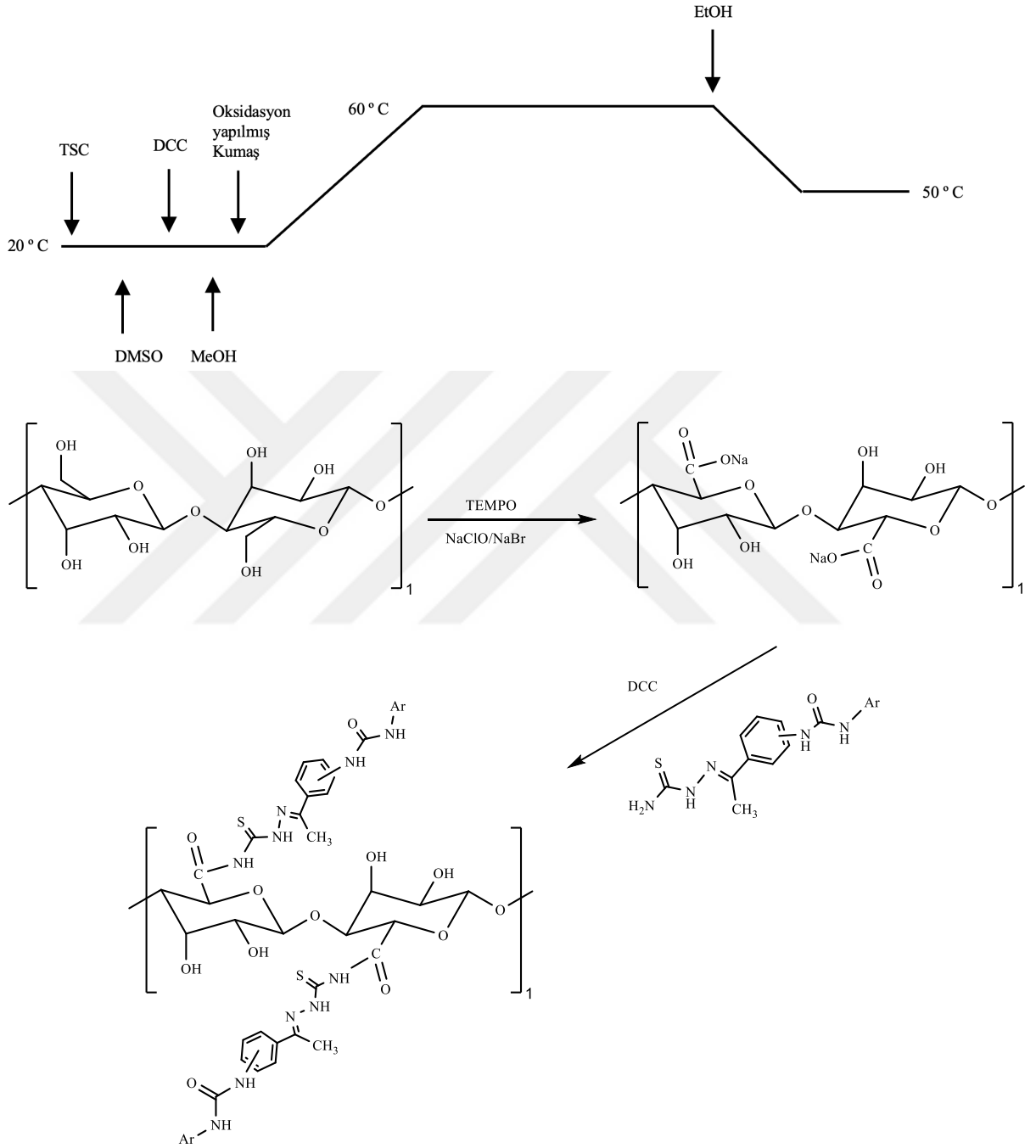


Şekil 3.10. Pamuk kumaşa Tempo oksidasyonu diyagramı

Pamuk Kumaşlara TSC Uygulaması

Oksidasyon yapılan pamuk kumaşlara literatürde selüloz liflerine yapılan işleme benzer şekilde DCC varlığında kumaş ağırlığınca %5-50 konsantrasyon aralığında tiyosemikarbazon uygulamaları yapıldı (Dong ve ark., 2022). Tiyosemikarbazonlar 1/1 oranda DMSO/MeOH çözeltisinde çözüldü ve kütleli olarak 1/0.5, 1/1 ve 1/2 TSC/DCC oranında muamele edildi. Hazırlanan flotteler 1/40 banyo oranı ile oksidasyon yapılan pamuk kumaşlara bir balon içerisinde reflüks sistemde 1.5, 6 ve 24 saat süre ile 60 °C’de uygulandı. Uygulama diyagramı ve tahmin edilen bağlanma mekanizması Şekil 3.11’de verilmiştir. İşlem sonunda kumaşlar %2.5 EtOH çözeltisi ile 10 dakika yıkandı. Sonrasında deiyonize su ile yeni banyolarda tekrarlı yıkamalar yapılarak ortam şartlarında

kurutuldu. Yıkamaların tümü yeni banyolarda yapıldı. Kumaşların bazılarında yıkama dayanımını araştırmak için 4 g/L ECE B deterjan ile 40 °C’de 30’ar dakikalık seri yıkamalar yapıldı. Elde edilen pamuk kumaş numuneleri Tablo 3.1’de özetlenmiştir.



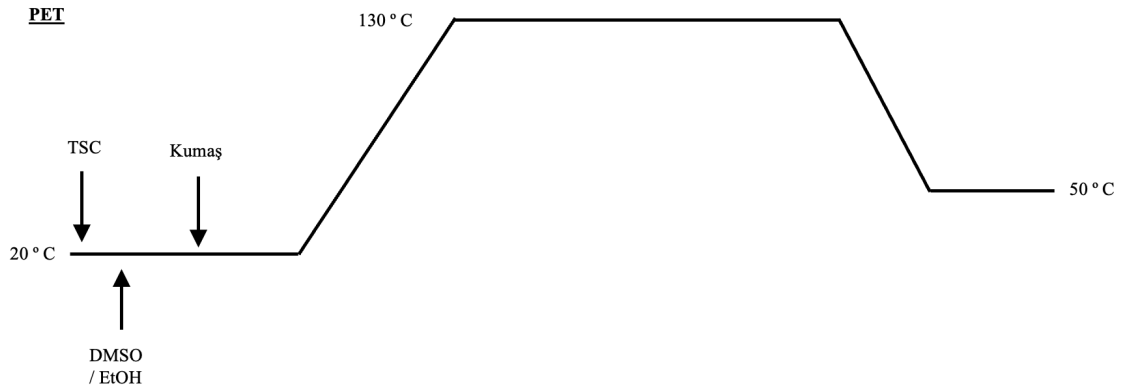
Şekil 3.11. Oksidasyon yapılmış pamuk kumaşlara TSC uygulama diyagramı ve bağlanma mekanizması

Tablo 3.1. TSC uygulanan pamuk kumaşların işlem şartları

Kumaş Kodu	TSC Kodu	TSC Konsantrasyonu (%)	DCC Konsantrasyonu (%)	Süre (Saat)	Ard İşlem
E4-5	E4	5	10	24	Yok
E4-12	E4	12.5	25	24	Yok
E4-50	E4	50	100	24	Yok
E6-5	E6	5	10	24	Yok
E6-12	E6	12.5	25	24	Yok
E6-25	E6	25	50	24	Yok
E6-50	E6	50	100	24	Yok
E7-12	E7	12.5	25	24	Yok
E7-25	E7	25	50	24	Yok
E7-50	E7	50	100	24	Yok
E6-12-D0	E6	12.5	0	24	Yok
E6-12-D1	E6	12.5	12.5	24	Yok
E6-50-25DCC	E6	50	12.5	24	Yok
E612-1.5h	E6	12.5	25	1.5	Yok
E612-6h	E6	12.5	25	6	Yok
E625-1y	E6	25	50	24	1 Deterjanlı yıkama
E625-5y	E6	25	50	24	5 Deterjanlı yıkama
E625-1yf	E6	25	50	24	Fikse + 1 Deterjanlı yıkama
E625-5yf	E6	25	50	24	Fikse + 5 Deterjanlı yıkama

3.2.6. Poliester kumaşlara tiyosemikarbazonların aktarılması

Pamuk kumaşlarla aynı şartlarda ön yıkaması yapılan poliester kumaşlara kumaş ağırlığınca %2-25 konsantrasyonlarda tiyosemikarbazon uygulaması literatürde tiyazol türevlerine uygulanan prosedüre benzer şartlarda 130 °C’de 3 saat süre ile reflüks sistemde yapıldı (Gaffer ve Khalifa, 2015). İşlem süresinin sonunda sıcaklık 50 °C’ye düşürüldü ve yarım saat sonra işlem bitirildi (Şekil 3.12). Yıkama dayanımını araştırmak için bazı kumaşlara 4 g/L ECE B deterjan ile 40 °C’de 30’ar dakikalık seri yıkamalar yapıldı. Elde edilen poliester kumaş numuneleri Tablo 3.1’de özetlenmiştir.



Şekil 3.12. Poliester kumaşlara TSC’lerin aktarılması

Tablo 3.2. TSC uygulanan poliester kumaşların uygulama şartları

Kumaş Kodu	TSC Kodu	TSC Konsantrasyonu (%)	Süre (Saat)	Ard İşlem
PE4-2	E4	2	3	Yok
PE4-5	E4	5	3	Yok
PE4-12	E4	12.5	3	Yok
PE4-12-1yf			3	Fikse + 1 Deterjanlı yıkama
PE6-12	E6	12.5	3	Yok
PE6-12-1yf	E6	12.5	3	Fikse + 1 Deterjanlı yıkama

3.2.7. Kumaşların antibakteriyel değerlendirilmesi

Kumaşların antibakteriyel aktivitesi kalitatif ve kantitatif yöntemler ile gram pozitif *S. aureus* ATCC 29213 ve gram negatif *E. coli* ATCC 25922 bakteri suşlarına karşı değerlendirilmiştir.

Kalitatif antibakteriyel değerlendirme

Kumaşların antimikrobiyal aktivitelerini *S. aureus* ATCC 29213 ve gram negatif *E. coli* ATCC 25922 suşlarına karşı agar difüzyon yöntemiyle literatüre benzer olarak değerlendirildi (Shateri-Khalilabad ve ark., 2017). Test edilecek kumaşlar 10x10 mm²

boyutlarında kesildiler. Kontrol olarak TSC uygulanmayan kumaşlar ve Piperasilin/tazobaktam (TPZ 36) ve Ampisilin (AM 2) antibiyotik diskleri kullanıldı.

MHA'da yetiştirilmiş bir koloni MHB'ye inoküle edilerek 37 °C'de bir gece inkübe edildi. İnkübasyon sonucu elde edilen mikroorganizma solüsyonları 0.5 McFarland konsantrasyona ayarlandıktan sonra steril eküvyon çubukları ile 90 mm çapında MHA katı besiyerlerine yayma plak yöntemi ile inoküle edildi. Numuneler plaklar üzerine yerleştirildi ve 24 saat 37 °C'de inkübe edildi. İnkübasyon süresi sonucu numuneler etrafında zon oluşumu araştırıldı.

Kantitatif antibakteriyel değerlendirme

Numune kumaşlar $0,1 \pm 0,05$ g ağırlığında hazırlandı. Kontrol olarak TSC uygulanmayan kumaşlar ve bakteri süspansiyonu kullanıldı. Örneklerin antibakteriyel aktivitesi dinamik temas koşulları altında *S. aureus* ATCC 29213 ve gram negatif *E. coli* ATCC 25922 suşlarına karşı ASTM E2149 standardına benzer koşullarda araştırıldı (López-R et al., 2022). Başlangıç bakteri konsantrasyonu yaklaşık $1-5 \times 10^5$ cfu/mL olacak şekilde ayarlanarak %5 besiyeri içeren % 0.85'lik 20 mL salin ortamı hazırlandı. Büyüme kontrolü için hazırlanan erlen dışında diğer erlenlere ilgili kumaşlar eklenerek 37 °C, 100 rpm de çalkalayıcı inkübatörde 22-24 saat inkübe edildi. İnkübasyon sonunda örneklerin 10^{-1} – 10^{-6} aralığında dilüsyonları hazırlandı ve MHA plaklar üzerine drigalski spatülü ile inoküle edildi. Ekim yapılan MHA plaklar 37 °C'de 18-24 saat inkübe edildikten sonra oluşan koloniler sayıldı. Numunede oluşan koloni sayısı (B) ve kontrolde oluşan koloni sayısı (A) belirlenerek numune kumaşların bakteriyel düşüş oranı (R) aşağıdaki formüle göre hesaplandı (Formül 1). İnkübasyon sonrası numune konsantrasyonu başlangıç konsantrasyonundan fazla ise A için kontrol konsantrasyonu, B için numune konsantrasyonu Formül 1'de yerine koyulur ve sonuç %bakteriyostatik etki olarak not edilir. Eğer inkübasyon sonrası numune konsantrasyonu başlangıç konsantrasyonundan düşük ise A için başlangıç konsantrasyonu, B için numune konsantrasyonu Formül 1'de yerine koyulur ve sonuç %bakteriyosidal etki olarak not edilir.

$$\%R = \frac{A-B}{A} \times 100 \quad (\text{Formül 1})$$

4. BULGULAR ve TARTIŞMA

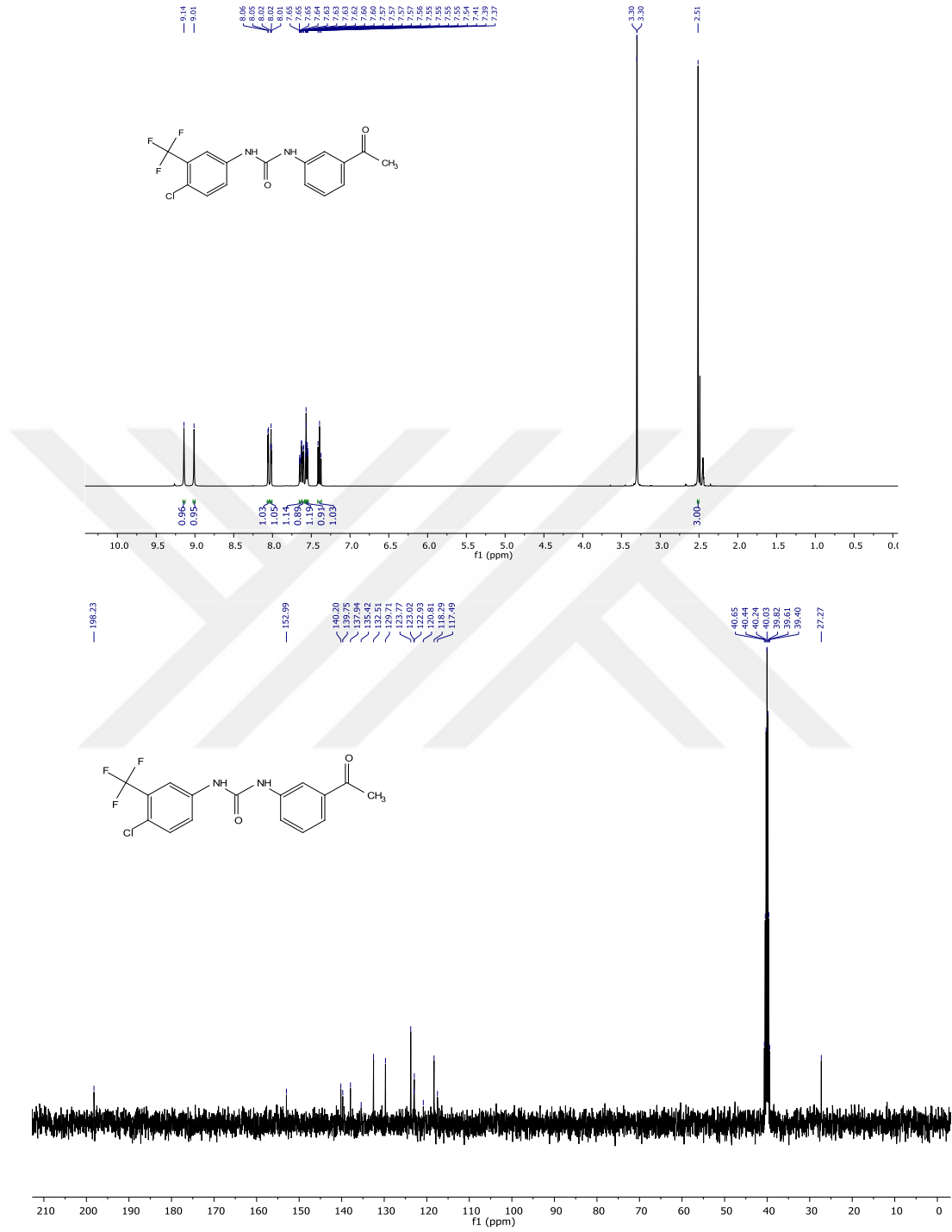
4.1. Sentezlenen Bileşikler ve Karakterizasyonu

4.1.1. Fenil üre asetofenon türevleri

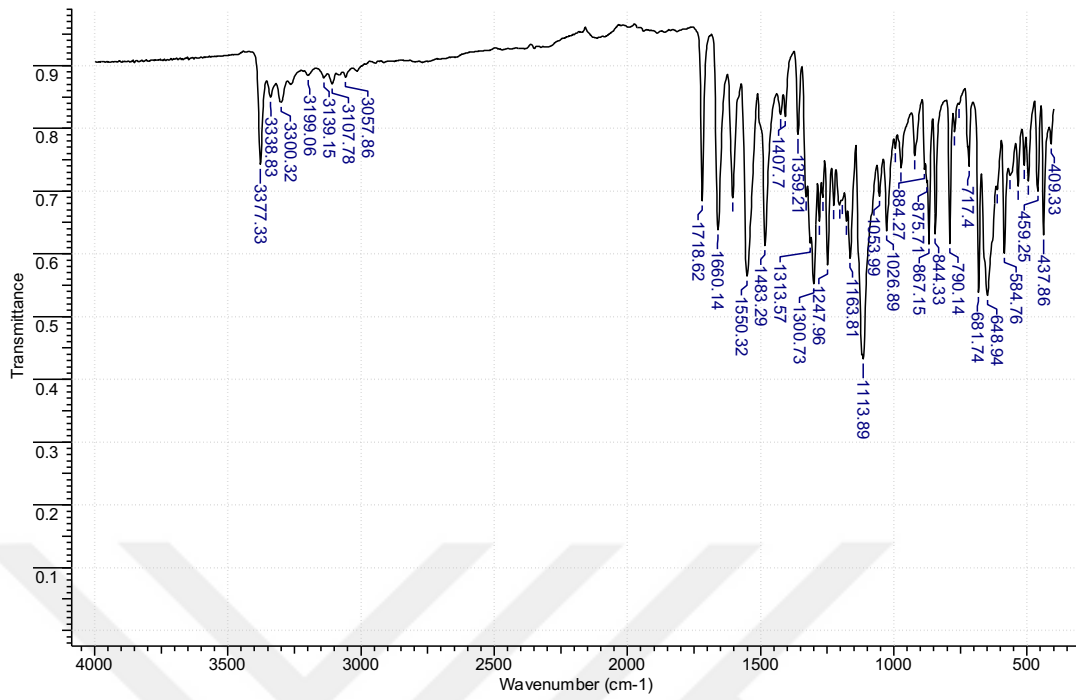
C1-7 fenilüre asetofenon türevleri literature göre sentezlendi ve NMR, Q-TOF, FTIR ve erime noktası analizleri ile doğrulandı. **C1-5** türevlerinin analiz sonuçlarının literatür ile uyumlu olduğu görüldü (Gezegen ve ark., 2017).

1-(3-asetilfenil)-3-(4-kloro-3-(triflorometil)fenil)üre (C6)

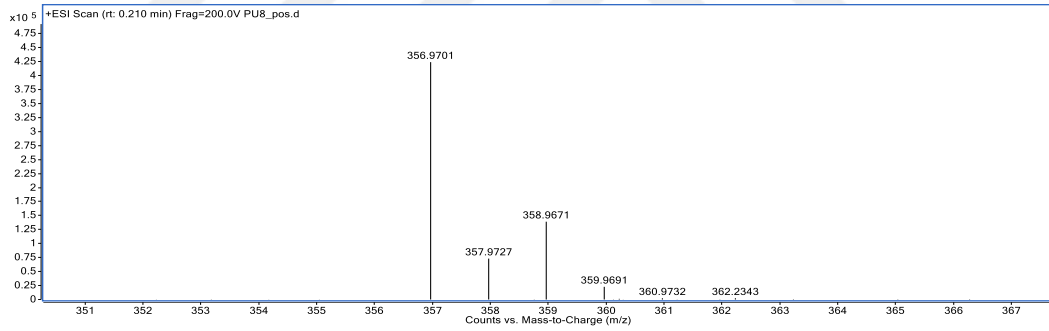
C6 bileşiğine ait ^1H -NMR spektrumunda $\delta = 9.14$ ve 9.0 ppm’de görülen singletler üre biriminin amit protonlarından ileri gelmektedir. Yapıdaki asetil grubunun bağlı olduğu fenil halkasındaki *orto*-konumda yer alan protonlar sırası ile 8.06 ppm’de dublet ($J = 2.6$ Hz) ve 8.02 ppm’de triplet vererek ($J = 1.9$ Hz) rezonans olmaktadır. Asetil grubuna göre *para*-konumda yer alan proton 7.60 ppm’de dublet ($J = 2.7$ Hz) verirken *meta*-konumda yer alan proton 7.39 ppm’de triplet ($J = 7.9$ Hz) vermektedir. Diğer fenil halkasında üre birimi ve triflorometil grubu arasında kalan proton yapıdaki flor atomlarının etkisi ile yarılarak 7.64 ppm’de dubletin dubletinin dubleti vererek ($J = 8.0, 2.3, 1.0$ Hz) rezonans olurken triflorometil grubuna göre *meta* ve *para* konumda yer alan protonlar sırası ile $7.58 - 7.56$ ve $7.55 - 7.53$ ppm arasında multiplet sinyal vermektedirler. Yapıdaki metil grubunun sinyali ise $\delta = 2.51$ ppm’de singlet vermektedir. **C6** bileşiğine ait ^{13}C -NMR spektrumunda $\delta = 198.23$ ppm’de görülen sinyal asetil grubunun karbonil karbonuna aittir. Yapıdaki üre biriminin karbonil sinyali ise $\delta = 152.9$ ppm’de görülmektedir. Asetil grubuna göre *meta*-konumda yer alan ve üre biriminin bağlı bulunduğu ipso karbon $\delta = 140.20$ ppm’de sinyal verirken üre biriminin bağlı olduğu diğer fenil halkasındaki ipso karbon ise $\delta = 139.75$ ppm’de rezonans olmaktadır. Asetil grubunun bağlı olduğu ipso karbon ise $\delta = 137.94$ ppm’de görülmektedir. Spektrumda yer alan diğer aromatik karbon sinyalleri yapıyla uyum içerisindedir. Spektrumda en yukarı alanda $\delta = 27.27$ ppm’de görülen sinyal ise yapıdaki metil karbonuna aittir (Şekil 4.1). Bileşik ayrıca FTIR (Şekil 4.2) ve kütle spektrumları (Şekil 4.3) ile doğrulanmıştır.



Şekil 4.1. C6 bileşiğinin 400 MHz ¹H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³C-NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.2. C6 bileşiği FTIR spektumu



Şekil 4.3. C6 bileşiğinin kütle spektumu

Beyaz katı. Verim %83.78. Erime noktası 232 – 235 °C.

^1H NMR (400 MHz, DMSO- d_6) δ 9.14 (s, 1H), 9.01 (s, 1H), 8.06 (d, J = 2.6 Hz, 1H), 8.02 (t, J = 1.9 Hz, 1H), 7.64 (ddd, J = 8.0, 2.3, 1.0 Hz, 1H), 7.60 (d, J = 2.7 Hz, 1H), 7.58 – 7.56 (m, 1H), 7.56 – 7.53 (m, 1H), 7.39 (t, J = 7.9 Hz, 1H), 2.51 (s, 3H).

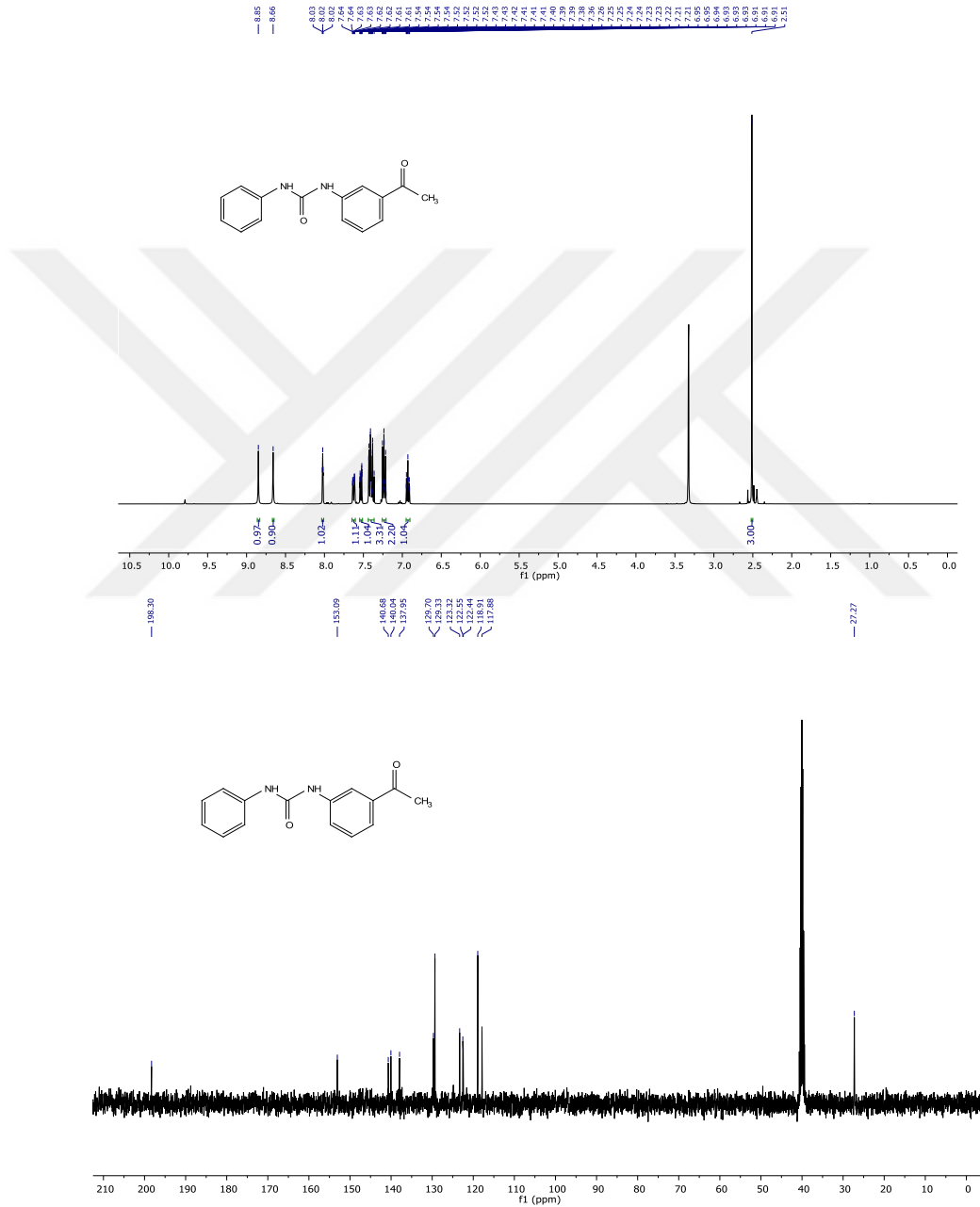
^{13}C NMR (101 MHz, DMSO- D_6) δ 198.23, 152.99, 140.20, 139.75, 137.94, 135.42, 132.51, 129.71, 123.77, 123.02, 122.93, 120.81, 118.29, 117.49, 27.27.

IR (ATR, cm^{-1}) 3377, 3338, 3300, 3199, 3107, 3057, 1718, 1660, 1550, 1483, 1359, 1300, 1247, 1163, 1113, 1026, 884, 867, 844, 790, 717, 681, 648, 584, 459, 437.

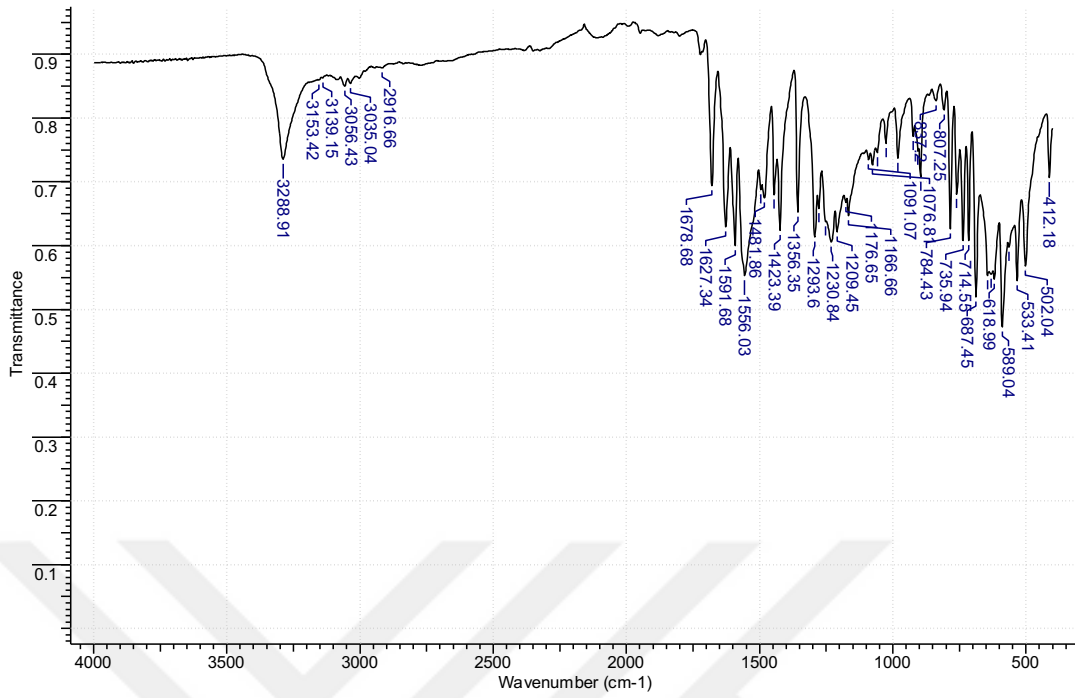
HRMS (Q-TOF) LC/MS $[\text{M}-\text{H}]^+$ (m/z): hesaplanan ($\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O}_2$) 355.047, bulunan 356.970.

1-(3-asetilfenil)-3-fenilüre (C7)

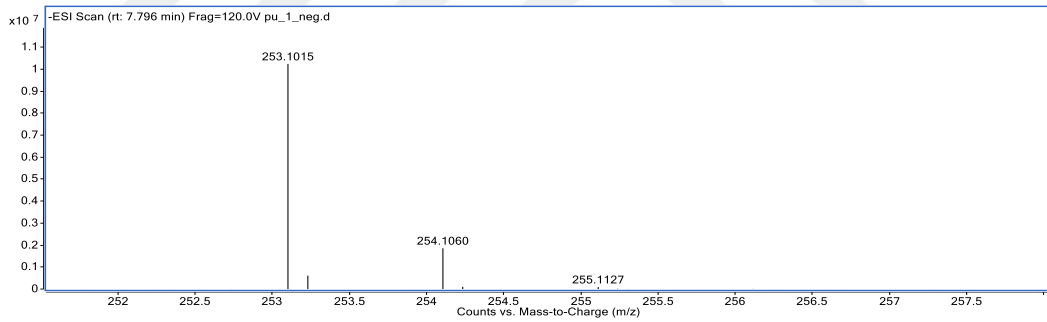
C7 bileşiğinin sentezi ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve kütle spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.4-4.6).



Şekil 4.4. C7 bileşiğinin 400 MHz ^1H -NMR (Üst), 100 MHz ^{13}C -NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.5. C7 bileşiği FTIR spektrumu



Şekil 4.6. C7 bileşiğinin kütle spektrumu

Açık kahverengi katı. Verim %89.60. Erime noktası 168-171 °C.

¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) δ 8.85 (s, 1H), 8.66 (s, 1H), 8.02 (t, *J* = 2.0 Hz, 1H), 7.63 (ddd, *J* = 8.2, 2.5, 1.1 Hz, 1H), 7.53 (ddd, *J* = 7.7, 1.7, 1.1 Hz, 1H), 7.46 – 7.33 (m, 3H), 7.28 – 7.18 (m, 2H), 6.93 (tt, *J* = 7.4, 1.1 Hz, 1H), 2.51 (s, 3H).

¹³C NMR (101 MHz, DMSO-*D*₆) δ 198.30, 153.09, 140.68, 140.04, 137.95, 129.70, 129.33 (2C), 123.32, 122.55, 122.44, 118.91 (2C), 117.88, 27.27.

IR (ATR, cm⁻¹) 3288, 3056, 3035, 1678, 1678, 1627, 1591, 1556, 1481, 1356, 1293, 1230, 1209, 1166, 1091, 1076, 837, 807, 784, 735, 714, 618, 589, 553, 502, 412

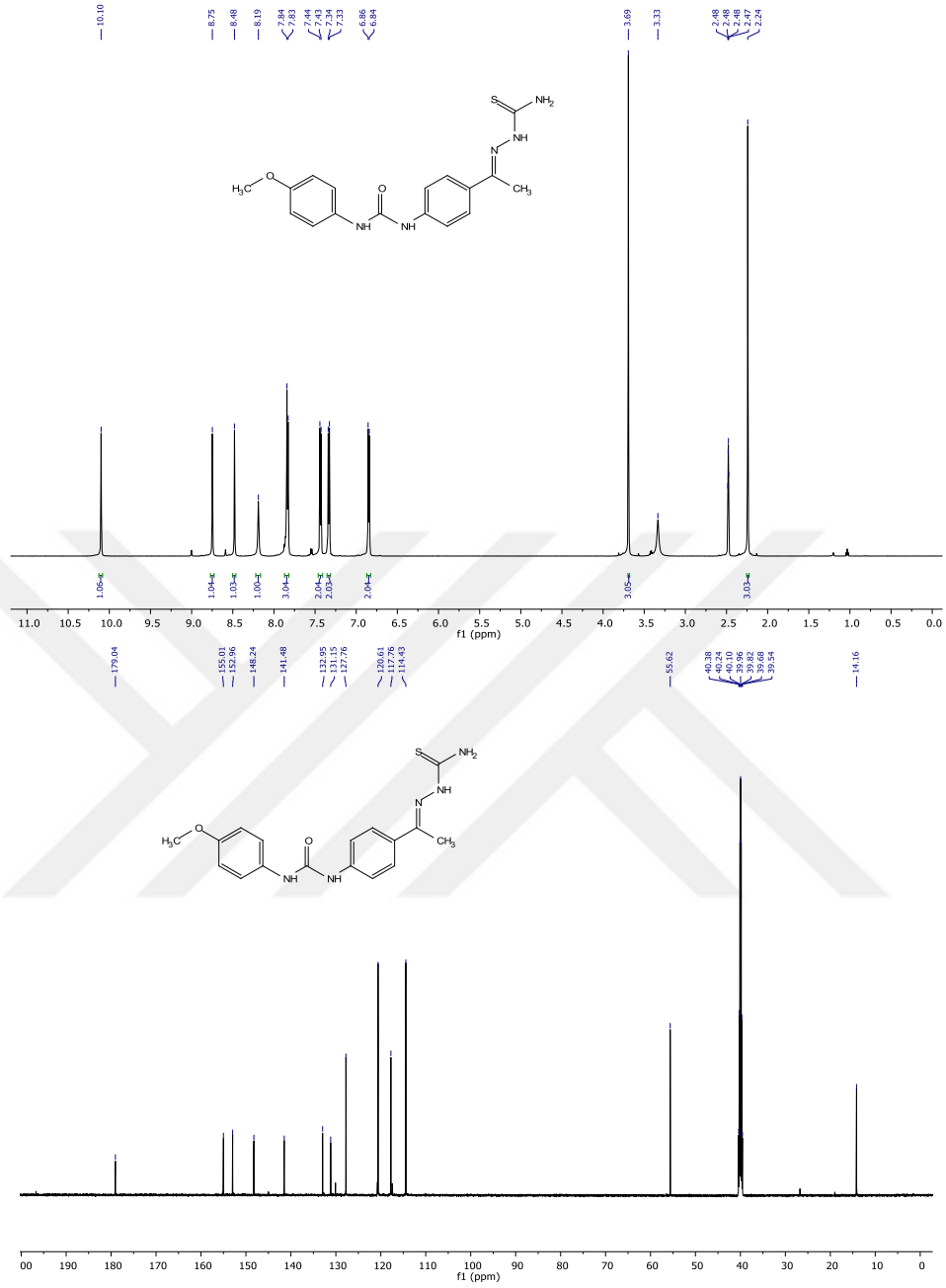
HRMS (Q-TOF) LC/MS $[M-H]^+$ (m/z): hesaplanan ($C_{15}H_{14}N_2O_2$) 253.098, bulunan 253.102.

4.1.2. Tiyosemikarbazonlar

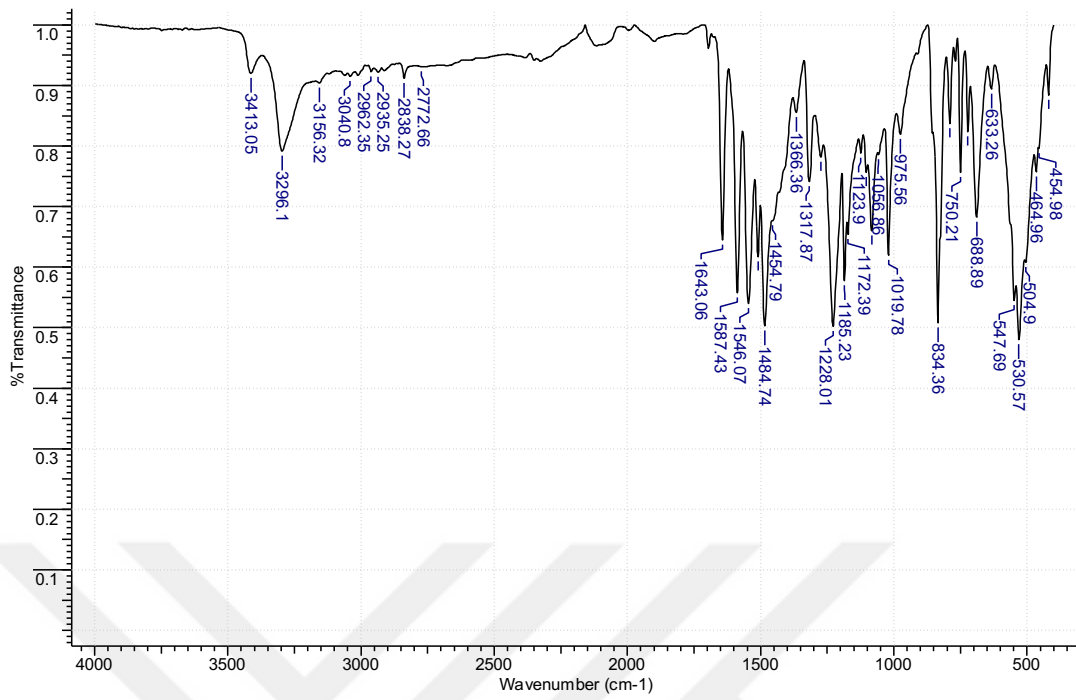
(E)-2-(1-(4-(3-(4-metoksifenil)üreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E1)

E1 bileşğinin sentezi 1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve kütle spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.7-4.9).

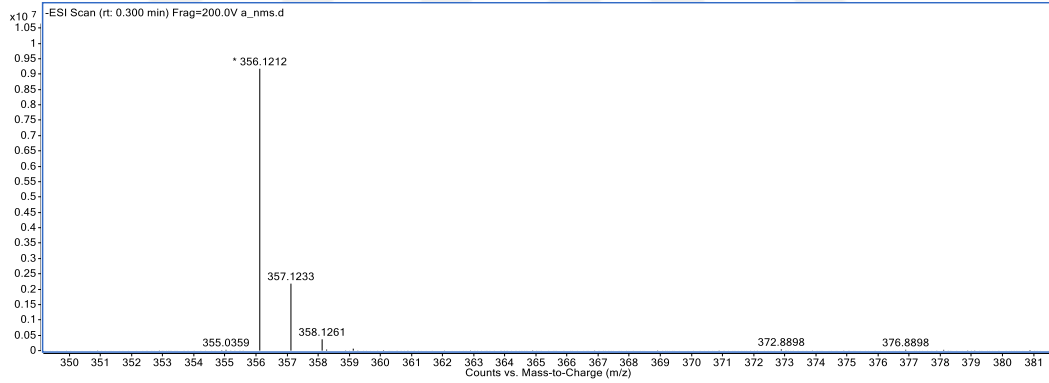




Şekil 4.7. E1 bileşiğinin 400 MHz ¹H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³C-NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.8. E1 bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.9. E1 bileşiğinin kütle spektrumu

Beyaz katı. Verim %93. Erime noktası 237-239 °C. ^1H NMR (600 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 10.10 (s, 1H), 8.75 (s, 1H), 8.48 (s, 1H), 8.19 (s, 1H), 7.83 (d, $J = 8.8$ Hz, 3H), 7.43 (d, $J = 8.4$ Hz, 2H), 7.33 (d, $J = 8.5$ Hz, 2H), 6.85 (d, $J = 8.5$ Hz, 2H), 3.69 (s, 3H), 2.24 (s, 3H).

^{13}C NMR (151 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 179.04, 155.01, 152.96, 148.24, 141.48, 132.95, 131.15, 127.76 (2C), 120.61 (2C), 117.76 (2C), 114.43 (2C), 55.62, 14.16.

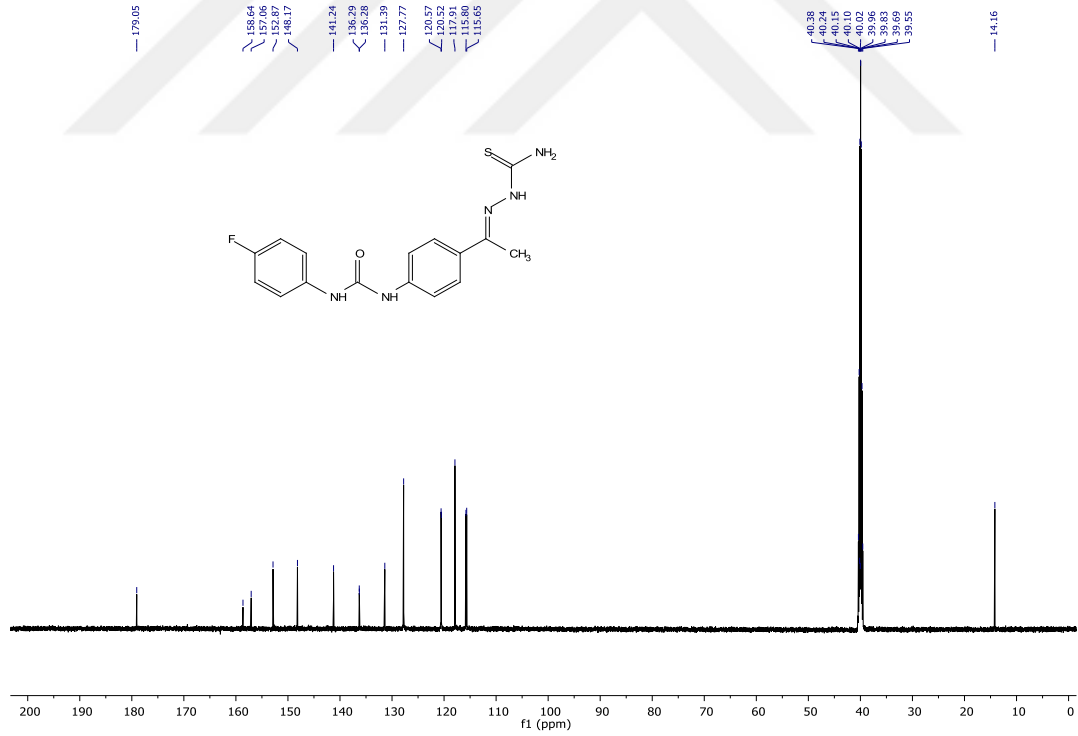
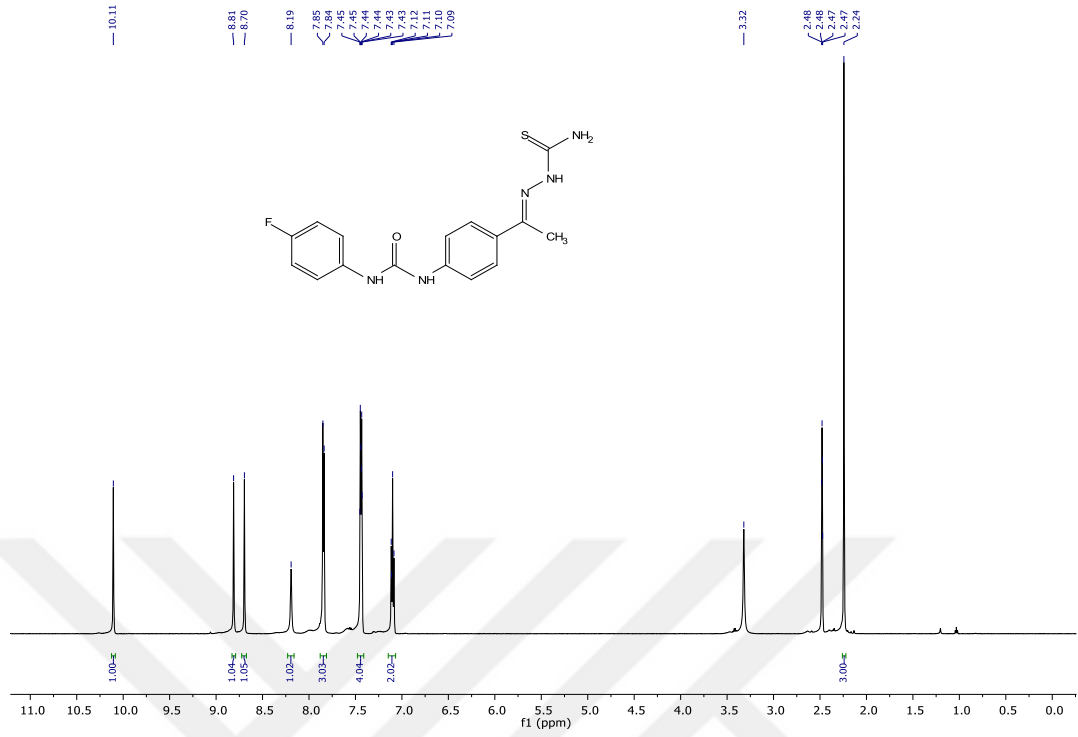
IR (ATR, cm^{-1}) 3413, 3296, 3156, 3062, 3010, 2912, 2838, 1643, 1587, 1546, 1484, 1317, 1228, 1185, 1082, 1019, 834, 750, 688, 547, 530.

HRMS (Q-TOF) LC/MS $[M-H]^+$ (m/z): hesaplanan ($C_{17}H_{19}N_5O_2S$) 356.119, bulunan 356.121.

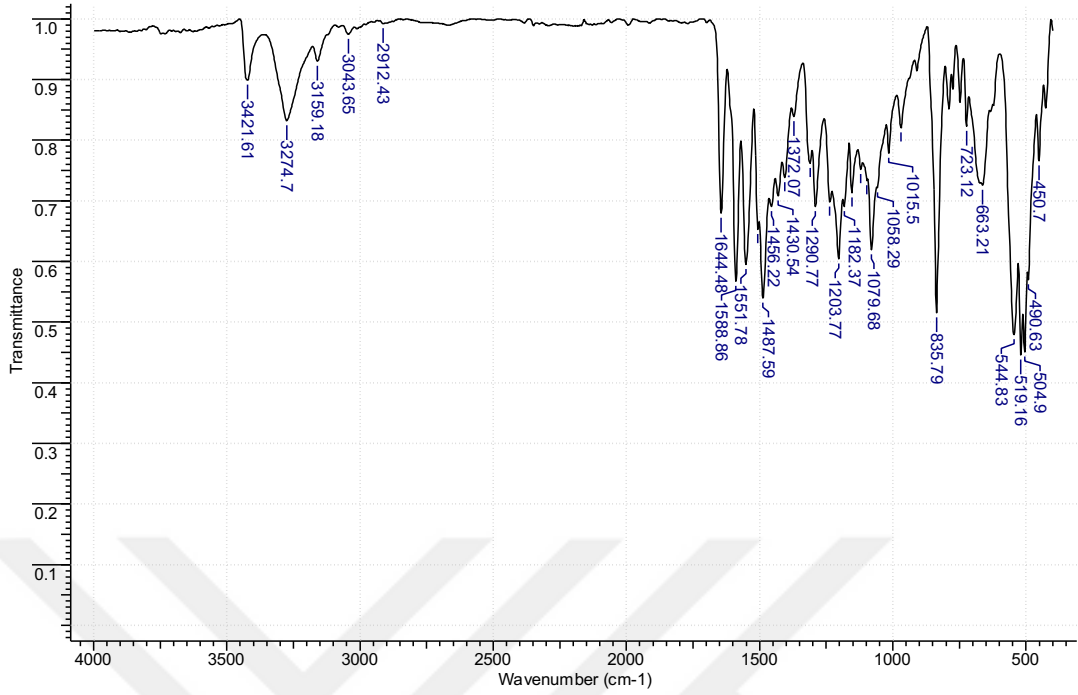
(E)-2-(1-(4-(3-(4-florofenil)üreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E2)

E2 bileşiğinin sentezi 1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve QTOF spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.10-12).

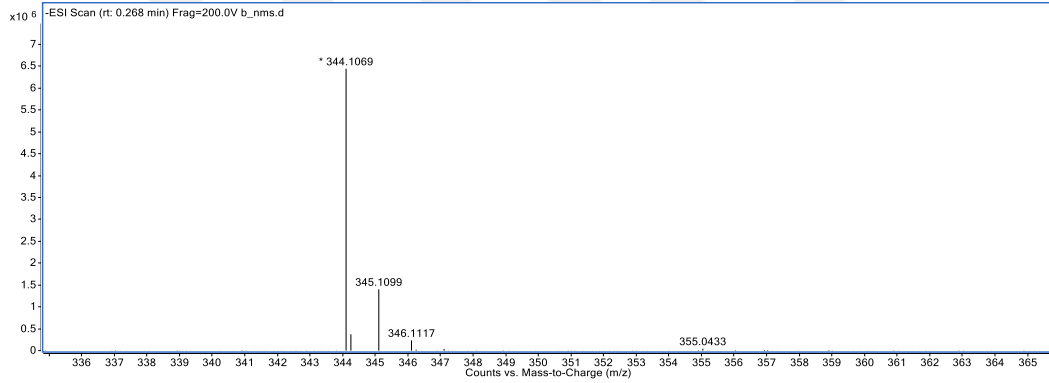




Şekil 4.10. E2 bileşiğinin 400 MHz ¹H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³C-NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.11. E2 FTIR kütle spektrumu



Şekil 4.12. E2 bileşiğinin kütle spektrumu

Beyaz katı. Verim %95. Erime noktası 245-247 °C. ^1H NMR (600 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 10.11 (s, 1H), 8.81 (s, 1H), 8.70 (s, 1H), 8.19 (s, 1H), 7.84 (d, $J = 8.2$ Hz, 3H), 7.46-7.42 (m, 4H), 7.10 (t, $J = 8.8$ Hz, 2H), 2.24 (s, 3H).

^{13}C NMR (151 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 179.05, 157.85 (d, $J = 238.2$ Hz), 152.87, 148.17, 141.24, 136.28 (d, $J = 2.3$ Hz), 131.39, 127.77 (2C), 120.55 (d, $J = 7.8$ Hz, 2C), 117.91 (2C), 115.72 (d, $J = 22.1$ Hz, 2C), 14.16.

IR (ATR, cm^{-1}) 3421, 3274, 3159, 3043, 2912, 1644, 1588, 1551, 1487, 1430, 1310, 1290, 1236, 1203, 1153, 1079, 1015, 969, 835, 723, 663, 544, 519, 504, 490, 450.

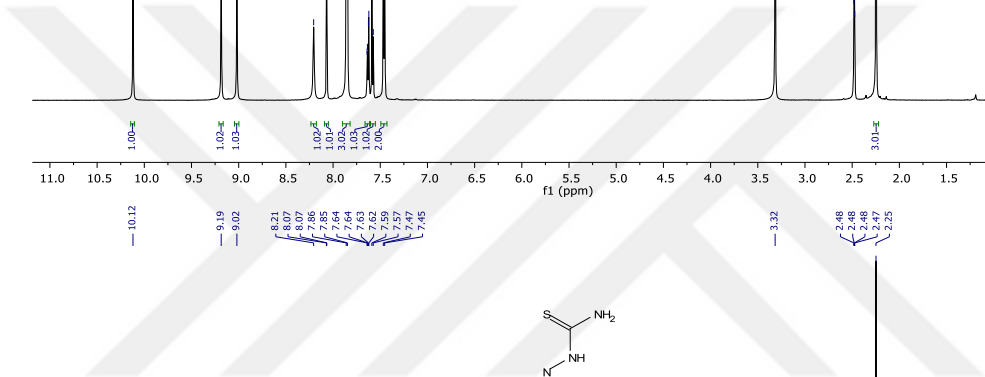
HRMS (Q-TOF) LC/MS [M-H]⁺ (m/z): hesaplanan (C₁₆H₁₆FN₅OS) 344.099, bulunan 344.107.

(E)-2-(1-(4-(3-(4-klorofenil)üreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E3)

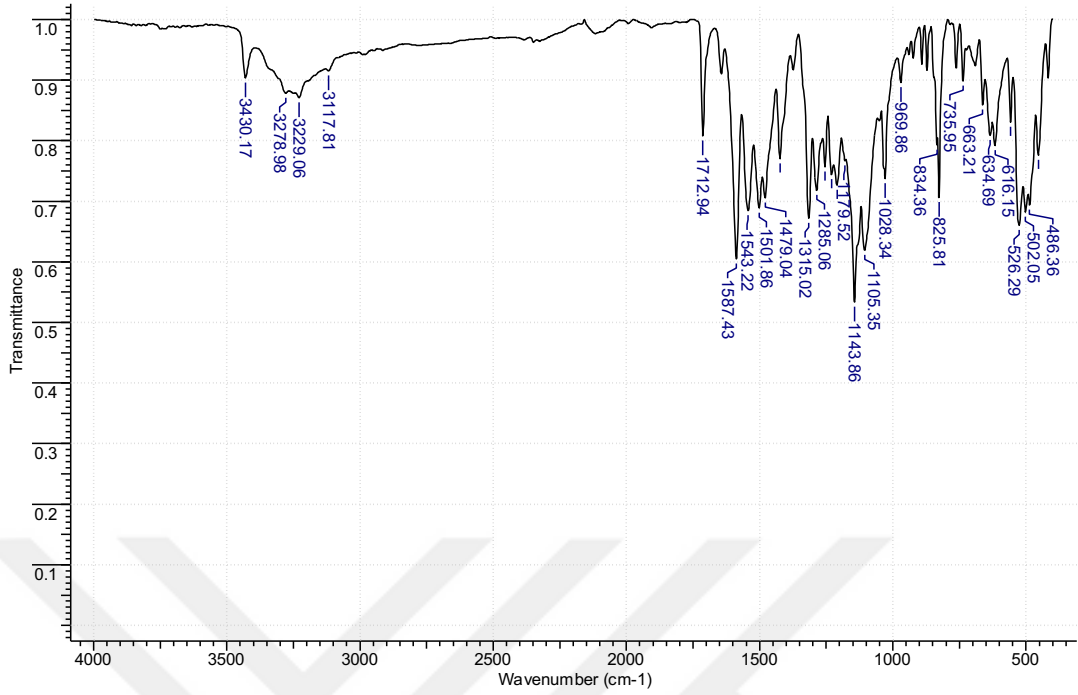
¹H-NMR, ¹³C-NMR, FTIR, QTOF ve erime noktası analizleri yapıldı. Bu bileşiğe ait analizler literatür ile uyumlu bulundu. Spektral veriler literatürde bulunduğu için ayrıca paylaşılmamıştır (Özbek ve ark., 2022)

(E)-2-(1-(4-(3-(4-kloro-3-(triflorometil)fenil)üreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E4)

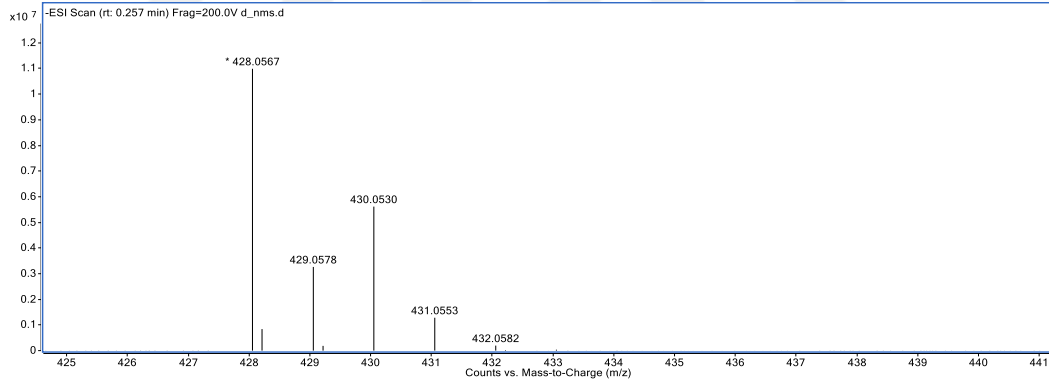
E4 bileşiğinin sentezi ¹H-NMR, ¹³C-NMR, FTIR ve QTOF spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.13-15).



(Alt)



Şekil 4.14. E4 bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.15. E4 bileşiğinin kütle spektrumu

Açık sarı katı. Verim %90. Erime noktası 193-196 °C. ^1H NMR (600 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 10.12 (s, 1H), 9.19 (s, 1H), 9.02 (s, 1H), 8.21 (s, 1H), 8.07 (d, $J = 2.5$ Hz, 1H), 7.85 (d, $J = 7.8$ Hz, 3H), 7.63 (dd, $J = 8.8, 2.4$ Hz, 1H), 7.58 (d, $J = 8.8$ Hz, 1H), 7.46 (d, $J = 8.5$ Hz, 2H), 2.25 (s, 3H).

^{13}C NMR (151 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 179.09, 152.66, 148.10, 140.76, 139.66, 132.42 (2C), 131.84, 127.76 (2C), 127.14 (q, $J = 31.3$ Hz), 123.59, 123.11 (q, $J = 312.0$ Hz), 118.28 (2C), 117.28 (q, $J = 5.9$ Hz), 14.18.

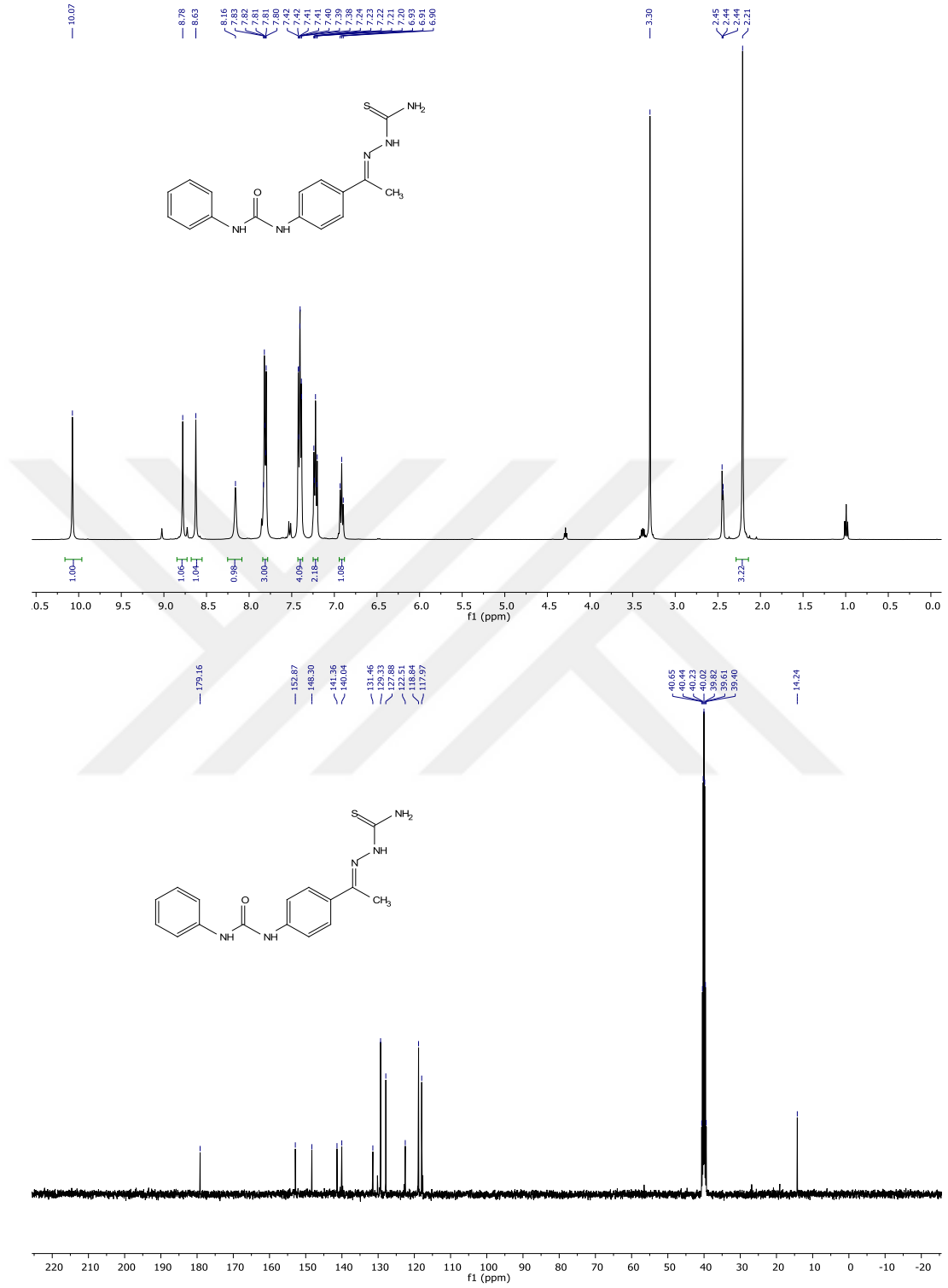
IR (ATR, cm^{-1}) 3430, 3278, 3229, 3117, 1712, 1587, 1543, 1501, 1479, 1423, 1315, 1285, 1209, 1143, 1105, 1028, 834, 825, 735, 634, 616, 526, 502.

HRMS (Q-TOF) LC/MS $[M-H]^+$ (m/z): hesaplanan ($C_{17}H_{15}ClF_3N_5OS$) 428.057, bulunan 428.057.

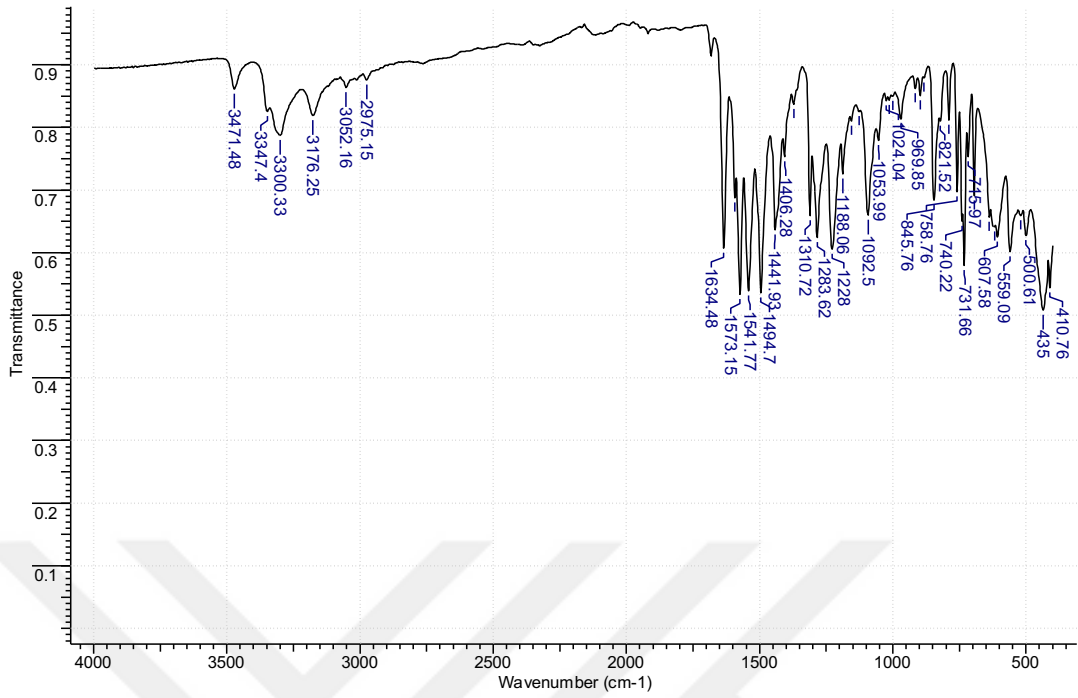
(E)-2-(1-(4-(3-fenilüreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E5)

E5 bileşiğinin sentezi 1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve QTOF spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.16-18)

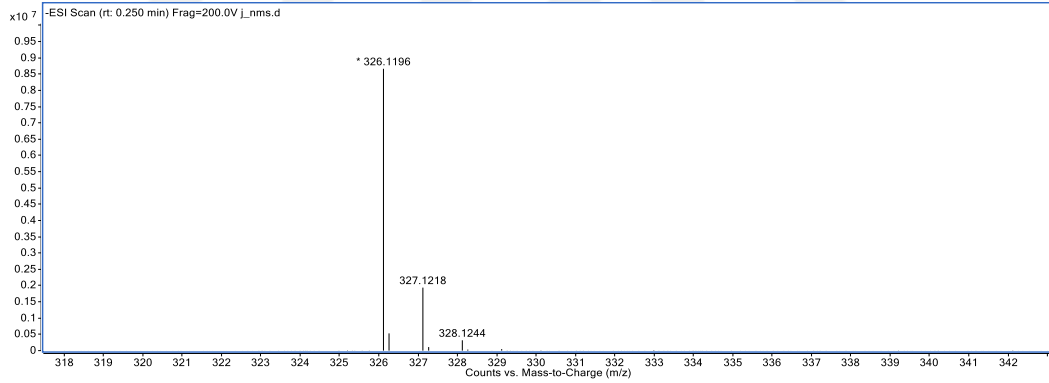




Şekil 4.16. E5 bileşiğinin 400 MHz ¹H-NMR (Üst), 100 MHz ¹³C-NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.17. E5 bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.18. E5 bileşiğinin kütle spektrumu

Beyaz katı. Erime noktası 224-227 °C. ^1H NMR (400 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 10.07 (s, 1H), 8.78 (s, 1H), 8.63 (s, 1H), 8.16 (s, 1H), 7.82 (dd, $J = 7.8, 5.3$ Hz, 3H), 7.46 – 7.34 (m, 4H), 7.22 (t, $J = 7.9$ Hz, 2H), 6.91 (t, $J = 7.4$ Hz, 1H), 2.21 (s, 3H). ^{13}C NMR (101 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ 179.16, 152.87, 148.30, 141.36, 140.04, 131.46, 129.33 (2C), 127.88 (2C), 122.51, 118.84 (2C), 117.97 (2C), 14.24.

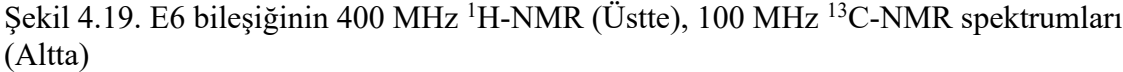
IR (ATR, cm^{-1}) 3471, 3348, 3300, 3176, 3052, 3012, 2975, 1682, 1634, 1592, 1573, 1542, 1495, 1442, 1406, 1373, 1311, 1284, 1228, 1168, 1155, 1093, 1054, 1024, 1014, 970, 916, 897, 846, 821, 789, 759, 732, 717, 694, 637, 624, 608, 560, 522, 501, 436, 410

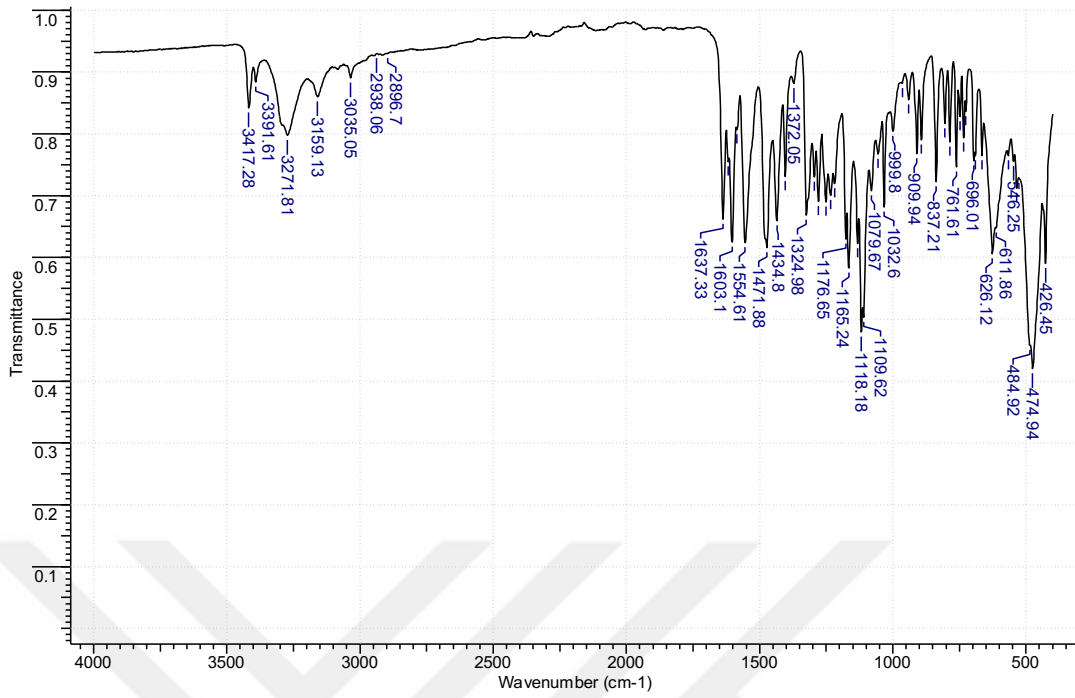
HRMS (Q-TOF) LC/MS $[M-H]^+$ (m/z): hesaplanan ($C_{16}H_{17}N_5OS$) 326.108, bulunan 326.119.

(E)-2-(1-(3-(3-(4-kloro-3-(triflorometil)fenil)üreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (E6)

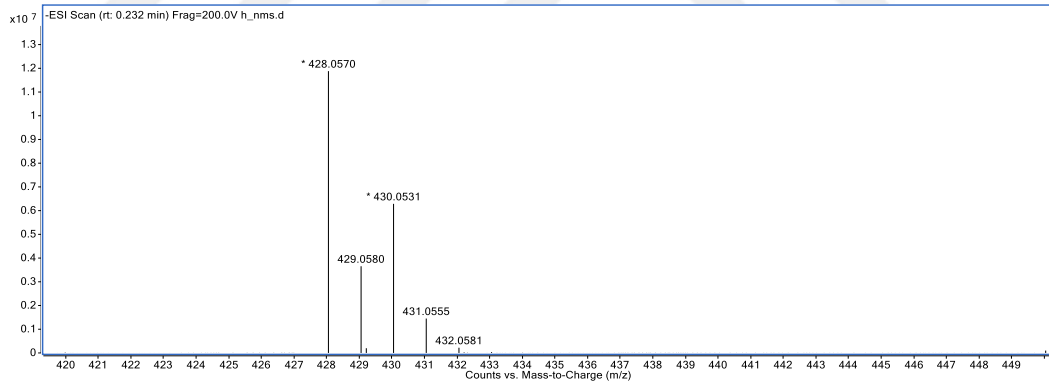
E6 bileşiğinin sentezi 1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve QTOF spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.19-21). Bileşiğine ait 1H -NMR spektrumunda $\delta = 10.29$, 9.20 ve 8.79 ppm'de görülen singlet sinyaller yapıdaki $-NH$ protonlarına ait sinyaller olup yapıdaki $-NH_2$ protonları ise 7.78 ppm'de yine singlet vererek rezonans olmaktadırlar. Fenil üre biriminde, üre birimi ve triflorometil grubu arasında kalan proton 8.05 ppm'de dublet ($J = 2.5$ Hz) verirken, diğer fenil halkasında üre birimi ile tiyosemikarbazon birimi arasında yer alan proton 8.33 ppm'de singlet vermektedir. Tiyosemikarbazon grubuna göre meta konumunda yer alan proton ise 7.26 ppm'de triplet vererek ($J = 7.9$ Hz) rezonans olmaktadır. Yapıdaki diğer aromatik protonlar $7.63 - 7.50$ ppm arasında (4H) çakışarak multiplet vermektedirler. Yapıdaki metil grubunun sinyali de $\delta = 2.24$ ppm'de singlet olarak görülmektedir.

Bileşiğe ait ^{13}C -NMR spektrumunda $\delta = 179.57$ ppm'de yer alan sinyal yapıdaki tiyoamid karbonundan ileri gelmekte olup, üre birimi üzerindeki amid karbonu 153.01 ppm'de, yapıdaki imin karbonu ise 148.29 ppm'de sinyal vermektedir. Yapıdaki triflorometil grubuyla etkileşen karbon atomlarından triflorometil grubunun bağlı olduğu aromatik karbon $\delta = 127.25$ ppm'de ($J = 30.4$ Hz), triflorometil grubu ile üre birimi arasında kalan karbon ise 117.32 ppm'de kuartet ($J = 5.6$ Hz) vererek rezonans olmaktadırlar. Triflorometil grubunun karbonu ise $\delta = 123.34$ ppm'de ($J = 272.5$ Hz) kuartet vermektedir. Spektrumda 14.68 ppm'de yer alan sinyal yapıdaki metil grubuna ait olmakla birlikte spektrumdaki diğer sinyaller de yapıyı doğrulayacak şekilde birbirleriyle uyum içindedir.





Şekil 4.20. E6 bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.21. E6 bileşiğinin kütle spektrumu

Açık kahve katı. Erime noktası 190-193 °C

¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) δ 10.29 (s, 1H), 9.20 (s, 1H), 8.79 (s, 1H), 8.33 (s, 1H), 8.05 (d, *J* = 2.5 Hz, 1H), 7.78 (s, 2H), 7.63 – 7.50 (m, 4H), 7.26 (t, *J* = 7.9 Hz, 1H), 2.24 (s, 3H).

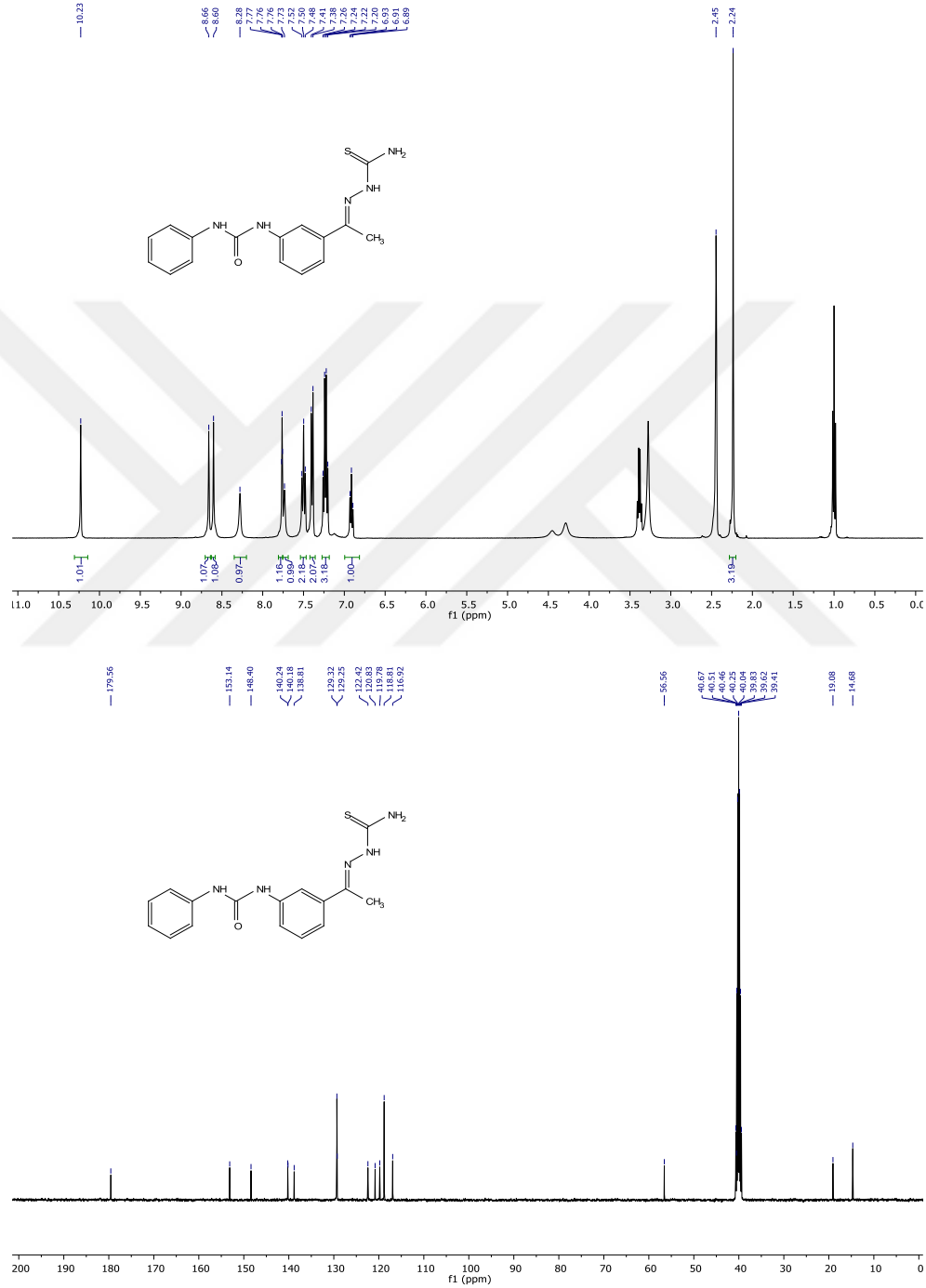
¹³C NMR (101 MHz, DMSO-*D*₆) δ 179.57, 153.01, 148.29, 139.86, 139.72, 138.84, 132.50, 129.26, 127.25 (q, *J* = 30.4 Hz), 123.61, 123.34 (q, *J* = 272.5 Hz), 122.88, 121.31, 120.24, 117.40, 117.32 (q, *J* = 5.6 Hz), 14.68.

FTIR (cm⁻¹)

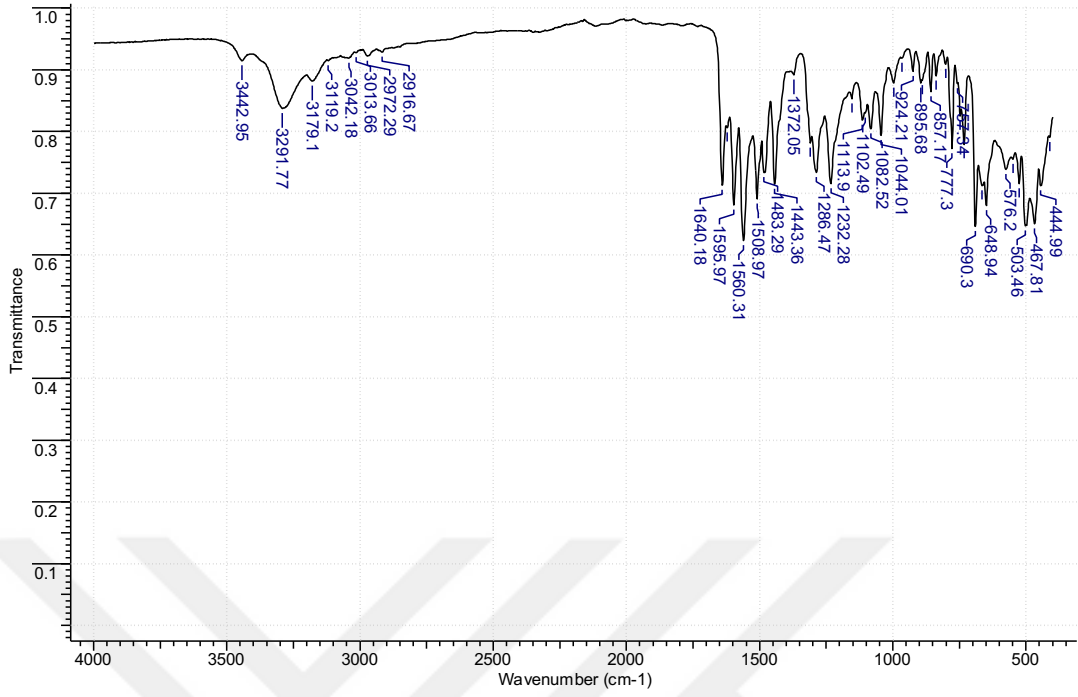
HRMS (Q-TOF) LC/MS [M-H]⁺ (m/z): hesaplanan (C₁₇H₁₅ClF₃N₅OS) 428.057, bulunan 428.057.

(E)-2-(1-(3-(3-fenilüreido)fenil)etiliden)hidrazin-1-karbotiyoamid (**E7**)

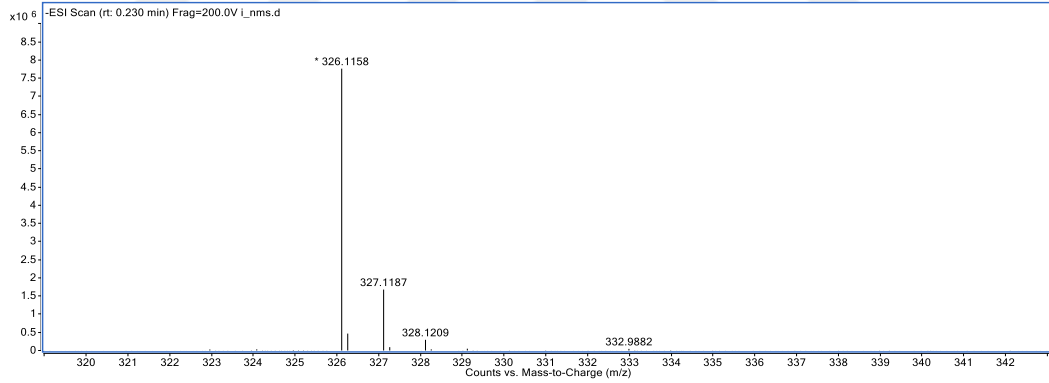
E7 bileşiğinin sentezi ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR ve QTOF spektrumları ile doğrulanmıştır (Şekil 4.22-24).



Şekil 4.22. **E7** bileşiğinin 400 MHz ^1H -NMR (Üst), 100 MHz ^{13}C -NMR spektrumları (Alt)



Şekil 4.23 E7 bileşiğinin FTIR spektrumu



Şekil 4.24. E7 bileşiğinin kütle spektrumu

Beyaz katı. Verim %85.07 Erime noktası 137-140 °C

¹H NMR (400 MHz, DMSO-*d*₆) δ 10.23 (s, 1H), 8.66 (s, 1H), 8.60 (s, 1H), 8.28 (s, 1H), 7.76 (t, *J* = 2.0 Hz, 1H), 7.73 (s, 1H), 7.50 (t, *J* = 8.4 Hz, 2H), 7.39 (d, *J* = 8.3 Hz, 2H), 7.23 (q, *J* = 7.8 Hz, 3H), 6.91 (t, *J* = 7.1 Hz, 1H), 2.24 (s, 3H).

¹³C NMR (101 MHz, DMSO-*D*₆) δ 179.56, 153.14, 148.40, 140.24, 140.18, 138.81, 129.32 (2C), 129.25, 122.42, 120.83, 119.78, 118.81 (2C), 116.92, 14.68.

FTIR (cm⁻¹) 3442, 3291, 3178, 3119, 3043, 2972, 2917, 1640, 1622, 1597, 1560, 1500, 1483, 1444, 1372, 1310, 1287, 1233, 1154, 113, 1083, 1044, 997, 925, 896, 857, 837, 802, 777, 758, 747, 732, 691, 665, 649, 576, 549, 525, 503, 468, 445, 411

HRMS (Q-TOF) LC/MS [M-H]⁺ (m/z): hesaplanan (C₁₆H₁₇N₅OS) 326.108, bulunan 326.116.

4.2. Tiyosemikarbazon Türevlerinin Antimikrobiyal Değerlendirilmesi

Fenilüre tiyosemikarbazon türevlerinin antimikrobiyal aktivitesi *S. aureus* ATCC 29213, *E. faecalis* ATCC 29212, *E. coli* ATCC 25922, *K. pneumoniae* ATCC 700603 bakteri suşlarına ve bir *C. albicans* klinik izolatına karşı mikrodilüsyon yöntemi ile değerlendirildi. Bileşikler 7.81–250 µg/mL MİK değerleri ile tüm bakterilere karşı aktivite sergilemiştir. Bununla birlikte *C. albicans* fungus suşuna karşı yapılan değerlendirmede 62.5-125 µg/mL aralığında MİK değerleri bileşiklerin antifungal aktivitesini göstermektedir (Tablo 4.1).

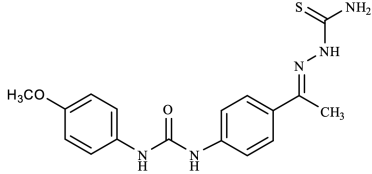
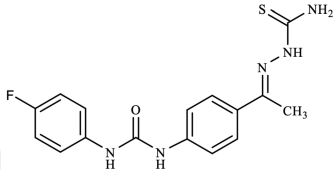
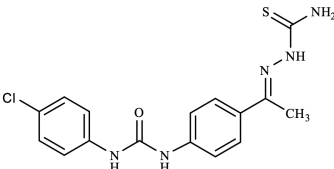
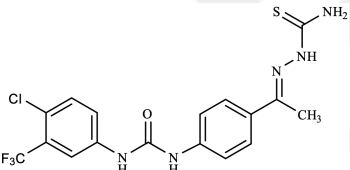
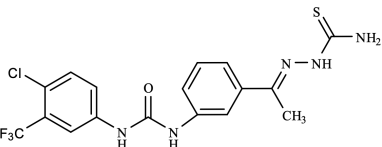
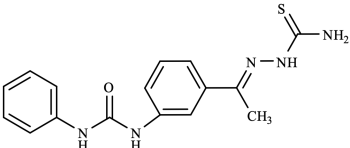
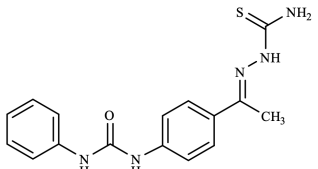
Gram negatif bakterilerden *K. pneumoniae*'ye karşı standart ilacın (P₁) 15.62 µg/mL değerinde MİK değeri verdiği görülürken tiyosemikarbazon türevlerinin 125 µg/mL MİK değeri verdiği görülmüştür. *E. coli*'ye karşı standart ilaç 7.8 µg/mL MİK değeri vermiştir. Bu bakteri suşuna karşı **E6** bileşiğinin 62.5 µg/mL MİK değeri verirken diğer tiyosemikarbazon türevlerinin MİK değerleri 125 µg/mL olarak tespit edilmiştir.

Gram pozitif bakterilerden *E. faecalis* bakteri suşuna karşı -4-OCH₃ substitüentli **E1** bileşiği 250 µg/mL MİK değeri ile diğer tiyosemikarbazon türevlerinden daha zayıf düzeyde aktivite göstermiştir. Fenil üre -4F-Ph substitüentli **E2**, -4Cl-Ph substitüentli **E3**, -Ph substitüentli **E5** ve -4Cl-3CF₃-Ph substitüentli **E4** bileşiklerinin 125 µg/mL MİK değeri ile orta düzeyde bir antimikrobiyal aktivite sergiledikleri görülmektedir. Para-substitüe **E4** ile aynı substitentlere sahip meta-substitüe fenilüre tiyosemikarbazon türevi **E6** bileşiği 15.62 µg/mL MİK değeri ile diğer türevlere kıyasla oldukça güçlü aktivite sergilemiştir. *S. aureus* bakteri suşuna karşı 4-Cl-Ph (**E3**) ve -Ph substitüentli (**E5**) tiyosemikarbazonların 250 µg/mL değer ile zayıf antibakteriyel aktivite sergiledikleri görülmektedir. Sırasıyla -4OCH₃-Ph ve -4F-Ph substitüentli **E1** ve **E2** bileşikleri 125

$\mu\text{g/mL}$ değeri ile orta düzeyde antibakteriyel aktivite sergilemişler. **E5** ile aynı kapalı formüle sahip meta-substitüe fenilüre tiyosemikarbazon türevi **E7** bileşiğinin $125 \mu\text{g/mL}$ MİK değeri ile **E5** bileşiğinden daha güçlü aktivite gösterdiği tespit edilmiştir. Benzer bir durum **E4** bileşiği ile aynı kapalı formüle sahip olan **E6** bileşiğinin *S. aureus*'a karşı sergilediği antibakteriyel aktivitede de görülmektedir. Meta substitüe **E6** bileşiği $7.81 \mu\text{g/mL}$ MİK değeri ile en güçlü antibakteriyel aktiviteyi sergilemiştir.

Sonuçlar meta-substitüe fenilüre tiyosemikarbazon türevleri **E6** ve **E7** bileşiklerinin genel olarak para konumlu izomerlerinden (sırasıyla **E4** ve **E5**) daha güçlü antibakteriyel aktivite sergilediklerini göstermektedir.

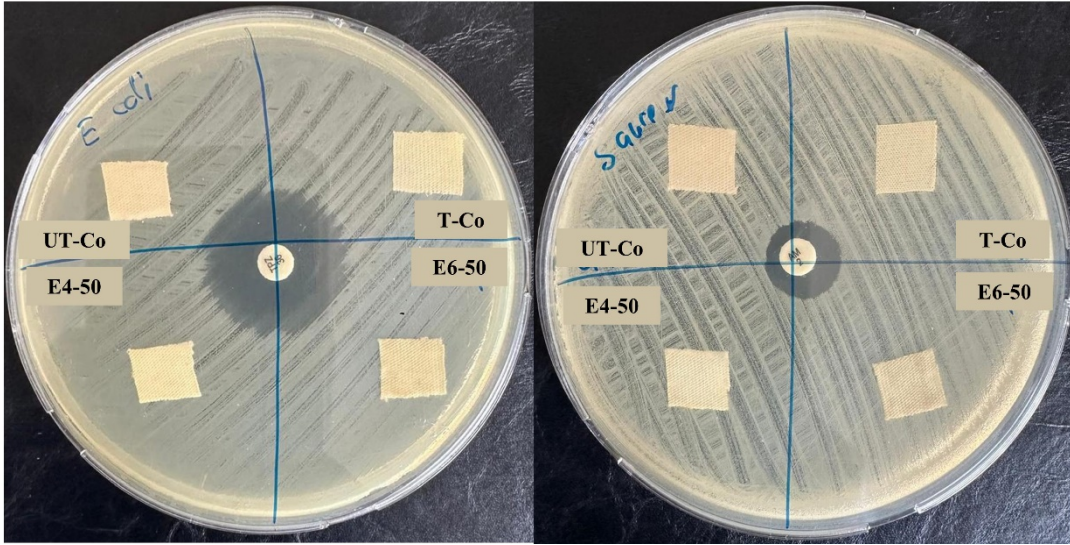
Tablo 4.1. Tiyosemikarbazon türevlerinin (E1-7) MİK sonuçları (µg/mL)

Tiyosemikarbazonlar		<i>S. aureus</i>	<i>E. faecalis</i>	<i>E. coli</i>	<i>K. pneumoniae</i>	<i>C. albicans</i>
	E1	125	250	125	125	125
	E2	125	125	125	125	62.5
	E3	250	125	125	125	62.5
	E4	125	125	125	125	125
	E5	7.81	15.62	62.5	125	125
	E6	125	125	125	125	125
	E7	250	125	125	125	125
Amoksisilin/Klavulanik asit	P₁	<1,9	<1,9	7,8	15,62	-
Flukonazol	P₂	-	-	-	-	<1,9

4.3. Kumaşların Antibakteriyel Değerlendirilmesi

4.3.1. Kalitatif Yöntem

0.5 McFarland bakteri solüsyonlarına karşı yapılan deneylerde T-Co, E4-50, E6-50 ve E7-50 kumaşlarının agar difüzyon yöntemi ile zon oluşturmadağı görülmüştür. Bununla birlikte kontrol TPZ36 *E. coli* ATCC 25922'ye karşı 26 mm ve bir diğer kontrol AM2 *S. aureus* ATCC 29213'a karşı 13.5 mm inhibisyon zonu oluşturdu. Bu sonuç ile hidrofobik yapıda olan TSC türevi uygulanan kumaşların agar üzerinde difüze olamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Benzer şekilde literatürde zon oluşturmeyan kumaşların kantitatif yöntem ile güçlü antibakteriyel aktiviteleri tespit edilmiştir (İbrahim ve ark., 2021).



Şekil 4.25. UT-Co, T-Co, E4-50 ve E6-50 kumaşlarının agar difüzyon sonuçları

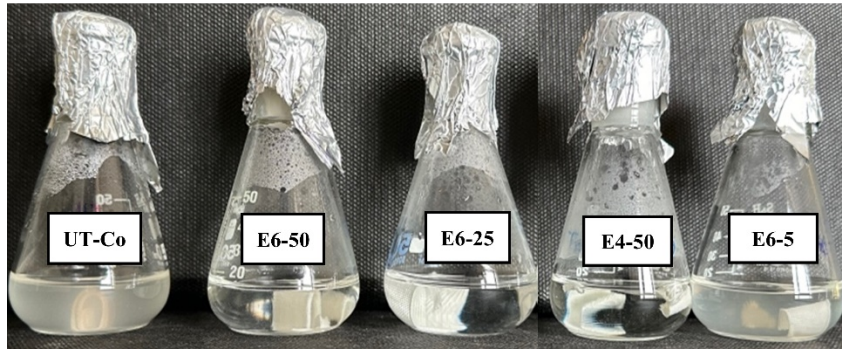
4.3.2. Kantitatif yöntem

Pamuk ve poliester kumaşların kantitatif olarak antibakteriyel aktiviteleri *E. coli* ATCC 25922 ve *S. aureus* ATCC 29213 bakteri suşlarına karşı ASTM E2149 standardına benzer koşullarda test edilmiştir. TSC uygulanan kumaşların yanı sıra oksidasyon yapılmış pamuk kumaş (T-Co), işlem görmemiş pamuk (UT-Co), işlem görmemiş poliester kumaş (UT-Po) ve TSC olmadan sadece çözelti ile işlem gören poliester kumaş

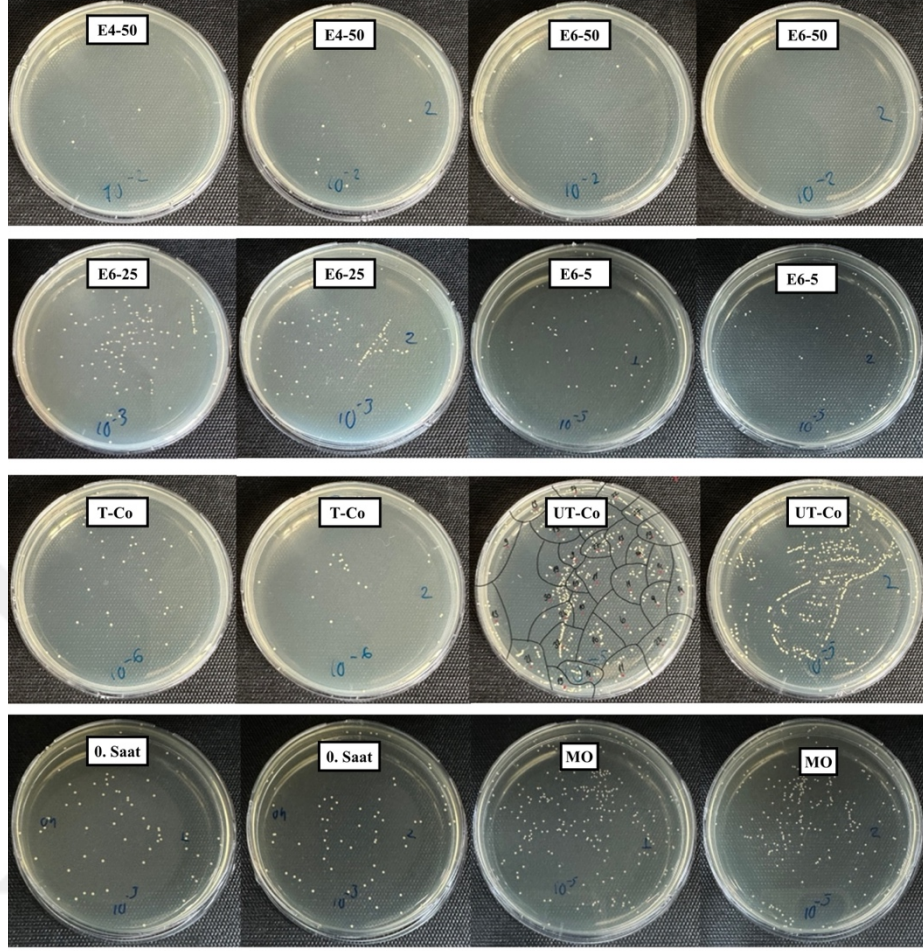
(Pb) negatif kontrol olarak incelenmiştir. Bakteriyostatik hesaplamalarda asıl kontrol olarak aynı başlangıç konsantrasyonunda sadece bakteri solüsyonu (MO) kullanılmıştır. Sonuçlarda %R kısmı antibakteriyel etki sonucunu vermektedir. Temas süresi sonunda başlangıç konsantrasyonundan yüksek çıkan sonuçlar MO ile kıyaslanarak %bakteriyostatik etkisi incelenmiştir. Temas süresi sonunda başlangıç konsantrasyonundan düşük koloni oluşturan örnekler başlangıç konsantrasyonu ile kıyaslanarak % bakteriyosidal etkisi hesaplanmıştır ve tablolarda BSi olarak belirtilmiştir. NA olarak belirtilenler antibakteriyel aktivite sergilemezken ve herhangi bir ibare olmayan sonuçlar ise bakteriyostatik etki olarak not edilmiştir. İnkübasyon sonrası erlenlerden alınan örneklerin inoküle edilmesi ile oluşan koloniler ve test ortamında oluşan bulanıklıkları gösteren fotoğraflar Şekil 4.26-4.37’de verilmiştir. İlgili dilüsyonlarda sayılan koloniler Tablo 4.2-4.7’de görülmektedir. Numune kodlarının açıklamaları yöntem kısmında verilmiştir (Bkz Tablo 3.1 ve Tablo 3.2).

Tablo 4.2. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E6-25, E6-5, E4-50, T-Co, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)

KOD		Dilüsyonlar						%R
		10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
0. saat	1	595						
	2	589						
	Ort.	592						
E6-50	1	4						
	2	0						>96.62 BSi
	Ort.	<20						
E6-25	1	125						
	2	94						99.52
	Ort.	109.5						
E6-5	1	61						
	2	50						75.86
	Ort.	55.5						
E4-50	1	2						
	2	7						>96.62 BSi
	Ort.	<20						
T-Co	1	282						
	2	351						NA
	Ort.	316.5						
UT-Co	1	537						
	2	569						NA
	Ort.							
MO	1	229						
	2	231						
	Ort.	230						



Şekil 4.26. E6-50, E6-25, E6-H5, E4-50, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenlerin inkübasyon sonrası fotoğrafları



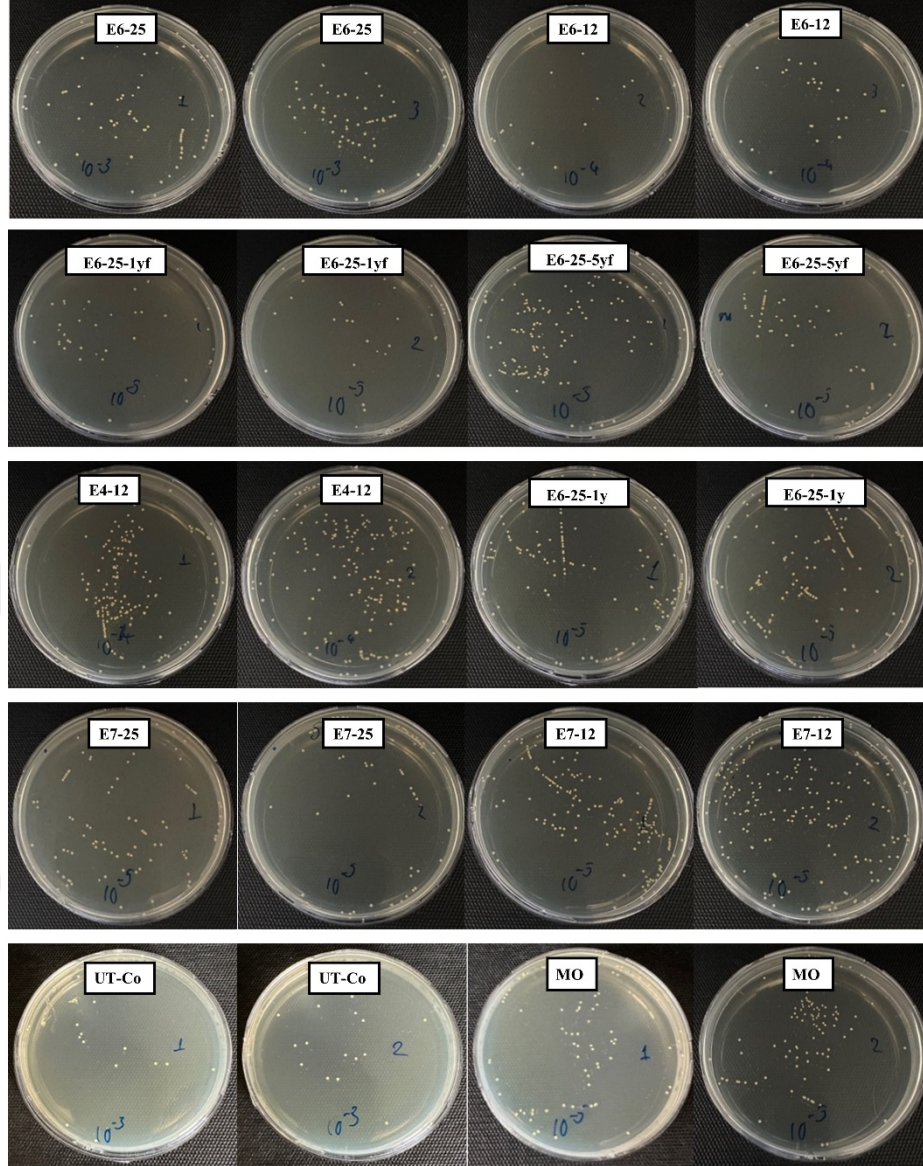
Şekil 4.27. Başlangıç konsantrasyonu E6-50, E6-25, E6-5, E4-50, T-Co, UT-Co ve kontrolün oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)

Tablo 4.3. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-25, E6-12, E4-12, E7-25, E7-12, E6-25-1yf, E6-25-5yf, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)

KOD	Dilüsyonlar						%R
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
0. saat	1		20				
	2		19				
	Ort.		19.5				
E6-25	1		83				99.36
	3		73				
	Ort.		78				
E6-12	1		326				
	2			26			97.72
	3			30			
	Ort			28			
E4-12	1			172			
	2			175			85.93
	Ort.			173.5			
E7-25	1				103		
	2				83		24.59
	Ort.				93		
E7-12	1				186		
	2				219		NA
	Ort.				202.5		
E6-25-1y	1				138		
	2				141		NA
	Ort.				139.5		
E6-25-1yf	1				46		
	2				38		65.94
	Ort.				42		
E6-25-5y	1				147		
	2				141		NA
	Ort.				144		
E6-25-5f	1				70		
	2				138		15.67
	Ort.				104		
UT-Co	1				155		
	2				136		NA
	Ort.				145.5		
MO	1				102		
	2				109		
	3				159		
	Ort.				123.33		



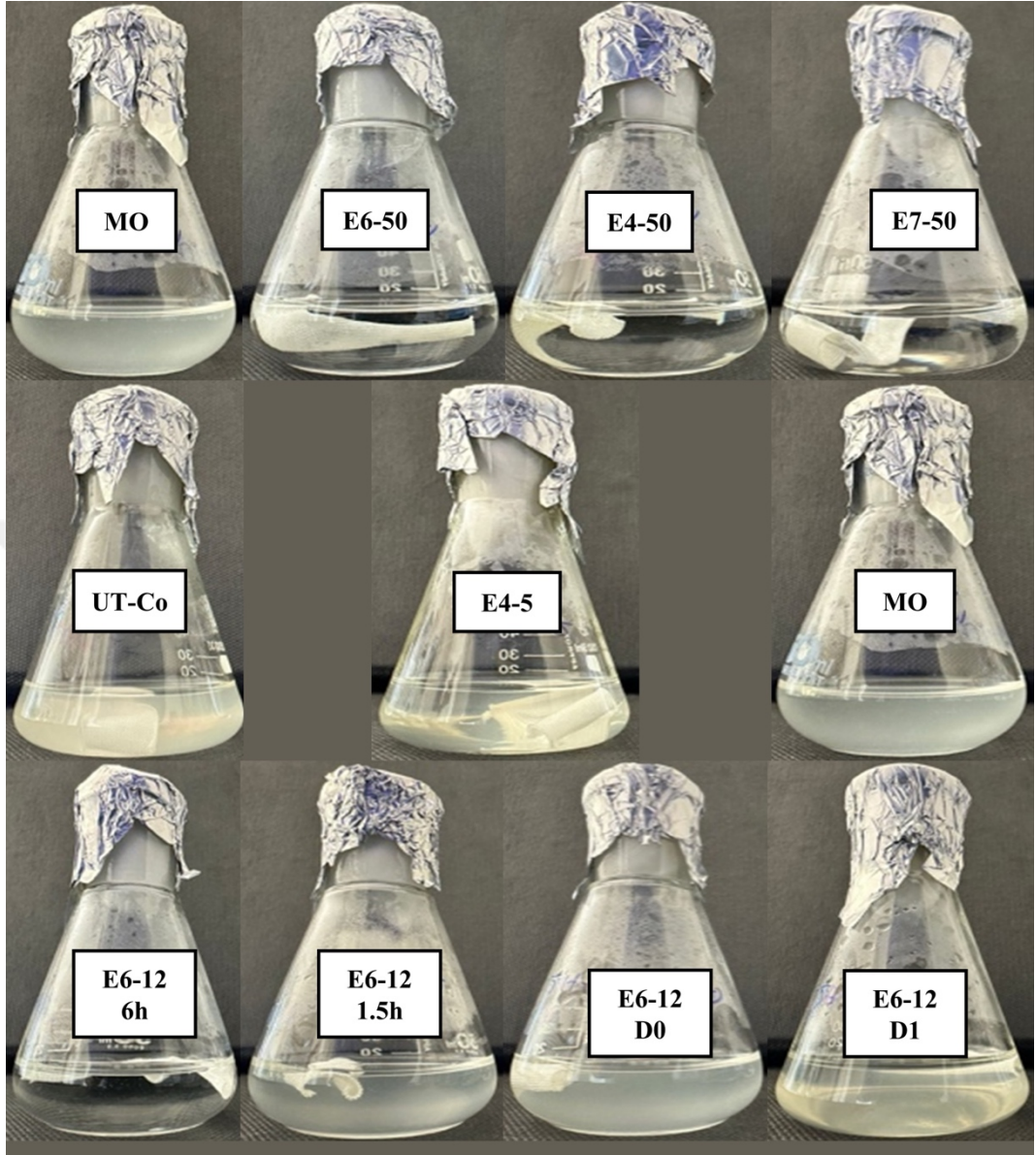
Şekil 4.28. E6-25, E6-12, E7-25, E712, E6-25-1y, E6-25-5y, E6-25-1yf, E6-25-5yf, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenler ve kontrolün inkübasyon sonrası fotoğrafları



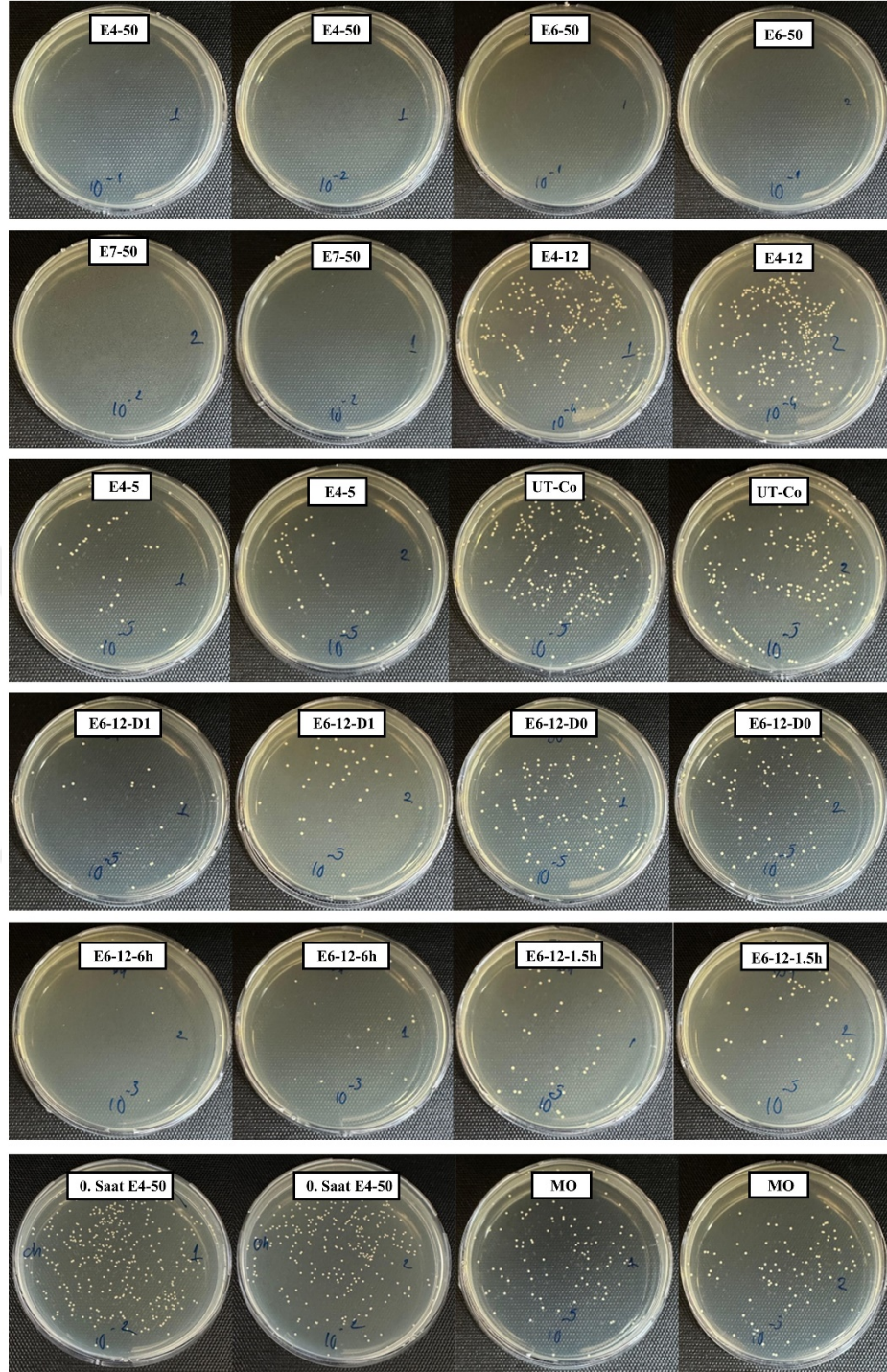
Şekil 4.29. E6-25, E6-12, E7-25, E7-12, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)

Tablo 4.4. 0. Saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E4-50, E4-5, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-1.5h, E6-12-6h, UT-Co ve MO'nun oluşturduğu koloni sayıları (*S.aureus*)

KOD	Dilüsyonlar						%R
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
0. saat E4-50	1	382					
	2	314					
	Ort.	347.5					
0. saat E6-50	1	382					
	2	366					
	O	374					
E4-50 E6-50	Ort.	354.12					
E6-50	1	0	0				>99.99
	2	0	0				BSi
	O						
E4-50	1	0	0				>99.99
	2	0	0				BSi
	Ort.						
E4-5	1				41		
	2				42		59.11
	Ort.				41.5		
E7-50	1	0	0				>99.99
	2	0	0				BSi
	Ort.	0	0				
E6-12-D0	1				78		
	2				99		12.8
	Ort.				88.5		
E6-12-D1	1				21		
	2				38		70.93
	Ort.				29.5		
E6-12-1.5h	1				35		
	2				44		61.08
	Ort.				39.5		
E6-12-6h	1		197				
	2		169				98.19
	Ort.		183				
UT-Co	1				181		
	2				180		NA
	Ort.				180.5		
MO	1				106		
	2				97		
	Ort.				101.5		



Şekil 4.30. E6-50, E6-25, E6-12, E4-50, E4-12, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-6h, E6-12-1.5h, UT-Co kumaşlarının olduğu erlenlerin ve MO'nun inkübasyon sonrası fotoğrafları

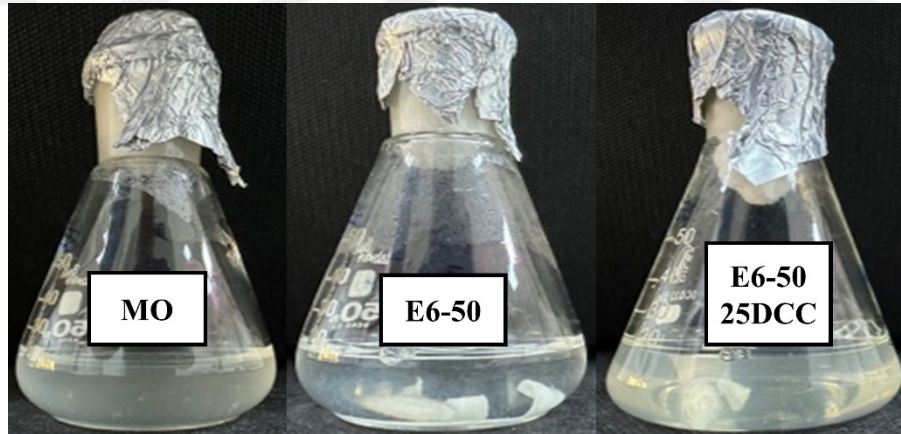


Şekil 4.31. E6-50, E6-25, E6-12, E4-50, E4-12, E7-50, E6-12-D0, E6-12-D1, E6-12-6h, E6-12-1.5h, UT-Co ve MO'dan alınan örneklerin inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler

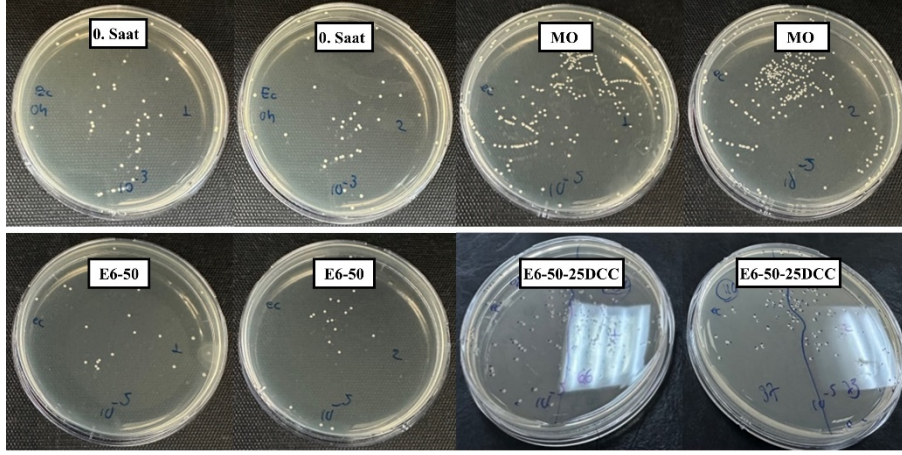
E. coli'ye karşı E6-50 pamuk kumaşının antibakteriyel aktivitesi incelenmiştir. *S. aureus*'a karşı %100'e yakın bakteriyosidal aktivite gösteren kumaş *E. coli*'ye karşı %90'ın üzerinde bakteriyostatik aktivite göstermiştir (Tablo 4.5).

Tablo 4.5. 0. saat ve inkübasyon sonunda E6-50, E6-50-25DCC ve MO'nun oluşturduğu koloniler (*E. coli*)

KOD	Dilüsyonlar						%R
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
0. saat	1		42				
	2		25				
	Ort.		33.5				
E6-50	1				23		
	2				18		91.52
	Ort.				20.5		
E6-50 25DCC	1				134		
	2				110		49.58
	Ort.				122		
MO	1				268		
	2				216		
	Ort.				242		



Şekil 4.32. E6-50, E6-50-25DCC kumaşlarının ve MO'nun olduğu erlenlerin inkübasyon sonrası fotoğrafları



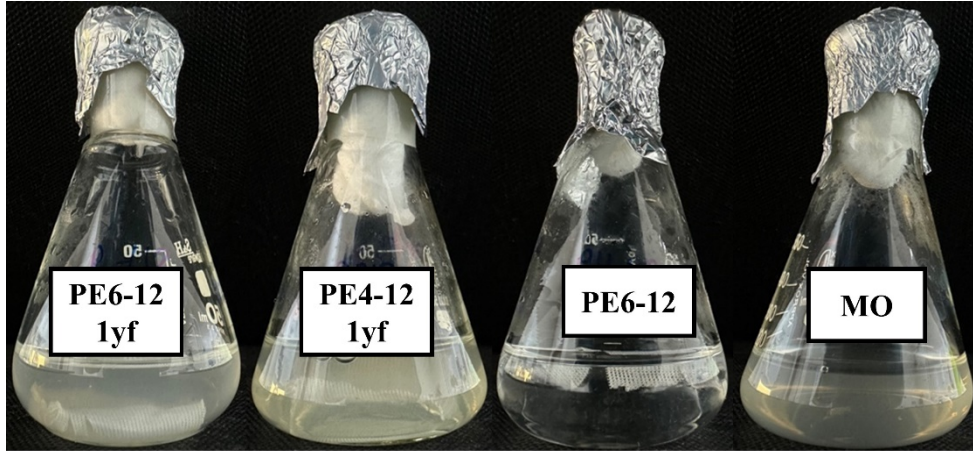
Şekil 4.33. 0. saat ve inkübasyon sonrası E6-50, E6-50-25DCC kumaşlarının ve MO'nun inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (*E. coli*)

Tablo 4.6. İnkübasyon sonunda farklı konsantrasyonlarda E4 bileşiği uygulanmış poliester kumaşların ve kontrolün oluşturduğu koloni sayıları (*S. aureus* ve *E. coli*)

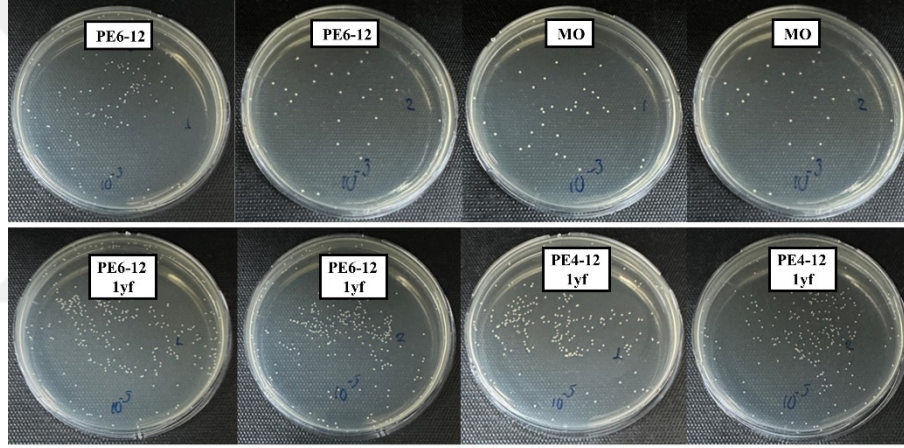
KOD	Dilüsyonlar						%R
		10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	
PE4-12	1	E. coli			43		
	2				54		54.24
	Ort.				48.5		
MO	1				96		
	2				116		
	Ort.				106		
PE4-12	1	S. aureus			104		
	2				78		71.78
	Ort.				91		
MO	1				320		
	2				325		
	Ort.				322.5		
PE4-12-lyf	1	S. aureus			241	36	
	2				264	23	NA
	Ort.						
MO	1				180	17	
	2				167	22	
	3				169		
PE4-5	1	S. aureus			159		
	2				194		23.92
	Ort.				176.5		
PE4-2	1					32	NA
	2					19	
	Ort.						
MO	1				231	23	
	2				233	33	
	Ort.				232		

Tablo 4.7. İnkübasyon sonunda MO'nun ve %12.5 E6 uygulanan poliester kumaşların oluşturduğu koloni sayıları (*S. aureus* ve *E. coli*)

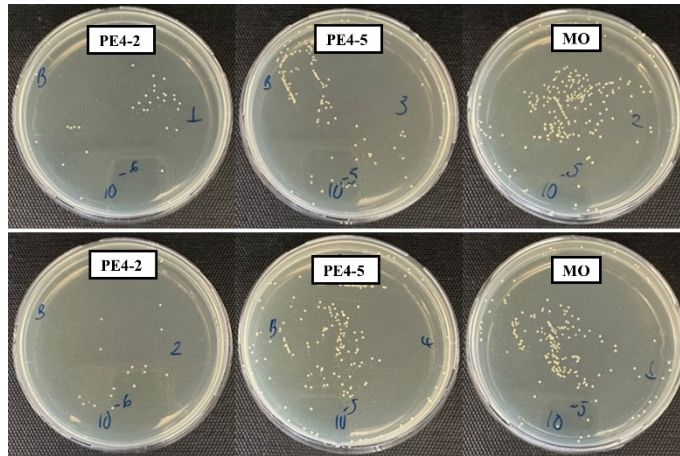
KOD	Dilüsyonlar						%R
	10 ⁻¹	10 ⁻²	10 ⁻³	10 ⁻⁴	10 ⁻⁵	10 ⁻⁶	
PE6-12	1	<i>E. coli</i>			81		
	2				68		
	3				68		56.94
	Ort.				72.33		
	1				185		
MO	2				149		
	3				170		
	Ort.				168		
PE6-12	1	<i>S. aureus</i>		129			
	2			106			99.31
	Ort.			117.5			
PE6-12-lyf	1				324		
	2				319		NA
	Ort.						
MO	1				180		
	2				167		
	3				169		
	Ort.				172		
PE6-12	1	<i>S. aureus</i>		91			
	2			88			97.18
	Ort.			89.5			
Pb	1				270		
	2				304		9.74
	Ort.				287		
MO	1				327		
	2				322		
	3				305		
	Ort.				318		



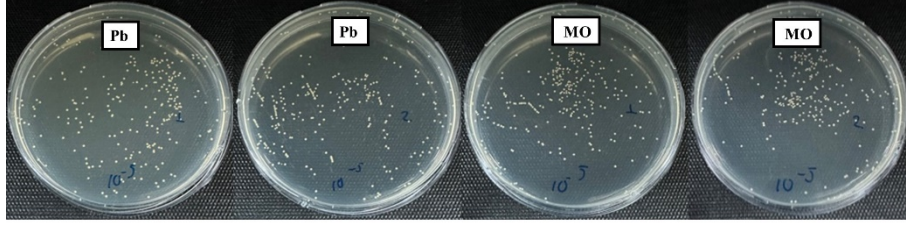
Şekil 4.34. PE6-12 ve 1 yıkamalı PE6-12 ve PE4-12 kumaşlarının olduğu erlenlerin ve kontrolün inkübasyon sonrası fotoğrafları



Şekil 4.35. PE6-12 ve 1 yıkamalı PE6-12 ve PE4-12 kumaşların inkübasyon sonrası oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)



Şekil 4.36. %2 ve %5 konsantrasyonlarda E4 bileşiği uygulanan polyester kumaşların ve kontrolün inkübasyon oluşturduğu koloniler



Şekil 4.37. Poliester kontrol kumaşı Pb'nin ve MO'nun inkübasyon sonrası oluşturduğu oluşturduğu koloniler (*S. aureus*)

E4 bileşiği ile %2-12.5 konsantrasyonlarda işlem gören poliester kumaşlardan %12.5 konsantrasyonda işlem gören PE4-12 kumaşı *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı sırasıyla % 71.78 ve 54.24 bakteriyostatik etki göstermiştir. %2 konsantrasyonda etki görülmezken %5 konsantrasyonda çok sınırlı etki görülmüştür. PE4-12 kumaşının 150 °C'de 3 dakika süre ile fikse sonrası 1 yıkama sonrası aktivite tespit edilmemiştir (Tablo 4.6). **E6** bileşiği ile %12.5 konsantrasyonda yapılan poliester uygulamasında (PE6-12) *S. aureus* ve *E. coli*'ye karşı sırasıyla % 99.31, 56.94 oranlarında bakteriyostatik etkisi görülmüştür. *S. aureus*'a karşı oldukça güçlü antibakteriyel aktivite sergileyen kumaşın fikse ve deterjanlı yıkama sonrası antibakteriyel aktivitesi tespit edilmemiştir (Tablo 4.7).

Yukarıda detaylı verileri olan oksidasyon sonrası tiyosemikarbazon uygulanan pamuk kumaşların antibakteriyel aktiviteleri Tablo 4.8'de özetlenmiştir. %50 konsantrasyonda işlem gören kumaşlarda (**E4**, **E6**, **E7**) %99.99'un üzerinde bakteriyosidal aktivite görülmüştür. %25 konsantrasyonlarda **E7** bileşiğinin çok sınırlı bakteriyostatik aktivite sergilediği görülmektedir. Bununla birlikte **E6** bileşiğinin %100'yakın bakteriyostatik aktivite göstermiştir. %12.5 konsantrasyonda **E7** bileşiği ile işlem gören kumaşın aktivitesi tespit edilmemiştir. **E6** ve **E4** bileşiği ile işlem gören kumaşlar ise sırasıyla %97.46 ve 85.93 bakteriyostatik aktivite sergilemiştir. %5 konsantrasyonda yapılan uygulamalarda ise **E6** bileşiği uygulanan kumaşın %80'e yakın bakteriyostatik aktivite verdiği görülürken **E4** bileşiği ile işlem gören kumaşın aktivitesinin ise oldukça düştüğü görülmüştür. Sonuçlar %50 konsantrasyonda yapılan pamuk kumaş uygulamaları **E4** ve **E7** bileşikleriyle işlem gören kumaşların da güçlü antibakteriyel aktivitesi tespit edilen **E6** bileşiği ile işlem gören kumaşlar gibi %100'e yakın bakteriyosidal aktivite sergilediğini göstermektedir. Ancak daha düşük konsantrasyonlarda yapılan özellikle

%12.5 ve % 5 konsantrasyonlarda E6 bileşiği ile işlem gören pamuk kumaşların diğerlerine göre daha yüksek aktivite sergilediği görülmüştür.

Kumaşlara 40 °C’de 30 dakika süre ile ECE B deterjan ile 4 g/L konsantrasyonda tekrarlı yıkamalar yapılmıştır. Sonuçlar beş yıkama sonunda aktivitenin önemli ölçüde düştüğünü göstermektedir. Bu durum pH 10-11’de yapılan bu yıkamaların oluşan lif yüzeyinde oluştuğu düşünülen amid bağlarının hidrolizine sebep olduğuna işaret etmektedir. Literatürde amit bağları ile antibakteriyel madde bağlanan selüloz malzemelerin yıkama çalışmaları için 2 g/L konsantrasyonda 10 dakika (Alves et al., 2024) veya 9 dakika süre gibi daha düşük konsantrasyon ve sürede yapılan (Wu, Fan, et al., 2024) çalışmalarda aktivitenin daha uzun yıkamalara dayandığı görülmektedir.

Tablo 4.8. E4, E6 ve E7 bileşiği ile işlem görmüş pamuk kumaşların antibakteriyel aktiviteleri

KOD	0. saat konsantrasyonu	İnkübasyon Sonrası Numune konsantrasyonu	İnkübasyon Sonrası Kontrol konsantrasyonu	%R	Etki türü
E6-50	3.54x10 ⁵	<10 ²	1.01x10 ⁸	>99.99	Bakteriyosidal
E6-25	1.95x10 ⁵	7.8x10 ⁵	1.23x10 ⁸	99.36	Bakteriyostatik
E6-12	1.95x10 ⁵	3.13x10 ⁶	1.23x10 ⁸	97.72	Bakteriyostatik
E6-5	5.92x10 ⁵	5.55x10 ⁷	2.3x10 ⁸	75.86	Bakteriyostatik
E4-50	3.54x10 ⁵	<10 ²	1.01x10 ⁸	>99.99	Bakteriyosidal
E4-12	1.95x10 ⁵	1.73x10 ⁷	1.23x10 ⁸	85.93	Bakteriyostatik
E4-5	1.95x10 ⁵	4.15x10 ⁷	1.01x10 ⁸	59.11	Bakteriyostatik
E7-50	3.54x10 ⁵	<10 ²	1.01x10 ⁸	>99.99	Bakteriyosidal
E7-25	1.95x10 ⁵	0.93x10 ⁸	1.23x10 ⁸	24.59	Bakteriyostatik
E7-12.5	1.95x10 ⁵	2.02x10 ⁸	1.23x10 ⁸	-	NA

Yüksek aktivite gösteren E6-12 kumaşı üzerinden süre ve DCC oranı optimizasyon çalışmaları *S. aureus* bakteri suşuna karşı yapılmıştır. Tablo 4.8’de verilen kumaşlar 1/2 oranında TSC/DCC ile 24 saat muamele edilmiştir. DCC’siz uygulama (E6-12-D0) ve 1/1 oranda uygulanan kumaş (E6-12-D1) aktiviteleri incelendiğinde DCC olmadan aktivitenin neredeyse olmadığı ve 1/1 oranda ise oldukça düştüğü görülmektedir. Süre çalışmaları için 1.5 saatlik uygulama (E6-12-1,5h) ve 6 saatlik uygulama (E6-12-6h) yapılarak antibakteriyel aktiviteleri incelenmiştir. 1.5 saatlik uygulamada orta düzeyde

bakteriyostatik aktivite görülse de 24 saatlik uygulamaya göre büyük oranda azaldığı anlaşılmaktadır. Bununla birlikte 6 saatlik uygulamada %98'in üzerinde aktivite tespit edilmiştir. Sonuçlar 1/2 TSC/DCC oranında 6 saat işlem süresi ile optimum sonuçlara ulaşıldığını göstermektedir (Tablo 4.9).

Tablo 4.9. %12.5 E6 konsantrasyonda süre ve TSC/DCC optimizasyonu için yapılan kumaşların antibakteriyel aktivite sonuçları

KOD	0. saat konsantrasyonu	Numune konsantrasyonu	Kontrol konsantrasyonu	%R	Etki türü
E6-12	1.95x10 ⁵	3.13x10 ⁶	1.23x10 ⁸	97.72	Bakteriyostatik
E6-12-D1	3.54x10 ⁵	2.95x10 ⁷	1.01x10 ⁸	70.93	Bakteriyostatik
E6-12-D0	3.54x10 ⁵	8.85x10 ⁷	1.01x10 ⁸	12.8	Bakteriyostatik
E6-12-6h	3.54x10 ⁵	1.83x10 ⁶	1.01x10 ⁸	98.19	Bakteriyostatik
E6-12-1.5h	3.54x10 ⁵	3.95x10 ⁸	1.01x10 ⁸	70.93	Bakteriyostatik

4.4. Kumaşların Karakterizasyonu

Kumaşlar FTIR, SEM ve EDX analizleri ile karakterize edildi. Analizler sonucunda TSC bileşiklerinin kumaşlar üzerindeki varlığı doğrulandı.

4.4.1. FTIR analizi

Tiyosemikarbazonların FTIR spektrumlarında aromatik C-H, C=N, N-N ve C=S bağları ile ilişkili pikler görülmektedir. Literatürde yer alan bazı tiyosemikarbazonların FTIR spektrumlarına ait pikler Tablo 4.10'da verilmiştir.

Tablo 4.10. Tiyosemikarbazonların yapısında bulunan önemli grupların FTIR değerleri

Yapıdaki Gruplar	Dalga Boyu (cm ⁻¹)	Kaynaklar
N-H gerilmeleri	3340-3149 3468-3226	(Yildirim ve ark., 2014b) (Khan ve ve Yusuf, 2009)
Aromatik ve alifatik	3190-2910	(Zhu ve ark., 2021)
C-H gerilmeleri	3070-2828	(Alam ve ark., 2023b)
C=N gerilmesi	1600-1442 1600-1550 1603-1521 1584-1542 1552-1528 1510-1506	(Zhu ve ark., 2021) (Cebotari ve ark., 2023) (Piri ve ark., 2019) (Yildirim ve ark., 2014b) (Khan ve ve Yusuf, 2009) (Alam ve ark., 2023b)
C=C gerilmesi	1600-1442 1602-1598 1522-1478	(Zhu ve ark., 2021) (Alam ve ark., 2023b) (Khan ve ve Yusuf, 2009)
N-N gerilmesi	1078-1066	(Yildirim ve ark., 2014b)
C-N gerilmesi	1148-1146 1287, 1124	(Khan ve ve Yusuf, 2009) (Zhu ve ark., 2021)
C=S gerilmesi	1000-800 832-767 820-783 806-803	(Cebotari ve ark., 2023) (Piri ve ark., 2019) (Yildirim ve ark., 2014b) (Alam ve ark., 2023b)

Tiyosemikarbazonların -NH₂ grupları ile yükseltgenmiş selülozun -COONa grubu arasında DCC reaktifi varlığında amit bağı olduğu düşünülmektedir. TSC uygulanmış kumaşların FTIR analizinde amit oluşumu sonrası görülmesi beklenen amit I (C=O gerilmesi), amit II (N-H eğilmesi) ve amit III (C-N gerilmesi) bağlarına ait pikler görülmesi beklenmektedir. Literatürde FTIR analizlerinde amit bağlarının verdiği pikler Tablo 4.11’de verilmiştir.

Tablo 4.11. FTIR spektrumlarında amit bağları için gözlenen pikler

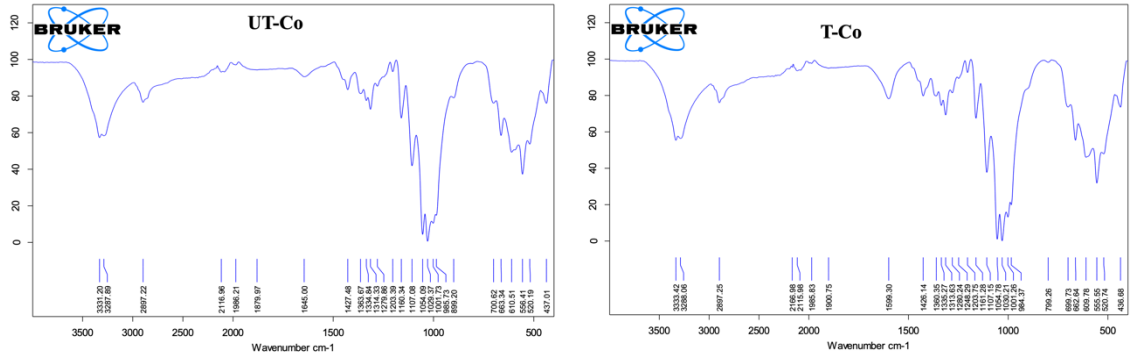
Gruplar	Dalga Boyu (cm ⁻¹)	Kaynaklar
Amit I (C=O gerilmesi)	1659-1641 1630 1623-1695 1620-1642 1560	(J. Zhang ve ark., 2023) (Chan-Chan ve ark., 2017) (Man ve ark., 2023) (Kulabaş ve ark., 2023) (Chen ve ark., 2024)
Amit II (N-H eğilmesi)	1554-1521 1550	(J. Zhang ve ark., 2023) (Chan-Chan ve ark., 2017)
Amit III (C-N gerilmesi)	1250 1215	(Chan-Chan ve ark., 2017) (Chen ve ark., 2024)

İşlem görmemiş pamuk kumaşın ve TEMPO oksidasyonu sonrası pamuk kumaşın FTIR spektrumu Şekil 4.38’de verilmiştir. Spektrum incelendiğinde işlem görmemiş pamukta

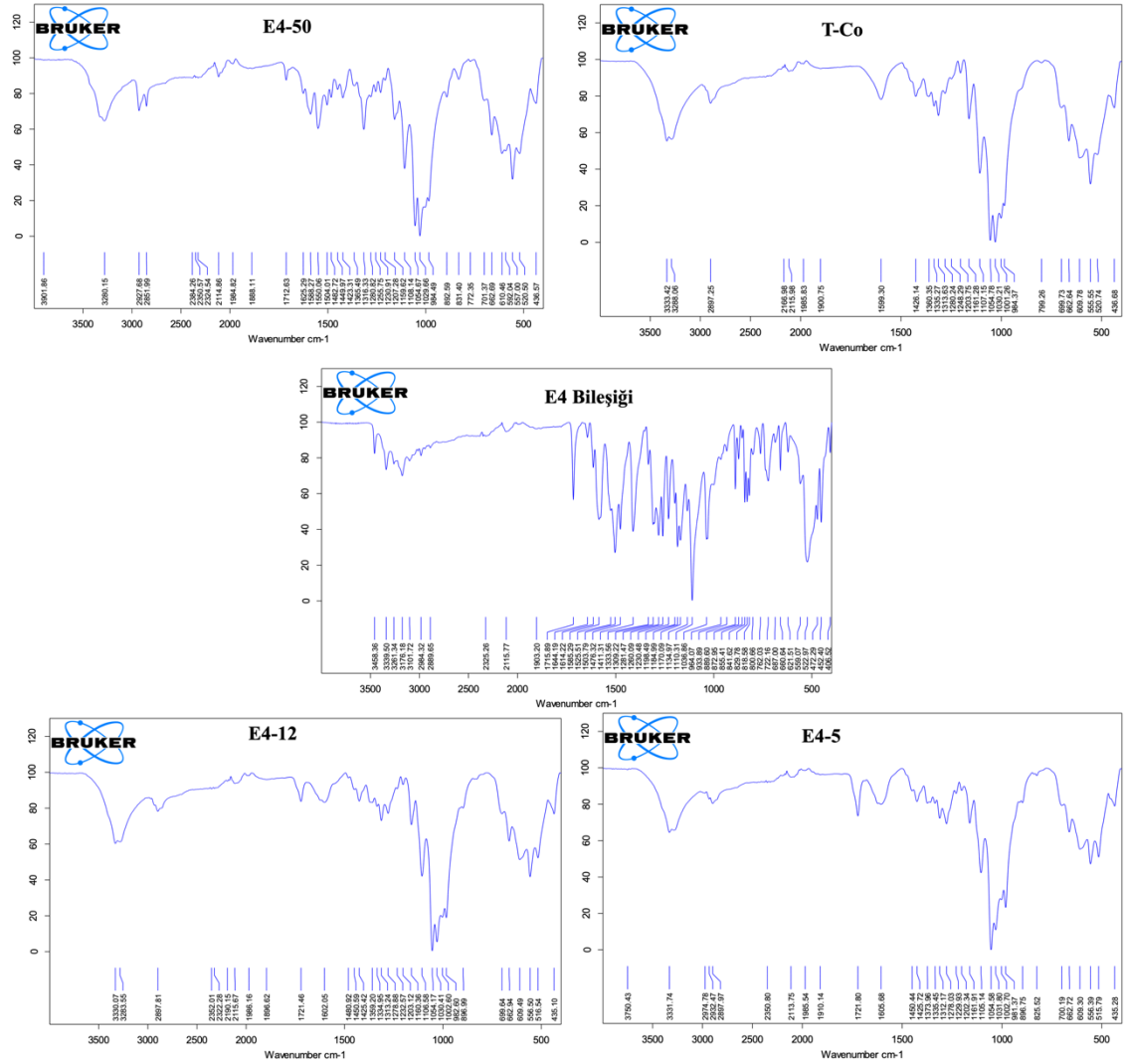
1645 cm^{-1} dalga boyunda yer alan O-H eğilmesinden kaynaklanan pikin kaybolduğu ve 1599 cm^{-1} dalga boyunda yeni bir pik oluştuğu gözlenmiştir. Bu bölgede oluşan pik oksidasyonun gerçekleştiğini doğrulamaktadır ve literatür ile uyumludur (Fitz-Binder ve ve Bechtold, 2014).

E4, E6, E7 TSC türevleri ve bu bileşiklerin uygulandığı pamuk kumaşların FTIR spektrumları Şekil 4.39-41’de verilmiştir. Spektrumlar %50 lik konsntrasyonda işlem gören E4-50, E6-50 ve E7-50 kumaşlarında daha fazla sayıda ve daha güçlü pikler oluştuğunu göstermektedir. Bu kumaşlarda oksidasyon sonrası 1599 cm^{-1} dalga boyunda oluşan pikin kaybolduğu ve yerine amit I bağından (C=O gerilimi) kaynaklandığı düşünülen sırasıyla 1625, 1624 ve 1626 cm^{-1} dalga boylarında yeni pikler oluştuğu gözlenmektedir. Aynı sıra ile oluşan 1588, 1589 ve 1598 cm^{-1} ’de oluşan piklerin amit II bağından (N-H eğilmesi) kaynaklandığı düşünülmektedir. Amit III bağından (C-N gerilmesi) kaynaklandığı düşünülen pikler ise aynı sıra ile 1230, 1228 ve 1232 cm^{-1} dalga boyunda görülmektedir. Bu sonuçlar ile TSC türevlerinin %50’lik konsantrasyonda tempo oksidasyonu yapılmış pamuk kumaşlara amit bağları ile bağlandığını düşünmekteyiz.

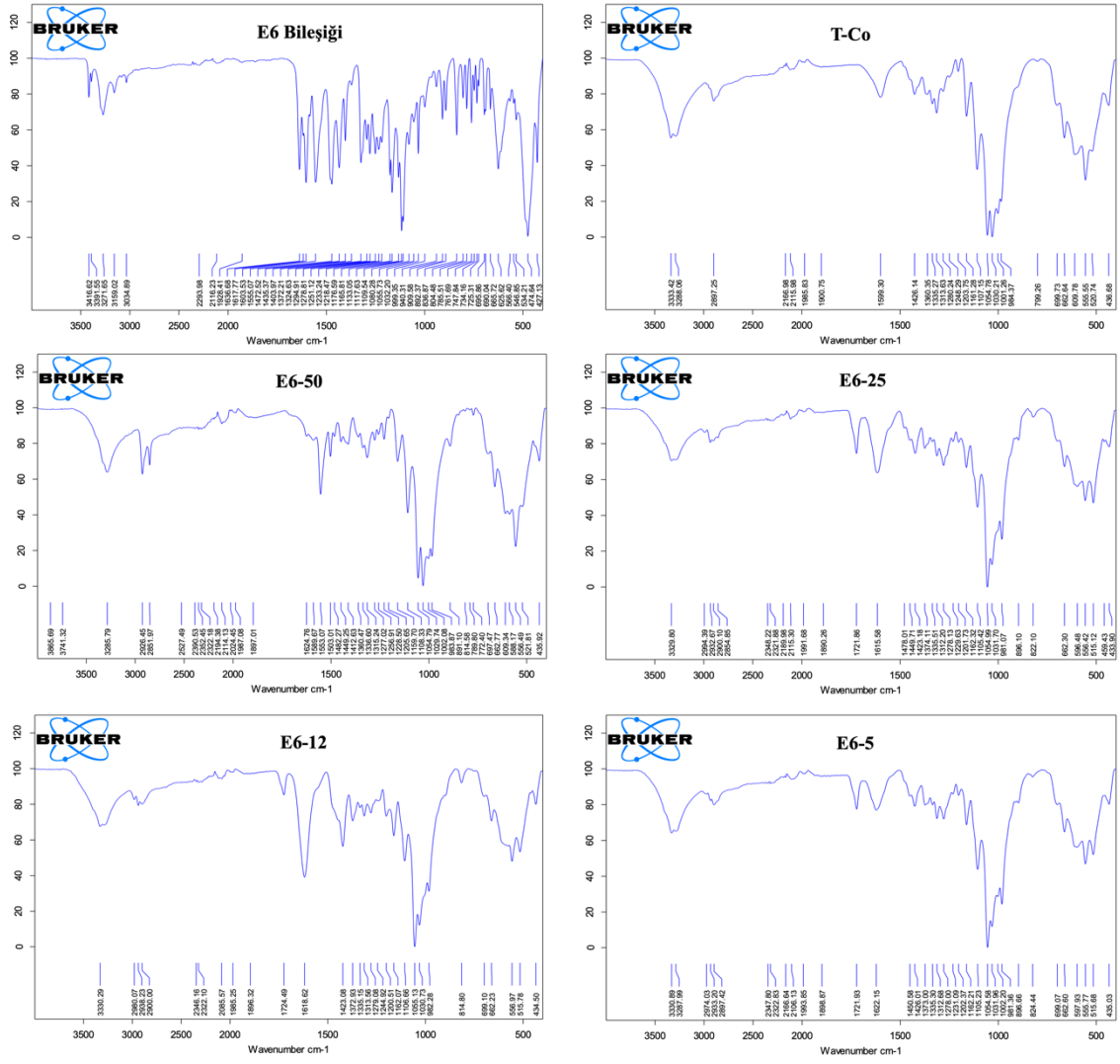
E6 bileşiğinin %25, 12.5 ve 5’lik konsantrasyon uygulamalarında tüm karboksilat gruplarına bileşiklerin bağlanmadığı, bağ yapmayan karboksil gruplarının MeOH’dan proton alarak karboksil grubuna dönüştüğü ve 1720 cm^{-1} civarında pik oluşturduğu düşünülmektedir. E4-50, E6-50 ve E7-50 spektrumlarında N-H gerilme titreşiminden dolayı yaklaşık 3500-3000 cm^{-1} dalga boyunda oluşması beklenen pikler aynı aralıkta selülozun O-H gerilmesinden kaynaklanan geniş bandın altında kalmıştır. Yapıdan kaynaklanan alifatik ve aromatik C-H gerilim titreşimleri 3000-2850 cm^{-1} , C=N ve C=C gerilimlerinden kaynaklanan titreşimler 1600-1450 cm^{-1} ve C=S geriliminden kaynaklanan titreşimler 1000-772 cm^{-1} dalga boyu aralığında gözlenmiştir.



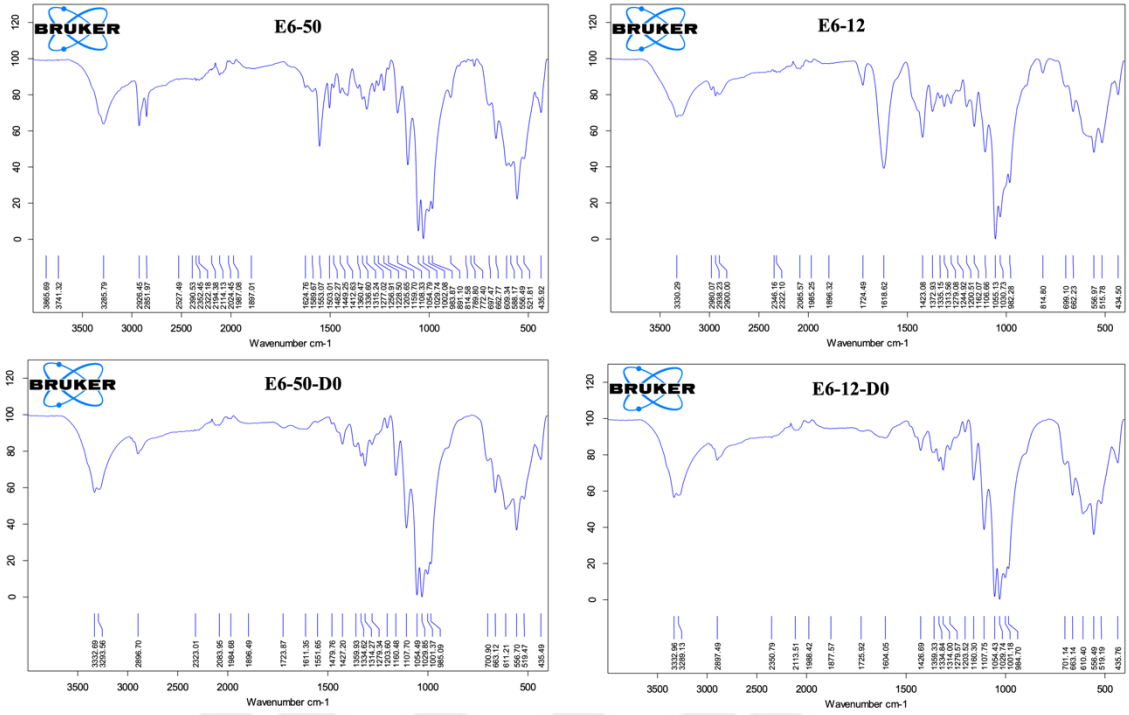
Şekil 4.38. UT-Co ve T-Co FTIR spektrumları



Şekil 4.39. E4 bileşiği ile işlem görmüş kumaşların FTIR spektrumu

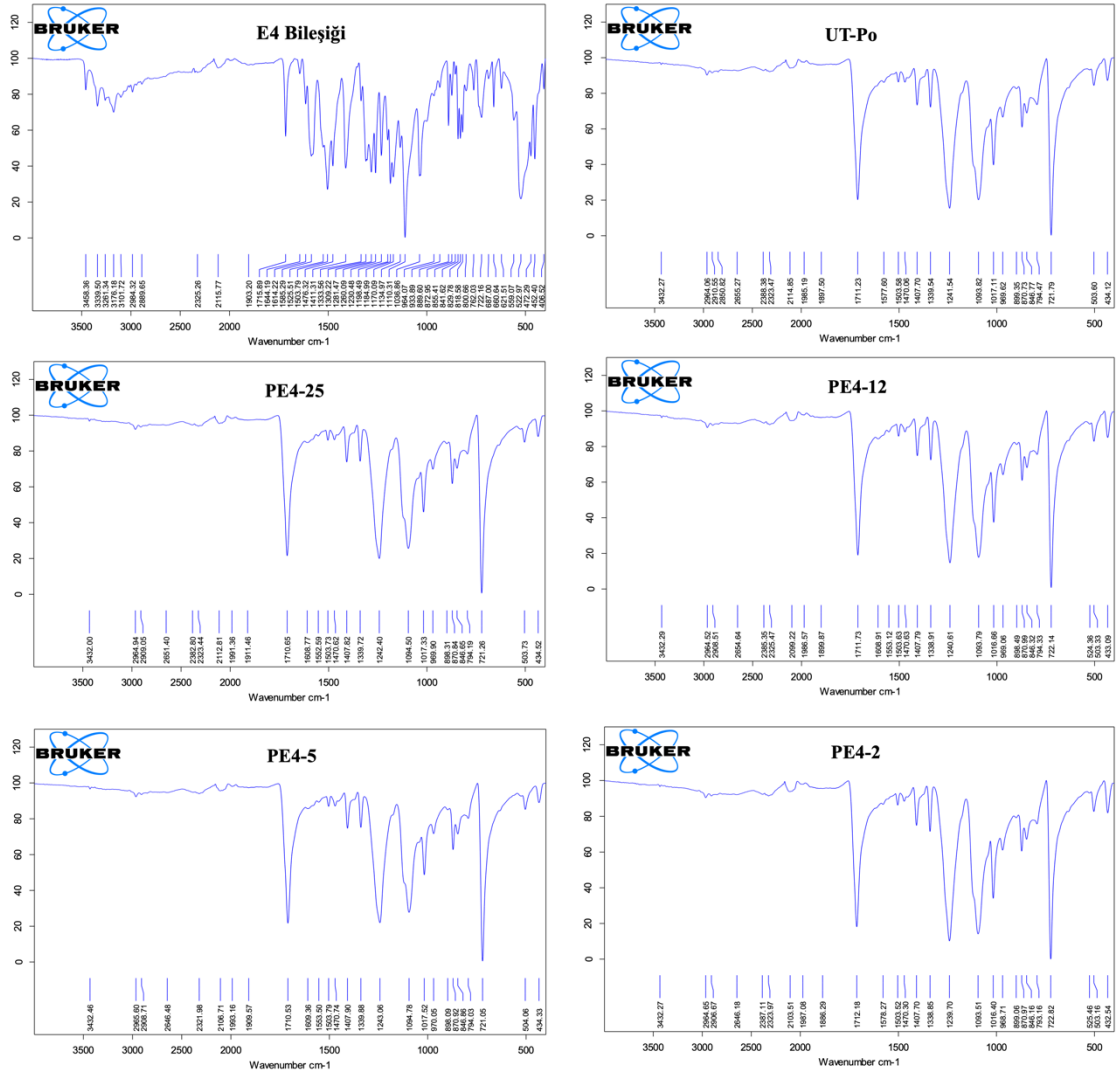


Şekil 4.40. E6 bileşiği ile işlem görmüş kumaşların FTIR spektrumu



Şekil 4.42. %12,5 ve %50 konsantrasyon E6 bileşiği ile DCC'nin olduğu (E6-12, E6-50) ve olmadığı ortamlarda uygulama yapılan kumaşların FTIR spektrumları (E6-12-D0, E6-50-D0)

%2-25 konsantrasyonlarda E4 bileşiği uygulanan poliester kumaşların ve işlem görmemiş poliester kumaşın FTIR spektrumları Şekil 4.43'de verilmiştir. PE4-25, PE4-12 ve PE4-5 spektrumunda bileşik yapısındaki C=N ve C=C gerilimlerinden kaynaklandığı düşünülen 1605 ve 1550 cm⁻¹ civarında zayıf pikler gözlenmiştir.

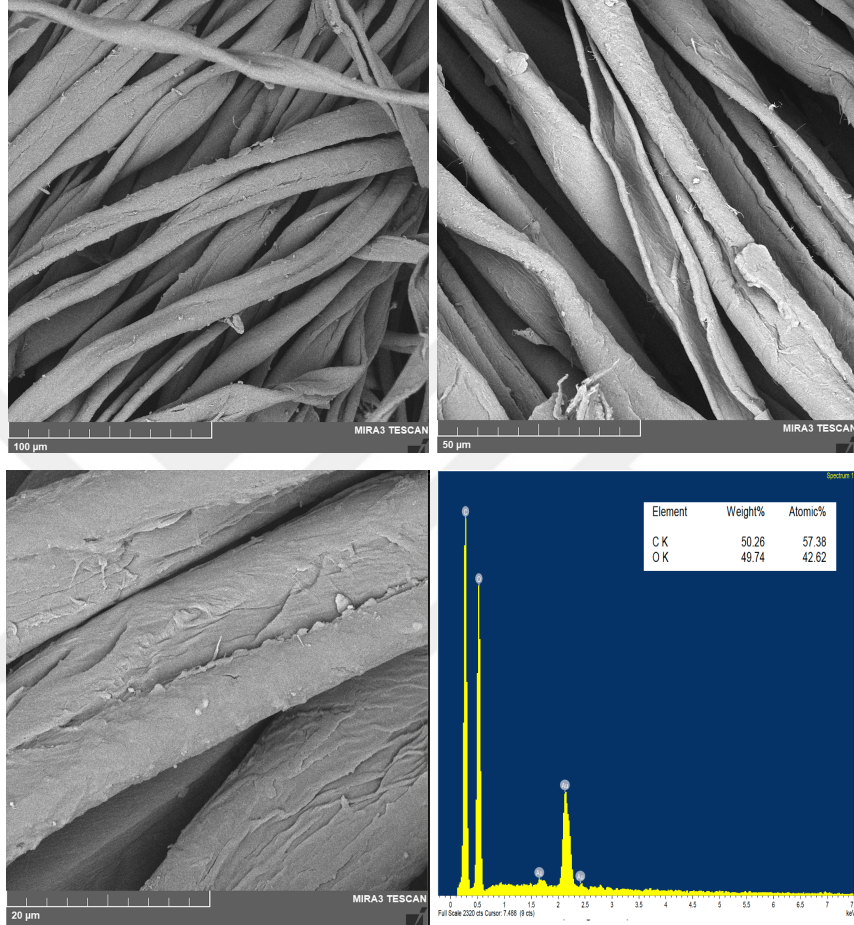


Şekil 4.43. E4 bileşiği, UT-Po, PE4-25, PE4-12, PE4-5 ve PE4-2 kumaşlarının FTIR spektrumları

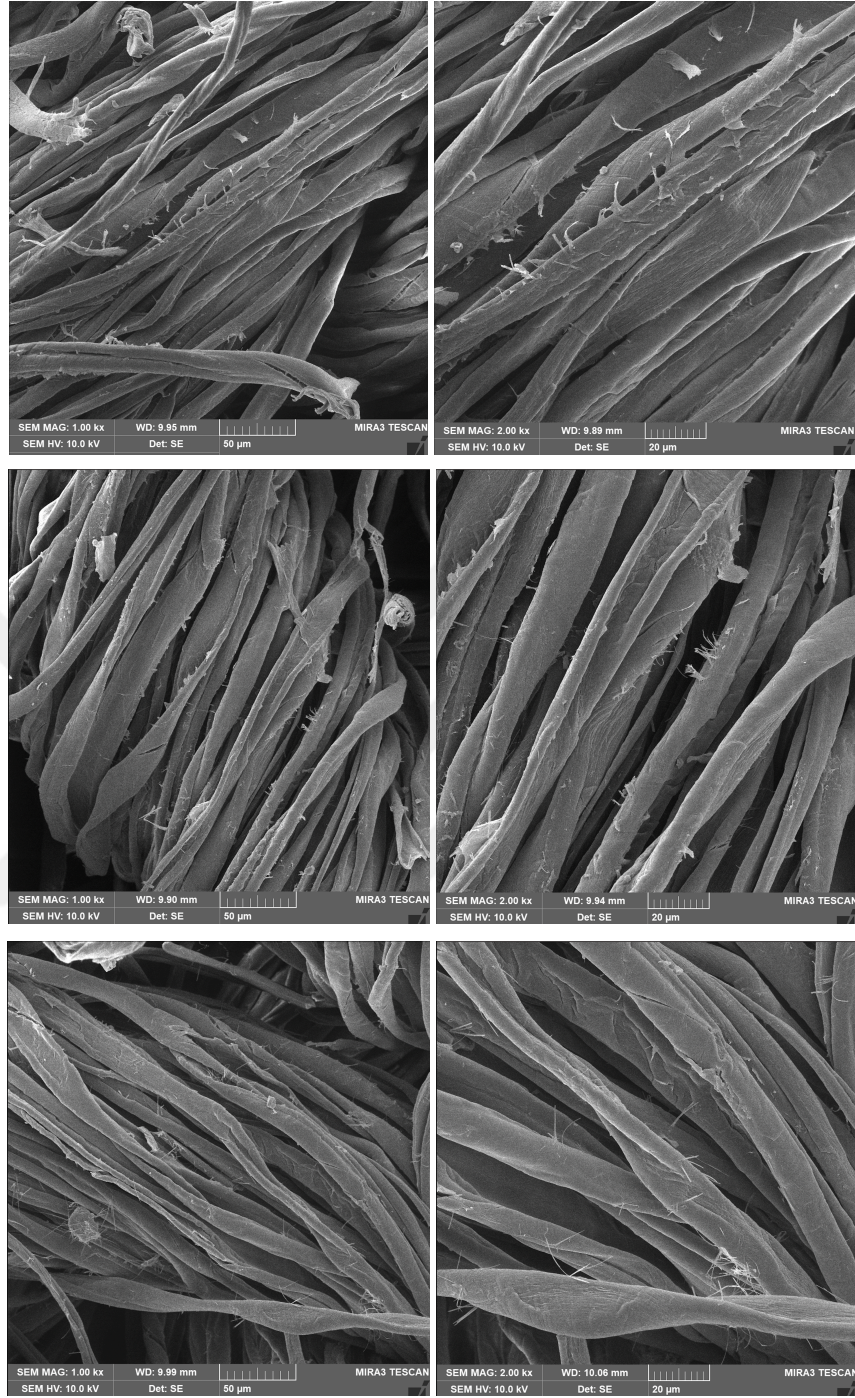
4.4.2. SEM ve EDX analizi

İşlem görmemiş kumaşın SEM görüntüleri ve EDX analizi Şekil 4.44’te verilmiştir. Devamında oksidasyon işlemi yapılmış kumaş (T-Co) ve oksidasyon sonrası farklı oranlarda sadece DCC ile işlem gören kumaşlara ait SEM görüntüleri Şekil 4.45’de verilmiştir. Bu görüntüler incelendiğinde tempo oksidasyonu ile lif yüzeylerinde fibrilleşmelerin olduğu görülmektedir. Bu durum Yiang ve ark. (2024) çalışmasında belirtildiği gibi tempo oksidasyonu sonrasında beklenmektedir. Oksidasyon sonrasında yapılan DCC uygulamasında lif morfolojisinde önemli bir değişiklik görülmemektedir.

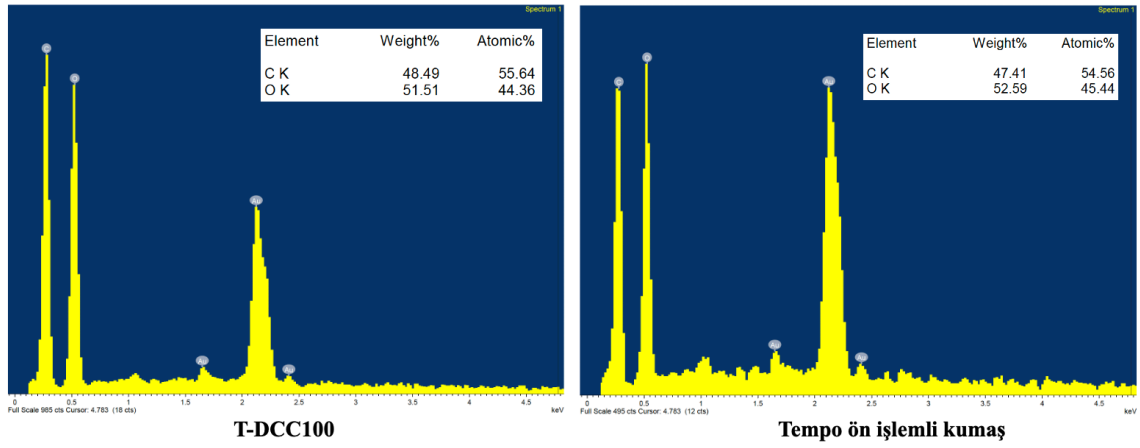
Şekil 4.46’da tempo oksidasyonu ve sonrasında DCC uygulanmış kumaşların EDX analizleri verilmiştir. EDX analizi C ve O dışında başka bir elementin lif yüzeyinde olmadığını göstermektedir.



Şekil 4.44. İşlem görmemiş pamuk kumaş SEM ve EDX analizi

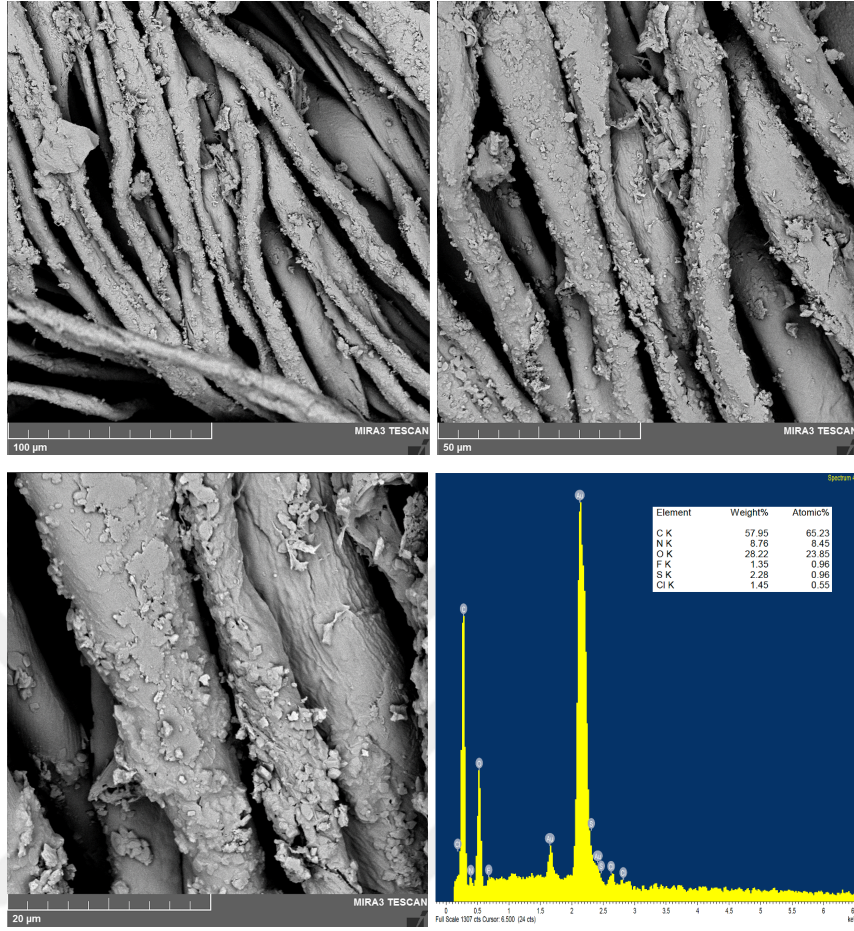


Şekil 4.45. Tempo ön işlemlili ve sonrasında DCC uygulanan kumaşların SEM görüntüleri (Üst T-Co, orta %50 DCC, alt %25 DCC)



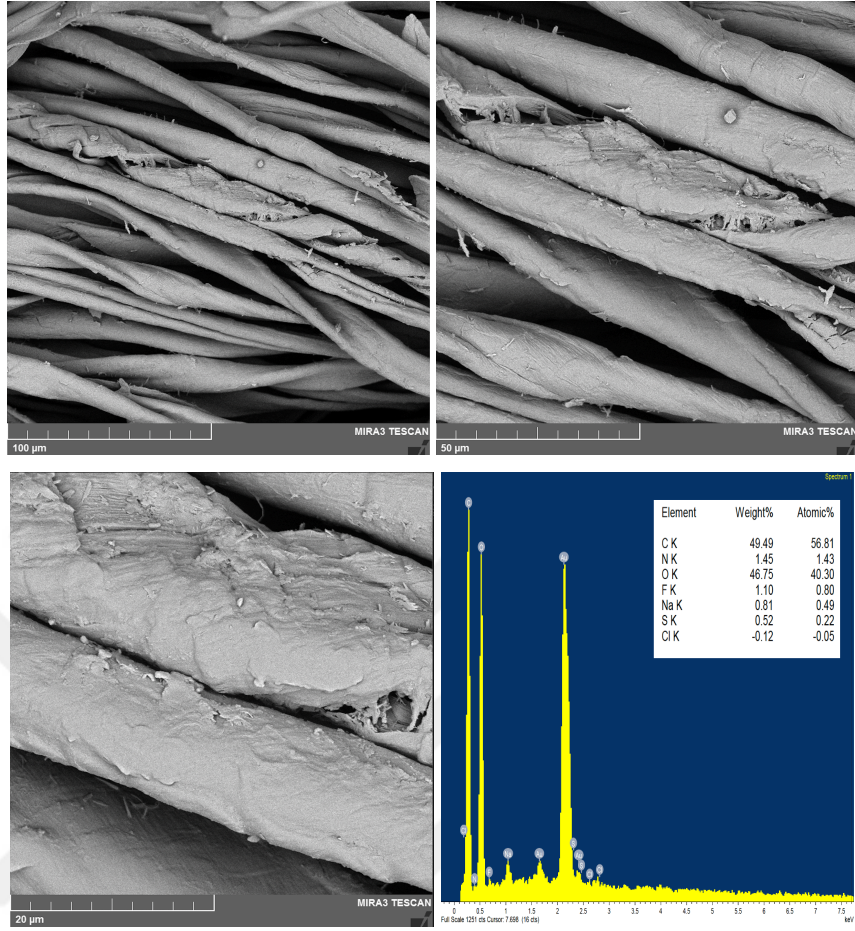
Şekil 4.46. Tempo ön işlemlili DCC uygulama yapılan kumaş T-DCC100 ve Tempo ön işlemlili kumaş EDX analizi

Şekil 4.47 kumaş ağırlığına göre %50 E6 bileşiği uygulanmış pamuk kumaşın SEM ve EDX analizini vermektedir. Görüntüler lif yüzeylerinin yoğun bir şekilde TSC ile kaplandığını göstermektedir. EDX analizi ile kumaş yüzeyinde uygulama yapılan bileşikte olan N, S, Cl ve F atomlarının sırasıyla % 8.45, 0.96, 0.96 ve 0.55 oranlarında tespit edilmiştir.

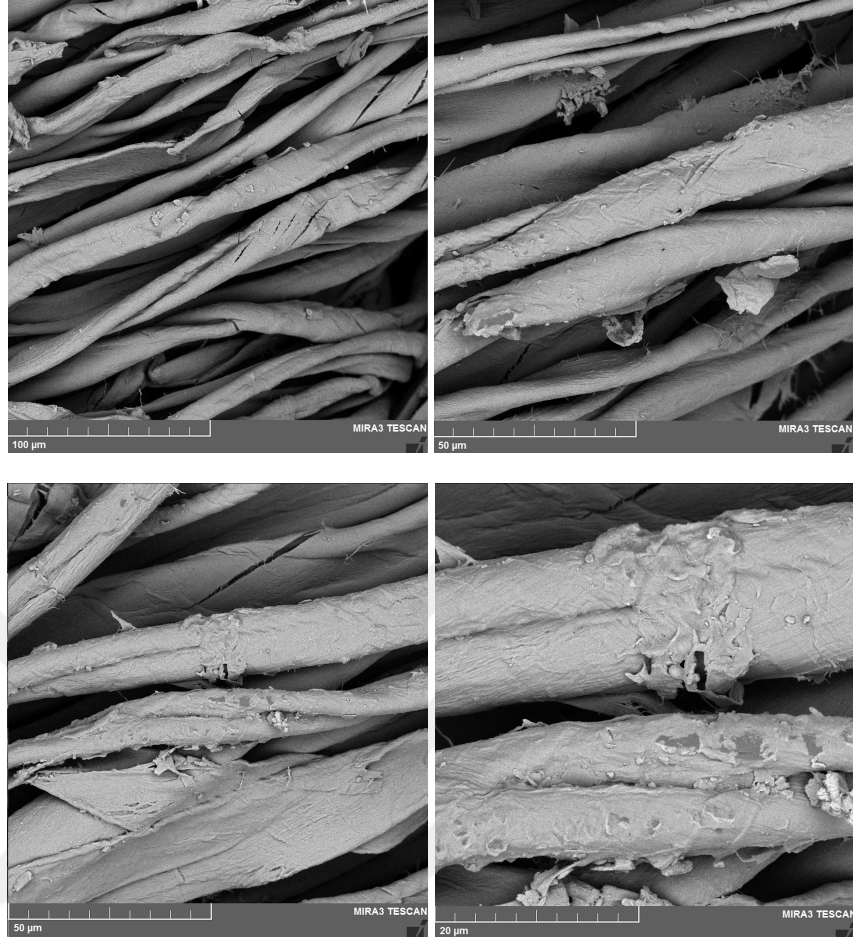


Şekil 4.47. E6-50 kumaşına ait SEM ve EDX analizi

Kumaş ağırlığınca sırasıyla %25 ve %12.5 E6 bileşiği uygulanan E6-25 ve E6-12 kumaşlarının SEM görüntüleri Şekil 4.48 ve 4.49’da verilmiştir. Görüntülerde E6-50 ile kıyaslandığında düşük konsantrasyonlarda çok daha ince ve homojen bir kaplamanın elde edildiği görülmektedir. EDX analizleri bileşikle ilişkili N, S, F ve Cl elementlerinin genel olarak kumaş yüzeyinde olduğunu doğrulamıştır. E6-25 kumaşında sırasıyla %1.43, 0.22 ve 0.80 oranında N, S ve F bulunmaktadır. -Cl TSC yapısında çok düşük yüzdeye sahip olduğu için EDX analizinde tespit edilememiştir.

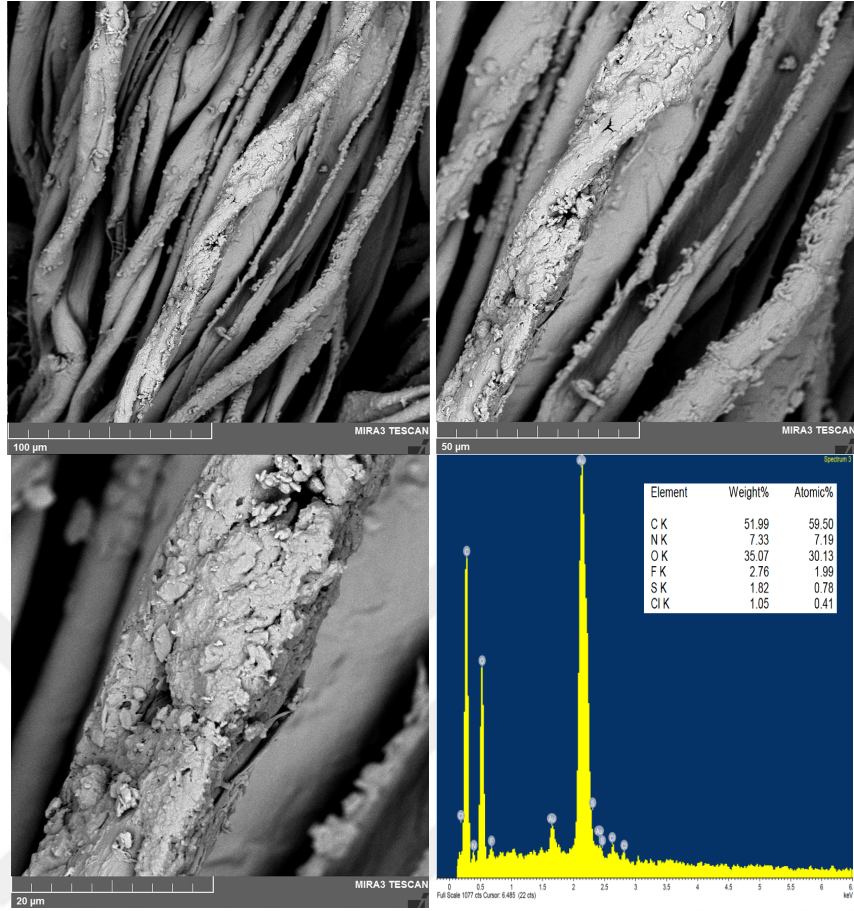


Şekil 4.48. E6-25 kumaşının SEM ve EDX analizi



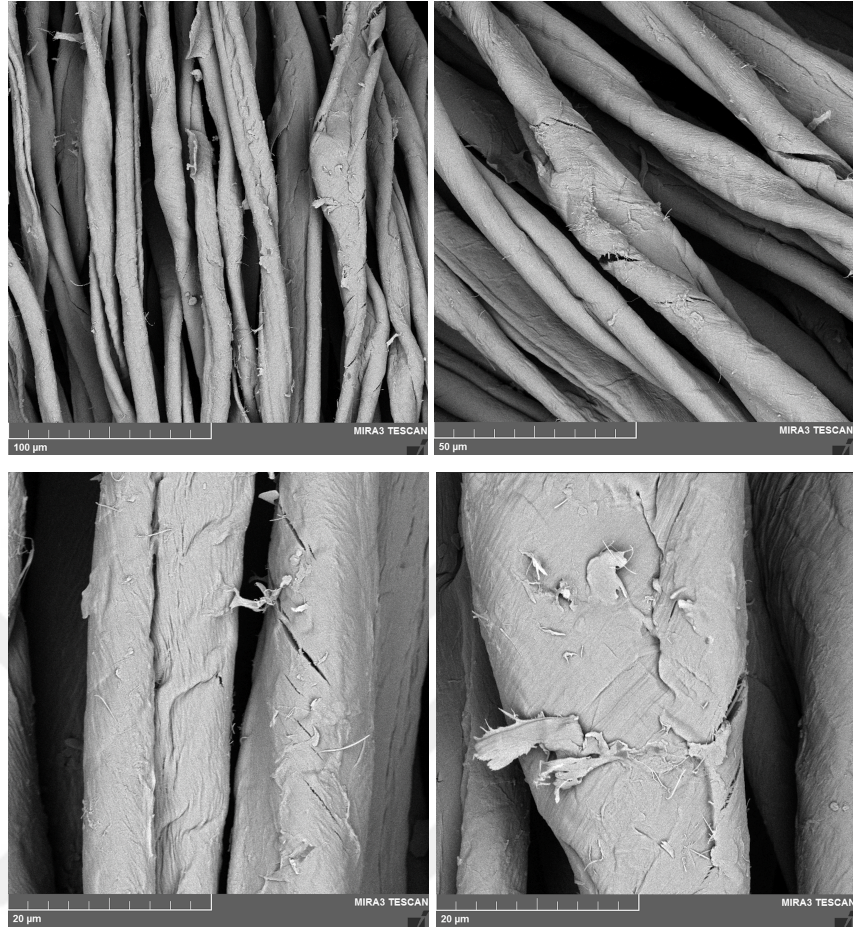
Şekil 4.49. E6-12 kumaşının SEM analizi

Şekil 4.50 kumaş ağırlığınca %50 E4 bileşiği uygulanmış pamuk kumaşın SEM ve EDX analizini vermektedir. SEM analizi liflerin yüzeyinde yoğun bir kaplama olduğunu göstermektedir. EDX analizi ile bileşikle ilişkili N, S, F ve Cl elementlerinin sırasıyla % 7.19, 0.78, 1.99, 0.41 oranlarında lif yüzeyinde olduğu tespit edilmiştir.



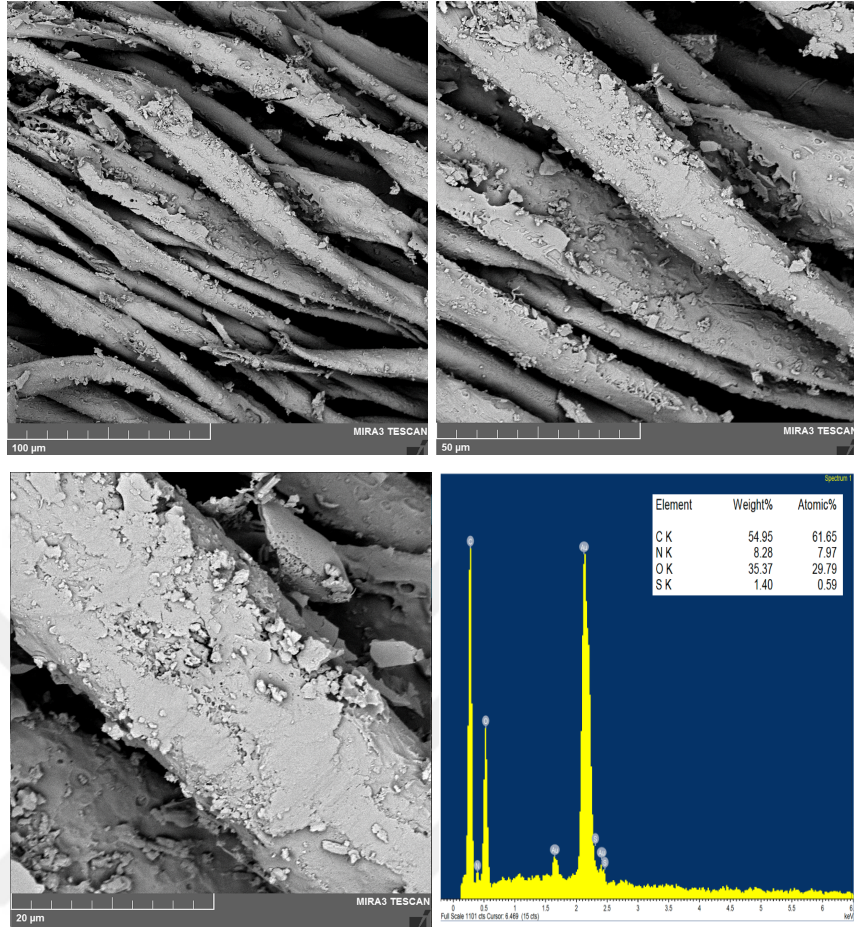
Şekil 4.50. E4-50 kumaşının SEM ve EDX analizi

Şekil 4.51’de %12.5 E4 bileşiği uygulanan pamuk kumaşın SEM görüntüleri verilmiştir. %50’lik konsantrasyonda uygulama yapılan kumaşla karşılaştırıldığında lif yüzeylerinde belirgin bir kaplama görülmemektedir. Bunun yerine daha ince bir kaplama olduğu söylenebilir.



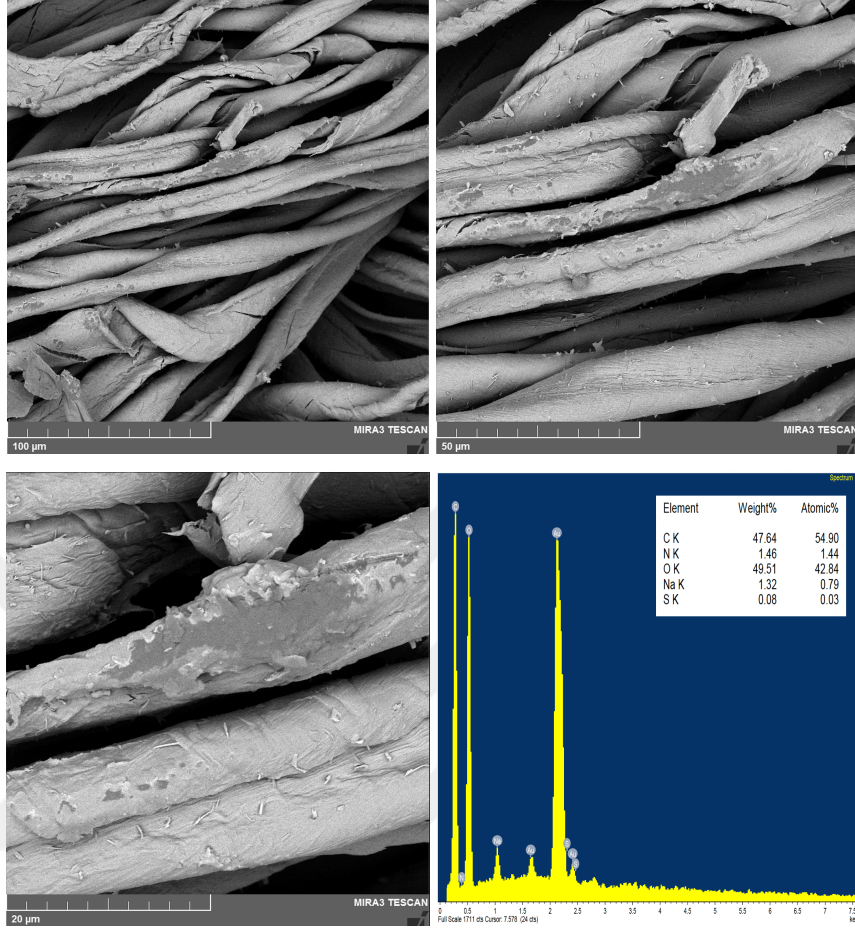
Şekil 4.51. E4-12 kumaşının SEM analizi

E7-50 kodlu %50 konsantrasyonda E7 uygulanan kumaşın SEM ve EDX analizi Şekil 4.52’de verilmiştir. Aynı konsantrasyonda uygulanan E6-50 ve E4-50 kumaşlarının sem görüntüleri ile benzer bir şekilde lif yüzeylerinin kalın bir tabaka ile kaplandığı görülmektedir. E7 bileşiği E4 ve E6 bileşiklerinde bulunan $-CF_3$ ve $-Cl$ gruplarını içermemektedir. Tiyosemikarbazon türevlerinin genel iskeletinde yer alan N ve S elementleri yüzeyin elementel analizinde sırasıyla %7.97 ve %0.59 oranlarında yer almaktadır.

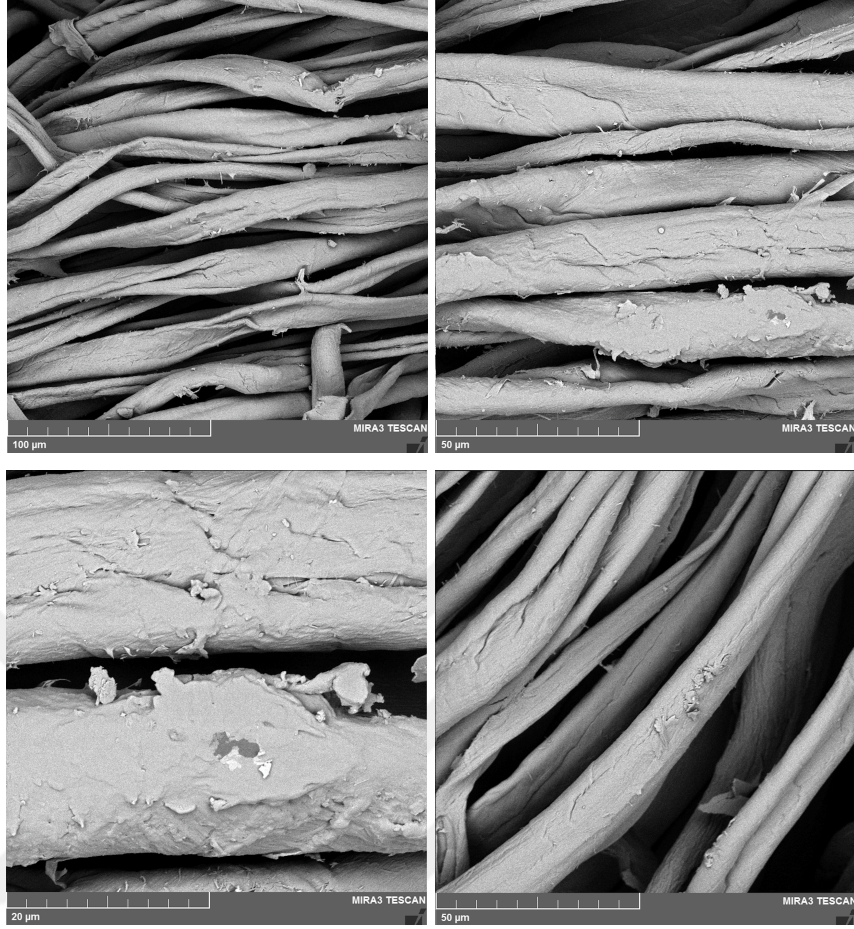


Şekil 4.52. E7-50 kumaşının SEM ve EDX analizi

%25 ve %12.5 konsantrasyonda E7 bileşiği ile yapılan kumaş uygulamalarında diğer bileşiklerin uygulamalarında olduğu gibi liflerin daha ince bir katman halinde kaplandığı görülmektedir (Şekil 4.53-54). Şekil 4.53’de liflerin kaplanmayan bir kısmı görülmektedir. Bu kısım liflerin kalanı ile karşılaştırıldığında bahsedilen ince kaplama daha net ayırt edilmektedir. Burada görülen kaplanmamış kısım E6-12 kumaşında da çok küçük bir kısımda görülmektedir. Kumaş uygulamalarında düşük flotte oranı ile çalışmak istendiği için kumaşların uygulamada nadir de olsa bazı kısımlarının flotteye daha az temas etmiş olabileceği düşünülmektedir. Görüntülerde yer alan kaplanmamış küçük kısımların bu durumdan kaynaklanmış olabileceği tahmin edilmektedir. E7-25 kumaşının EDX analizinde %1.44 N elementi olduğu görülmektedir. Kükürt oranının ise %0.03 gibi çok düşük bir düzeye gerilediği görülmektedir. Bununla birlikte analizde %0.79 Na olduğu görülmektedir. Bunun pamuk kumaşa yapılan oksidasyon işleminden kaynaklanmış olacağı düşünülmektedir.

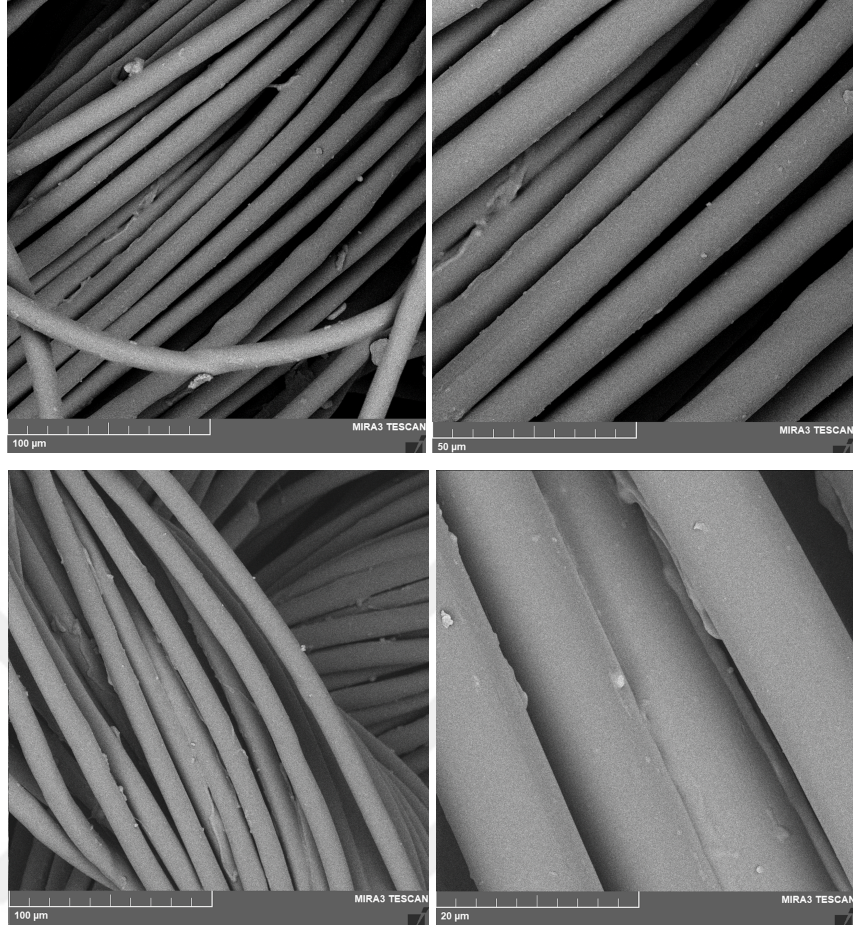


Şekil 4.53. E7-25 kumaşının SEM ve EDX analizi



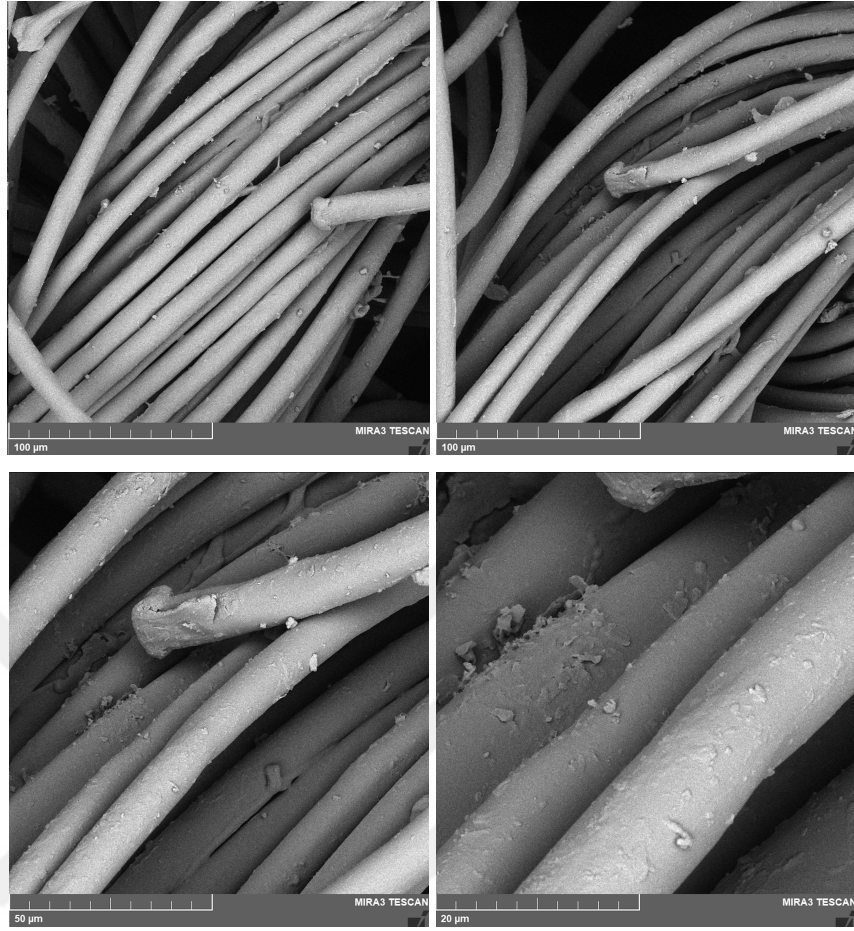
Şekil 4.54. E7-12 kumaşının SEM analizi

İşlem görmemiş poliester kumaşın görüntüleri Şekil 4.55’de verilmiştir. Bununla birlikte TSC olmadan sadece DMSO/EtOH çözeltisinde işlem gören poliester kumaşın (Pb) SEM görüntüleri de aynı şekil içerisinde görülmektedir. Bu kontrol kumaşında önemli bir morfolojik değişiklik görülmemiştir.



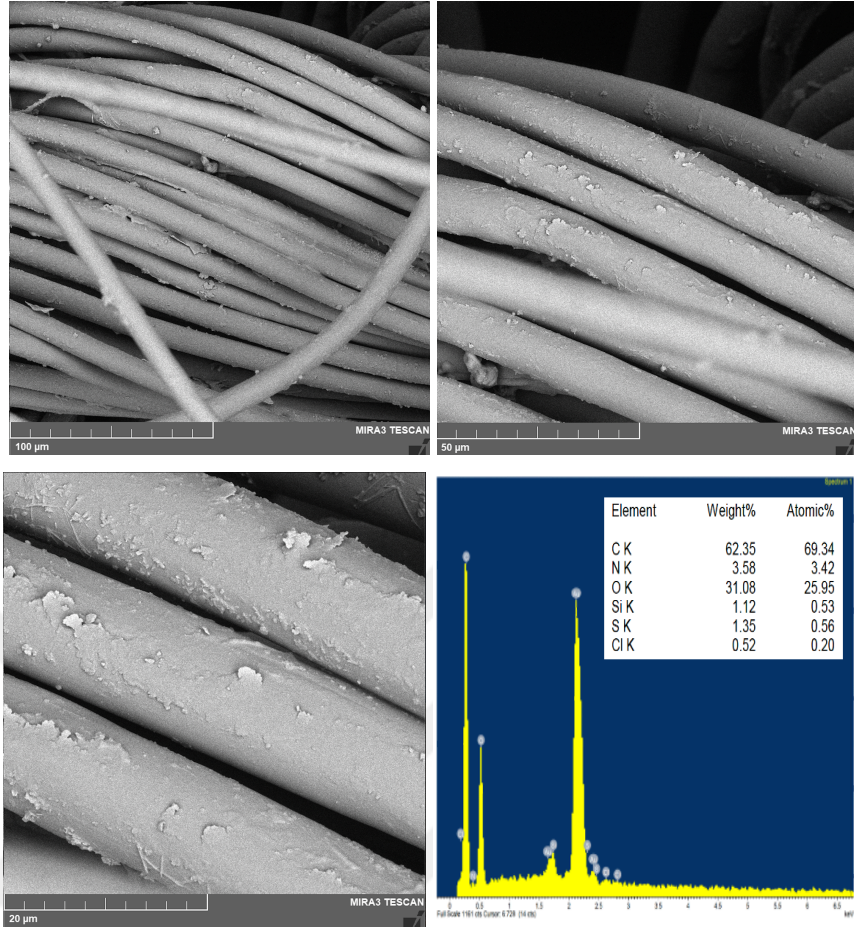
Şekil 4.55. UT-Po (Üst) ve Pb (Alt) SEM görüntüleri

Poliester kumaşın %12.5 konsantrasyonda E4 bileşiği ile 130 °C’de muamele edilmesi ile elde edilen PE4-12 kumaşına ait SEM görüntüleri Şekil 4.56’da yer almaktadır. Görüntüler yer yer daha yoğun olarak bileşiklerin lif yüzeylerinde yer aldığını göstermektedir.



Şekil 4.56. PE4-12 kumaşı SEM görüntüleri

Şekil 4.57 %12.5 konsantrasyonda E6 bileşiği uygulanmış pamuk kumaşın SEM ve EDX analizini vermektedir. Fotoğraflarda lif yüzeylerinin E6 bileşiği ile kaplandığı görülmektedir. Fotoğraflarda bazı lifler arasında da madde birikimi olduğu anlaşılmaktadır. E4 bileşiği ile yapılan uygulamanın SEM görüntüleri ile kıyaslandığında liflerin yüzeyinin daha fazla miktarda kaplandığı ve daha homojen bir dağılım olduğu görülmektedir. EDX analizi E6 bileşiği ile ilişkili olan yapılardan N, S ve Cl'un sırasıyla % 3.42, 0.56, 0.20 oranlarında kumaş yüzeyinde olduğunu göstermektedir.

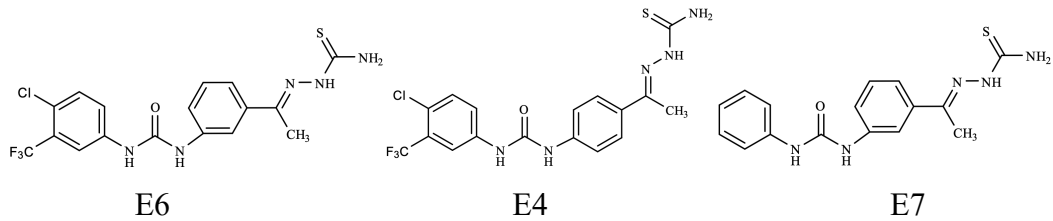


Şekil 4.57. PE6-12 kumaşı SEM ve EDX analizi

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada aralarında yeni bileşiklerin olduğu toplam yedi fenilüre asetofenon ve yedi tiyosemikarbazon bileşiği sentezlendi. Bileşikler ^1H -NMR, ^{13}C -NMR, FTIR, QTOF ve erime noktası tayini ile analiz edildiler. Saflıkları doğrulanan tiyosemikarbazonların antimikrobiyal aktivitesi mikrodilüsyon yöntemi ile *S. aureus* ATCC 29213, *E. faecalis* ATCC 29212, *E. coli* ATCC 25922, *K. pneumoniae* ATCC 700603 bakteri suşlarına ve *C. albicans* klinik izolatına karşı değerlendirildi. Bileşiklerin gram pozitif bakterilere karşı 7.81–250 $\mu\text{g/mL}$, gram negatif bakterilere ve fungus suşuna karşı 62.5– 25 $\mu\text{g/mL}$ MİK değeri ile antimikrobiyal aktivite sergilediği görüldü. Sentezlenen bileşikler arasında - CF_3 ve -Cl grupları içeren meta-substitüe fenilüre tiyosemikarbazon E6 bileşiğinin *S. aureus* ve *E. faecalis* bakteri suşlarına karşı sırasıyla 7.81 ve 15.62 $\mu\text{g/mL}$ MİK değeri ile oldukça güçlü aktivite sergilediği görüldü.

Güçlü aktivitesi tespit edilen E6 bileşiği, E6 ile aynı kapalı formüle sahip para-substitüe fenil üre tiyosemikarbazon E4 bileşiği ve E6 bileşiğinde olan - CF_3 ve -Cl grupları bulunmayan E7 bileşiği tekstil uygulamalarında kullanıldı (Şekil 4.54).



Şekil 5.1. Kumaş uygulamasında kullanılan tiyosemikarbazon türevleri

Pamuk kumaşlar Tempo/NaBr/NaClO oksidasyon işlemi ile selüloz zincirinde C6 pozisyonundaki birincil hidroksil gruplarının sodyum karboksilat gruplarına dönüştürülmesi sağlanmıştır. FTIR analizinde oksidasyon işlemi sonrası 1600 cm^{-1} civarında oluşan geniş bant selüloz oksidasyonunun başarılı bir şekilde gerçekleştiğini göstermektedir (Fitz-Binder ve Bechtold, 2014). Tiyosemikarbazonların amin gruplarından selüloz üzerinde oluşan karboksilat gruplarına DCC varlığında bağlandığı düşünülmektedir. FTIR spektrumlarında literatürde amid I ($\text{C}=\text{O}$ gerilmesi), amid II ($\text{N}-\text{H}$ eğilmesi) ve amid III ($\text{C}-\text{N}$ gerilmesi) bağlarının görüldüğü aralıklarda pikler görülmektedir. Ayrıca %50 konsantrasyonda yapılan uygulamaların FTIR

spektrumlarında bileşik yapısından kaynaklanan C=N, C=C ve C=S gerilmelerine ait literatürlerle uyumlu pikler oluşması selüloz liflerine TSC'lerin bağlandığını doğrulamaktadır.

Uygulamalar sonucu kumaş ağırlığınca %50'lik konsantrasyonda kumaşların tümü >%99.99'un üzerinde bakteriyosidal aktivite göstermiştir. %25'lik konsantrasyonda E7 bileşiğinin aktivitesinin önemli ölçüde düştüğü görülürken E6 bileşiği ile işlem gören kumaşın %95'in üzerinde bakteriyostatik etki sergilemiştir. %12.5 konsantrasyonda E7 ile işlem gören kumaşın aktivitesi tespit edilmezken güçlü antibakteriyel aktivite sergileyen E6 bileşiği ile işlem gören kumaş %97.72 oranında bakteriyostatik aktivite göstermiştir. Aynı konsantrasyonda E4 bileşiği uygulanan kumaş %85.93 bakteriyostatik aktivite sergilemiştir. E4 bileşiği ile %5 konsantrasyonda uygulama yapıldığında (E4-5) aktivite %59.11'e düşmüştür. %5 konsantrasyonda E6 bileşiği uygulanan kumaş E6-5 %75.86 bakteriyostatik değeri ile E4-5'e göre daha güçlü aktivite sergilemiştir. Antibakteriyel sonuçlar özetlenecek olursa %50 konsantrasyonda bileşik uygulanan tüm kumaşlar %99.99 üzerinde bakteriyosidal aktivite göstermiştir. Bu durum MİK değeri 125 µg/mL ve daha düşük olan bileşiklerin kumaş ağırlığınca %50 konsantrasyonda uygulandığında %100'e yakın bakteriyosidal etki sağlanabileceğini düşündürmektedir. Bileşik konsantrasyonun düşmesi aktivitesi yüksek olan bileşiklerin uygulandığı kumaşların ön plana çıkmasına olanak tanımıştır. Bu sayede E6 bileşiğinin %12.5 ve %5 konsantrasyonlarda yapılan uygulamalarının E4 bileşiği uygulanan kumaşlara göre çok daha güçlü aktivite sergilediği görülmüştür. E6-50 kumaşının antibakteriyel aktivitesi *E. coli* bakteri suşuna karşı da değerlendirilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde aktivitenin *S. aureus*'a kıyasla düştüğünü ancak hala %91.52 gibi güçlü bir bakteriyostatik etkiye sahip olduğunu göstermektedir.

Pamuk kumaşların SEM görüntüleri %50'lik konsantrasyonda işlem gören kumaşların lif yüzeyinde oldukça yoğun bir kaplama oluşturduğunu göstermektedir. %25 ve %12.5 konsantrasyonlarda yapılan uygulamaların lif yüzeyinde daha homojen ve ince bir tabaka oluşturduğu görülmektedir. EDX analizleri ve FTIR spektrumları bileşiklerin lif yüzeylerinde olduklarını doğrulamaktadır. EDX analizi E6 bileşiği ile %50 konsantrasyonda yapılan pamuk kumaş uygulamasında kumaş yüzeyinde TSC yapısında bulunan elementlerin varlığını göstermektedir (%8.45 N, %0.96 S, % 0.96 F ve % 0.55

Cl). %25’lik konsantrasyonda elde edilen E6-25 kumaşının EDX analizi ise %1.43, 0.22 ve 0.80 oranlarında sırasıyla N, S ve F atomlarını göstermektedir.

E6 ve E4 bileşikleri poliestер kumaşlara da DMSO/EtOH ortamında 130 °C’de uygulanmıştır. Farklı konsantrasyonlarda (%2-12.5) E4 bileşiğı uygulanan kumaşlarda %2 ve %5’lik uygulamalarda önemli bir aktivite tespit edilmedi. %12.5 konsantrasyonda elde edilen PE4-12 kumaşı *S. aureus* ve *E. coli* bakteri suşlarına karşı sırası ile % 71.78 ve % 54.24 bakteriyostatik aktivite sergilemiştir. %12.5 konsantrasyonda E6 bileşiğı uygulanan PE6-12 kumaşının ise *E. coli*’ye karşı %56.94 değerde orta düzeyde aktivite sergilerken *S. aureus*’a karşı %99.31’e kadar güçlü aktivite sergilediğı görülmüştür. Kumaşların SEM görüntüleri lif yüzeyinde maddelerin bulunduğunu göstermektedir. PE6-12 kumaşının EDX analizinde yüzeyde N, S ve Cl gruplarının varlığı görülmektedir.

Pamuk kumaşlara yapılan uygulamanın optimizasyon çalışmalarında %12.5 konsantrasyonda E6 bileşiğı uygulanan kumaşlar TSC/DCC oranı kütsel olarak 1/2 (E6-12), 1/1 (E6-12-D1) ve DCC olmadan yapılan bir uygulama ile (E6-12-D0) karşılaştırılmıştır. *S. aureus*’a karşı yapılan antibakteriyel değerdendirme sırası ile %97.72, 70.93 ve 12.8 olarak sonuçlanmıştır. %12.5 ve %50 konsantrasyonda DCC varlığında ve DCC olmadan işlem gören pamuk kumaşların FTIR analizleri kıyaslandığında DCC olmadan yapılan uygulamalarda amit bağlarına veya yapıya ait güçlü piklere rastlanmamıştır (Bkz Şekil 4.42).

Bu çalışmada araştırmamıza göre literatürde olmayan **C6** ve **C7** fenil üre asetofenon türevlerinin sentezi ve karakterizasyonu verilmiştir. Bu bileşiklerin tiyosemikarbazid ile reaksiyonu ile sentezlediğimiz yine literatürde olmayan **E6** ve **E7** bileşiklerinin sentezi, karakterizasyonu ve antimikrobiyal aktivitesi paylaşılmıştır. **E6** bileşiğinin özellikle gram pozitif bakterilere karşı sergilediğı güçlü aktivite ile yeni antimikrobiyal ajan adayı olarak literatüre önemli katkı sunacağını düşünmekteyiz.

Tempo oksidasyonu sonrasında selüloz liflerine bağlanan bileşikler ile antibakteriyel aktivite gösteren nadir çalışmalar bulunmaktadır. Araştırmamıza göre tempo oksidasyonu ile pamuk kumaşın kimyasal modifikasyonu sonrası antibakteriyel madde bağlanan bir çalışmaya rastlanmamıştır. Oksidasyon yapılan pamuk kumaşlara tiyosemikarbazonların bağlanması ile %50-%5 TSC konsantrasyonlarında yapılan uygulamalarda güçlü

bakteriyosidal ve bakteriyostatik etki saėlanması bu alıřmanın tiyosemikarbazonlar gibi organik yapıların pamuk kumařlara baėlanabilmesi adına yol gsterici olacaktır. İlerleyen alıřmalarda bileřiklerin sitotoksisiteleri ve farklı biyolojik aktivitelerinin arařtırılması, kumařların irritasyon testlerinin yapılması ve yıkama dayanımlarının arttırılmasına ynelik alıřmaların yapılması planlanmaktadır.



6. KAYNAKLAR

- Abdalla, E. M., Hassan, S. S., Elganzory, H. H., Aly, S. A., & Alshater, H. (2021). Molecular Docking, DFT Calculations, Effect of High Energetic Ionizing Radiation, and Biological Evaluation of Some Novel Metal (II) Heteroleptic Complexes Bearing the Thiosemicarbazone Ligand. *Molecules*, 26(19), 5851. <https://doi.org/10.3390/molecules26195851>
- Abdallah Abomelha, H. M. (2020). Synthesis of new thiazole dyes for the creation of antibacterial polyester fabrics. *Textile Research Journal*, 90(11–12), 1396–1403. <https://doi.org/10.1177/0040517519891600>
- Abou Elmaaty, T., Sofan, M., Ayad, S., Negm, E., & Elsis, H. (2022). Novel synthesis of reactive disperse dyes for dyeing and antibacterial finishing of cotton fabric under scCO₂. *Journal of CO₂ Utilization*, 61(May), 102053. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2022.102053>
- Alam, M., Abser, M. N., Kumer, A., Bhuiyan, M. M. H., Akter, P., Hossain, M. E., & Chakma, U. (2023a). Synthesis, characterization, antibacterial activity of thiosemicarbazones derivatives and their computational approaches: Quantum calculation, molecular docking, molecular dynamic, ADMET, QSAR. *Heliyon*, 9(6), e16222. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16222>
- Alam, M., Abser, M. N., Kumer, A., Bhuiyan, M. M. H., Akter, P., Hossain, M. E., & Chakma, U. (2023b). Synthesis, characterization, antibacterial activity of thiosemicarbazones derivatives and their computational approaches: Quantum calculation, molecular docking, molecular dynamic, ADMET, QSAR. *Heliyon*, 9(6). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16222>
- Aljahdali, M. S., & El-Sherif, A. A. (2020). Synthesis and Biological Evaluation of Novel Zn(II) and Cd(II) Schiff Base Complexes as Antimicrobial, Antifungal, and Antioxidant Agents. *Bioinorganic Chemistry and Applications*, 2020(Ii), 1–17. <https://doi.org/10.1155/2020/8866382>
- Almeida, J. C. L., Amim, R. S., Pessoa, C., Lourenço, M. C. S., Mendes, I. C., & Lessa, J. A. (2020). Bismuth(III) complexes with pyrazineformamide thiosemicarbazones: Investigation on the antimicrobial and cytotoxic effects. *Polyhedron*, 189, 114709. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2020.114709>
- Alsharekh, M. M., Althagafi, I. I., Shaaban, M. R., & Farghaly, T. A. (2019). Microwave-assisted and thermal synthesis of nanosized thiazolyl-phenothiazine derivatives and their biological activities. *Research on Chemical Intermediates*, 45(2), 127–154. <https://doi.org/10.1007/s11164-018-3594-7>
- Alves, A. K., Aguilar, H. E., & Berutti, F. A. (2024). Eco-friendly activation of cotton textiles with LiNbO₃ nanoparticles for enhanced self-cleaning and antibacterial performance. *Ceramics International*, 50(22), 46187–46195. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.08.461>
- Aly, A. A., Abdallah, E. M., Ahmed, S. A., Rabee, M. M., Fuhr, O., Ibrahim, M. A. A., Ali Alzahrani, H., & Youssif, B. G. M. (2024). Synthesis and characterization of new palladium (II) and silver (I) thiosemicarbazone derived by acenaphthenequinone complexes and their antimicrobial activity. *Polyhedron*, 251(October 2023), 116851. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2024.116851>

- Alzahrani, A. Y., Ammar, Y. A., Abu-Elghait, M., Salem, M. A., Assiri, M. A., Ali, T. E., & Ragab, A. (2022). Development of novel indolin-2-one derivative incorporating thiazole moiety as DHFR and quorum sensing inhibitors: Synthesis, antimicrobial, and antibiofilm activities with molecular modelling study. *Bioorganic Chemistry*, 119(2), 105571. <https://doi.org/10.1016/j.bioorg.2021.105571>
- Ameryckx, A., Pochet, L., Wang, G., Yildiz, E., Saadi, B. E., Wouters, J., Van Bambeke, F., & Frédérick, R. (2020). Pharmacomodulations of the benzoyl-thiosemicarbazide scaffold reveal antimicrobial agents targeting d-alanyl-d-alanine ligase in bacterio. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 200, 112444. <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2020.112444>
- Aneesrahman, K. N., Ramaiah, K., Rohini, G., Stefy, G. P., Bhuvanesh, N. S. P., & Sreekanth, A. (2019). Synthesis and characterisations of copper(II) complexes of 5-methoxyisatin thiosemicarbazones: Effect of N-terminal substitution on DNA/protein binding and biological activities. *Inorganica Chimica Acta*, 492(November 2018), 131–141. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2019.04.019>
- Beltrán-Torres, M., Santacruz-Ortega, H., López-Gastelum, K. A., Acosta-Elías, M., Velázquez-Contreras, E. F., Aguirre-Hernández, G., Hernández-Paredes, J., Pérez-González, R., Rocha-Alonzo, F., García-Galaz, A., & Sugich-Miranda, R. (2024). Synthesis via microwave irradiation, structural characterization, and antibacterial activities of new complexes of bismuth(III) with thiosemicarbazones. *Polyhedron*, 252, 116883. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2024.116883>
- Çakmakçı, E. S., Subaşı, E., Öztürk, E., Şahiner, A., & Şen Yüksel, B. (2023). Cobalt(II), nickel(II), palladium(II) and zinc(II) metallothiosemicarbazones: Synthesis, characterization, X-ray structures and biological activity. *Inorganica Chimica Acta*, 551(January), 121462. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2023.121462>
- Calais, G. B., Bataglioli, R. A., Chevallier, P., Bueno, C. Z., Mantovani, D., & Beppu, M. M. (2024). Multivalent-copper-loaded layer-by-layer coating for antibacterial and instantaneous virucidal activity for protective textiles. *Applied Surface Science*, 676, 160945. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.160945>
- Cebotari, D., Buils, J., Garbuz, O., Balan, G., Marrot, J., Guérineau, V., Touboul, D., Haouas, M., Segado-Centelles, M., Bo, C., Gulea, A., & Floquet, S. (2023). A new series of bioactive Mo(V)2O2S2-based thiosemicarbazone complexes: Solution and DFT studies, and antifungal and antioxidant activities. *Journal of Inorganic Biochemistry*, 245, 112258. <https://doi.org/10.1016/j.jinorgbio.2023.112258>
- Chan-Chan, L. H., González-García, G., Vargas-Coronado, R. F., Cervantes-Uc, J. M., Hernández-Sánchez, F., Marcos-Fernandez, A., & Cauich-Rodríguez, J. V. (2017). Characterization of model compounds and poly(amide-urea) urethanes based on amino acids by FTIR, NMR and other analytical techniques. *European Polymer Journal*, 92, 27–39. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2017.04.014>
- Chang, Y., & Wang, X. (2023). Sweat and odor in sportswear – A review. *IScience*, 26(7), 107067. <https://doi.org/10.1016/j.isci.2023.107067>
- Chen, W., Wang, W., Feng, Y., Du, C., Zhang, L., Wan, Y., Wang, D., & Zhou, F. (2024). Hydrogen-bonding enhanced current-carrying tribological properties based on ricinoleic acid amides. *Tribology International*, 199, 109958. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2024.109958>
- Devi, J., Yadav, M., Jindal, D. K., Kumar, D., & Poornachandra, Y. (2019). Synthesis, spectroscopic characterization, biological screening and in vitro cytotoxic studies

- of 4-methyl-3-thiosemicarbazone derived Schiff bases and their Co (II), Ni (II), Cu (II) and Zn (II) complexes. *Applied Organometallic Chemistry*, 33(10), 1–23.
<https://doi.org/10.1002/aoc.5154>
- Diksha, Kaur, M., Megha, Reenu, Kaur, H., & Yempally, V. (2024). Rhenium (I) tricarbonyl complex with thiosemicarbazone ligand derived from Indole-2-carboxaldehyde: Synthesis, crystal structure, computational investigations, antimicrobial activity, and molecular docking studies. *Journal of Molecular Structure*, 1301(August 2023), 137319.
<https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2023.137319>
- Dong, X., Wang, H., Zhang, H., Li, M., Huang, Z., Wang, Q., & Li, X. (2022). Copper-thiosemicarbazone complexes conjugated-cellulose fibers: Biodegradable materials with antibacterial capacity. *Carbohydrate Polymers*, 294, 119839.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119839>
- El-Khatib, E. M., Ali, N. F., & El-Mohamedy, R. S. R. (2020). Influence of Neem oil pretreatment on the dyeing and antimicrobial properties of wool and silk fibers with some natural dyes. *Arabian Journal of Chemistry*, 13(1), 1094–1104.
<https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2017.09.012>
- Emam, R. H. A., El-Sayed, I. E., Xin, J., Lu, X., & Attia, N. F. (2024). Innovative coating of cotton textile fabrics for integrating outstanding flame hazard safety, UV protection, tensile strength strengthening and antibacterial properties. *Industrial Crops and Products*, 216(April), 118752.
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2024.118752>
- Ezzat, A., Mohamed, M. B. I., Mahmoud, A. M., Farag, R. S., El-Tabl, Abdou. S., & Ragab, A. (2022). Synthesis, spectral characterization, antimicrobial evaluation and molecular docking studies of new Cu (II), Zn (II) thiosemicarbazone based on sulfonyl isatin. *Journal of Molecular Structure*, 1251, 132004.
<https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.132004>
- Fitz-Binder, C., & Bechtold, T. (2014). One-sided surface modification of cellulose fabric by printing a modified TEMPO-mediated oxidant. *Carbohydrate Polymers*, 106(1), 142–147. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.025>
- Fukuzumi, H., Saito, T., Iwata, T., Kumamoto, Y., & Isogai, A. (2009). Transparent and High Gas Barrier Films of Cellulose Nanofibers Prepared by TEMPO-Mediated Oxidation. *Biomacromolecules*, 10(1), 162–165.
<https://doi.org/10.1021/bm801065u>
- Gaber, A., Refat, M. S., Belal, A. A. M., El-deen, I. M., Hassan, N., Zakaria, R., Alhomrani, M., Alamri, A. S., Alsanie, W. F., & Saied, E. M. (2021). *Biological Activity : Antimicrobial and Molecular Docking Study*. 26(2288), 1–18.
- Gaffer, H., & Khalifa, M. (2015). Eco-Friendly Synthesis of Some Thiosemicarbazones and Their Applications as Intermediates for 5-Arylazothiazole Disperse Dyes. *Molecules*, 20(12), 21982–21991. <https://doi.org/10.3390/molecules201219820>
- Gezegen, H., Hepokur, C., Tutar, U., & Ceylan, M. (2017). Synthesis and Biological Evaluation of Novel 1-(4-(Hydroxy(1-oxo-1,3-dihydro-2 H -inden-2-ylidene)methyl)phenyl)-3-phenylurea Derivatives. *Chemistry & Biodiversity*, 14(10). <https://doi.org/10.1002/cbdv.201700223>
- Graur, I., Bepalova, T., Graur, V., Tsapkov, V., Garbuz, O., Melnic, E., Bourosh, P., & Gulea, A. (2023). A new thiosemicarbazone and its 3d metal complexes: Synthetic, structural, and antioxidant studies. *Journal of Chemical Research*, 47(6).
<https://doi.org/10.1177/17475198231216422>

- Gulati, R., Sharma, S., & Sharma, R. K. (2022). Antimicrobial textile: recent developments and functional perspective. *Polymer Bulletin*, 79(8), 5747–5771. <https://doi.org/10.1007/s00289-021-03826-3>
- Gupta, S., Singh, N., Khan, T., & Joshi, S. (2022). Thiosemicarbazone derivatives of transition metals as multi-target drugs: A review. *Results in Chemistry*, 4(May), 100459. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100459>
- Ibrahim, S. A., Rizk, H. F., Aboul-Magd, D. S., & Ragab, A. (2021). Design, synthesis of new magenta dyestuffs based on thiazole azomethine disperse reactive dyes with antibacterial potential on both dyes and gamma-irradiated dyed fabric. *Dyes and Pigments*, 193, 109504. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2021.109504>
- Jevtović, V., Hamoud, H., Al-Zahrani, S., Alenezi, K., Latif, S., Alanazi, T., Abdulaziz, F., & Dimić, D. (2022). Synthesis, Crystal Structure, Quantum Chemical Analysis, Electrochemical Behavior, and Antibacterial and Photocatalytic Activity of Co Complex with Pyridoxal-(S-Methyl)-isothiosemicarbazone Ligand. *Molecules*, 27(15), 4809. <https://doi.org/10.3390/molecules27154809>
- Jiang, Y., Lu, Y., Liu, J., Zhao, Y., & Fan, F. (2024). Characterization of bamboo shoot cellulose nanofibers modified by TEMPO oxidation and ball milling method and its application in W/O emulsion. *LWT*, 205(July), 116563. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116563>
- Kalaiaarasi, G., Dharani, S., Rex Jeya Rajkumar, S., Ranjani, M., Lynch, V. M., & Prabhakaran, R. (2021). Synthesis, spectral characterization, DNA/BSA binding, antimicrobial and in vitro cytotoxicity of cobalt(III) complexes containing 7-hydroxy-4-oxo-4H-chromene Schiff bases. *Inorganica Chimica Acta*, 515(October 2020), 120060. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2020.120060>
- Kangwansupamonkon, W., Lauruengtana, V., Surassmo, S., & Ruktanonchai, U. (2009). Antibacterial effect of apatite-coated titanium dioxide for textiles applications. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 5(2), 240–249. <https://doi.org/10.1016/j.nano.2008.09.004>
- Khan, S. A., & Yusuf, M. (2009). Synthesis, spectral studies and in vitro antibacterial activity of steroidal thiosemicarbazone and their palladium (Pd (II)) complexes. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 44(5), 2270–2274. <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2008.06.008>
- Koçyiğit, Ü. M., Doğan, M., Muğlu, H., Taslimi, P., Tüzün, B., Yakan, H., Bal, H., Güzel, E., & Gülçin, İ. (2022). Determination of biological studies and molecular docking calculations of isatin-thiosemicarbazone hybrid compounds. *Journal of Molecular Structure*, 1264, 133249. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2022.133249>
- Korkmaz, G., Kılınç, M., Kılınç, N., & Dilek Kut, Y. (2024). The Role of Surface Modification Methods for Sustainable Textiles. In *Roadmap to Sustainable Textiles*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.112792>
- Kulabaş, N., Set, İ., Aktay, G., Gürsoy, Ş., Danış, Ö., Ogan, A., Sağ Erdem, S., Erzincan, P., Helvacıoğlu, S., Hamitoğlu, M., & Küçükgül, İ. (2023). Identification of some novel amide conjugates as potent and gastric sparing anti-inflammatory agents: In vitro, in vivo, in silico studies and drug safety evaluation. *Journal of Molecular Structure*, 1285, 135521. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2023.135521>
- Li, J., Wang, X., Wang, H., Ran, P., Liu, Y., Wang, J., Xu, X., & Zhou, Z. (2024). Regulating molecular brush structure on cotton textiles for efficient antibacterial

- properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, 267(P2), 131486. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131486>
- López-R, M., Barrios, Y., Perez, L. D., Soto, C. Y., & Sierra, C. (2022). Metal-Organic Framework (MOFs) tethered to cotton fibers display antimicrobial activity against relevant nosocomial bacteria. *Inorganica Chimica Acta*, 537, 120955. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2022.120955>
- Man, V. H., He, X., Nguyen, P. H., Sagui, C., Roland, C., Xie, X.-Q., & Wang, J. (2023). Unpolarized laser method for infrared spectrum calculation of amide I C O bonds in proteins using molecular dynamics simulation. *Computers in Biology and Medicine*, 159, 106902. <https://doi.org/10.1016/j.compbimed.2023.106902>
- Masuri, S., Era, B., Pintus, F., Cadoni, E., Cabiddu, M. G., Fais, A., & Pivetta, T. (2023). Hydroxylated Coumarin-Based Thiosemicarbazones as Dual Antityrosinase and Antioxidant Agents. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(2), 1678. <https://doi.org/10.3390/ijms24021678>
- Mohamed, N. A., Mohamed, R. R., & Seoudi, R. S. (2014). Synthesis and characterization of some novel antimicrobial thiosemicarbazone O-carboxymethyl chitosan derivatives. *International Journal of Biological Macromolecules*, 63, 163–169. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.10.044>
- Munikumari, G., Konakanchi, R., Nishtala, V. B., Ramesh, G., Kotha, L. R., Chandrasekhar, K. B., & Ramachandraiah, C. (2019). Palladium(II) complexes of 5-substituted isatin thiosemicarbazones: Synthesis, spectroscopic characterization, biological evaluation and in silico docking studies. *Synthetic Communications*, 49(1), 146–158. <https://doi.org/10.1080/00397911.2018.1546400>
- Nibila, T. A., Soufeena, P. P., Periyat, P., & Aravindakshan, K. K. (2021). Synthesis, structural characterization and biological activities of transition metal complexes derived from 2,4-dihydroxybenzaldehyde n(4)-methyl(phenyl)thiosemicarbazone. *Journal of Molecular Structure*, 1231, 129938. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2021.129938>
- Nongpiur, C. G. L., Ghate, M. M., Tripathi, D. K., Poluri, K. M., Kaminsky, W., & Kollipara, M. R. (2022). Study of versatile coordination modes, antibacterial and radical scavenging activities of arene ruthenium, rhodium and iridium complexes containing fluorenone based thiosemicarbazones. *Journal of Organometallic Chemistry*, 957, 122148. <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2021.122148>
- Ouadil, B., Amadine, O., Essamlali, Y., Cherkaoui, O., & Zahouily, M. (2019). A new route for the preparation of hydrophobic and antibacterial textiles fabrics using Ag-loaded graphene nanocomposite. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 579, 123713. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2019.123713>
- Özbek, O., & Berkel, C. (2023). Sensor properties of thiosemicarbazones in different analytical methods. *Polyhedron*, 238, 116426. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2023.116426>
- Özbek, O., Gezegen, H., Cetin, A., & Isildak, Ö. (2022). A Potentiometric Sensor for the Determination of Pb(II) Ions in Different Environmental Samples. *ChemistrySelect*, 7(33). <https://doi.org/10.1002/slct.202202494>
- Pacca, C. C., Marques, R. E., Espindola, J. W. P., Filho, G. B. O. O., Leite, A. C. L., Teixeira, M. M., & Nogueira, M. L. (2017). Thiosemicarbazones and Phthalyl-Thiazoles compounds exert antiviral activity against yellow fever virus and Saint Louis encephalitis virus. *Biomedicine & Pharmacotherapy*, 87, 381–387. <https://doi.org/10.1016/j.biopha.2016.12.112>

- Pham, V. H., Phan, T. P. D., Phan, D. C., & Vu, B. D. (2020). Synthesis and Bioactivity of Thiosemicarbazones Containing Adamantane Skeletons. *Molecules*, 25(2), 324. <https://doi.org/10.3390/molecules25020324>
- Piri, Z., Moradi-Shoeili, Z., & Assoud, A. (2019). Ultrasonic assisted synthesis, crystallographic, spectroscopic studies and biological activity of three new Zn(II), Co(II) and Ni(II) thiosemicarbazone complexes as precursors for nano-metal oxides. *Inorganica Chimica Acta*, 484, 338–346. <https://doi.org/10.1016/j.ica.2018.09.054>
- Pitucha, M., Ramos, P., Wojtunik-Kulesza, K., Głogowska, A., Stefańska, J., Kowalczyk, D., Monika, D., & Augustynowicz-Kopeć, E. (2023). Thermal analysis, antimicrobial and antioxidant studies of thiosemicarbazone derivatives. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 148(10), 4223–4234. <https://doi.org/10.1007/s10973-023-12029-z>
- Polo-Cerón, D. (2019). Cu(II) and Ni(II) Complexes with New Tridentate NNS Thiosemicarbazones: Synthesis, Characterisation, DNA Interaction, and Antibacterial Activity. *Bioinorganic Chemistry and Applications*, 2019, 1–14. <https://doi.org/10.1155/2019/3520837>
- Pratama, A. W., Piluharto, B., Mahardika, M., Widiastuti, N., Firmanda, A., & Norrahim, M. N. F. (2024). Comparative study of oxidized cellulose nanofibrils properties from diverse sources via TEMPO-mediated oxidation. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 10(June), 100823. <https://doi.org/10.1016/j.csee.2024.100823>
- Pratiwi, L., Eddy, D. R., Al Anshori, J., Harja, A., Wahyudi, T., Mulyawan, A. S., & Julaeha, E. (2022). Microencapsulation of Citrus aurantifolia essential oil with the optimized CaCl₂ crosslinker and its antibacterial study for cosmetic textiles. *RSC Advances*, 12(47), 30682–30690. <https://doi.org/10.1039/d2ra04053k>
- Qi, J., Wang, X., Liu, T., Kandawa-Schulz, M., Wang, Y., & Zheng, X. (2020). Synthesis, antiproliferative activity and mechanism of copper(II)-thiosemicarbazone complexes as potential anticancer and antimicrobial agents. *Journal of Coordination Chemistry*, 73(7), 1208–1221. <https://doi.org/10.1080/00958972.2020.1768378>
- Radchatawedchakoon, W., Sangsuwan, W., Kruanetr, S., & Sakee, U. (2014). Synthesis and evaluation of simple naked-eye colorimetric chemosensors for anions based on azo dye-thiosemicarbazones. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 121, 306–312. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2013.10.086>
- Ragab, A., Ammar, Y. A., Ezzat, A., Mahmoud, A. M., Mohamed, M. B. I., El-Tabl, A. S., & Farag, R. S. (2022). Synthesis, characterization, thermal properties, antimicrobial evaluation, ADMET study, and molecular docking simulation of new mono Cu (II) and Zn (II) complexes with 2-oxoindole derivatives. *Computers in Biology and Medicine*, 145(February), 105473. <https://doi.org/10.1016/j.combiomed.2022.105473>
- Ratnawulan, Rahmadhani, D., Zulkifli, Yuliani, K. D., Frida, E., & Taufiq, A. (2024). Hydrophobic and antibacterial properties of textiles using nanocomposite chitosan and SiO₂ from rice husk ash as-coating. *South African Journal of Chemical Engineering*, 48(July 2023), 366–374. <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2024.03.010>
- Rusnac, R., Garbuz, O., Chumakov, Y., Tsapkov, V., Hureau, C., Istrati, D., & Gulea, A. (2023). Synthesis, Characterization, and Biological Properties of the Copper(II)

- Complexes with Novel Ligand: N-[4-(2-[1-(pyridin-2-yl)ethylidene]hydrazinecarbothioyl}amino)phenyl]acetamide. *Inorganics*, 11(10), 408. <https://doi.org/10.3390/inorganics11100408>
- Saeed, K., Rafiq, M., Khalid, M., Hussain, A., Siddique, F., Hanif, M., Hussain, S., Mahmood, K., Ameer, N., Ahmed, M. M., Ali Khan, M., Yaqub, M., & Jabeen, M. (2024). Synthesis, characterization, computational assay and anti-inflammatory activity of thiosemicarbazone derivatives: Highly potent and efficacious for COX inhibitors. *International Immunopharmacology*, 126, 111259. <https://doi.org/10.1016/j.intimp.2023.111259>
- Şahin, N., Üstün, E., Tutar, U., Çelik, C., Gürbüz, N., & Özdemir, İ. (2021). Antimicrobial activity, inhibition of biofilm formation, and molecular docking study of novel Ag-NHC complexes. *Journal of Organometallic Chemistry*, 954–955, 122082. <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2021.122082>
- Scacchetti, F. A. P., Pinto, E., & Soares, G. M. B. (2017). Preparation and characterization of cotton fabrics with antimicrobial properties through the application of chitosan/silver-zeolite film. *Procedia Engineering*, 200, 276–282. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.07.039>
- Sharma, N., Dhingra, N., & Singh, H. L. (2024). Design, spectral, antibacterial and in-silico studies of new thiosemicarbazones and semicarbazones derived from symmetrical chalcones. *Journal of Molecular Structure*, 1307(March), 138000. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2024.138000>
- Shateri-Khalilabad, M., Yazdanshenas, M. E., & Etemadifar, A. (2017). Fabricating multifunctional silver nanoparticles-coated cotton fabric. *Arabian Journal of Chemistry*, 10, S2355–S2362. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.08.013>
- Solihat, N. N., Purwanti, T., Husna, N., Oktaviani, M., Zulfiana, D., Fatriasari, W., & Nawawi, D. S. (2024). Capability lignin from Acacia crassicarpa black liquor as an environmentally benign antibacterial agent to produce antibacterial and hydrophobic textiles. *Bioresource Technology*, 413(August), 131409. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2024.131409>
- Stojičkov, M., Zlatar, M., Mazzeo, P. P., Bacchi, A., Radovanović, D., Stevanović, N., Jevtović, M., Novaković, I., Anđelković, K., Sladić, D., Čobeljić, B., & Gruden, M. (2023). The interplay between spin states, geometries and biological activity of Fe(III) and Mn(II) complexes with thiosemicarbazone. *Polyhedron*, 237(March), 116389. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2023.116389>
- Subramani, K., & Incharoensakdi, A. (2024). Physicochemical and photocatalytic properties of biogenic ZnO and its chitosan nanocomposites for UV-protection and antibacterial activity on coated textiles. *International Journal of Biological Macromolecules*, 263, 130391. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.130391>
- Sun, Y., Zhang, H., Li, Q., Vardhanabhuti, B., & Wan, C. (2022). High lignin-containing nanocelluloses prepared via TEMPO-mediated oxidation and polyethylenimine functionalization for antioxidant and antibacterial applications. *RSC Advances*, 12(46), 30030–30040. <https://doi.org/10.1039/D2RA04152A>
- Swaminathan, J., Anbusrinivasan, P., & Vijayalakshmi, A. (2023). Synthesis, geometrical, spectral and anti bacterial studies of 4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde thiosemicarbazone by experimental and theoretical investigations. *Computational and Theoretical Chemistry*, 1229(July), 114338. <https://doi.org/10.1016/j.comptc.2023.114338>

- Tang, Z., Lin, X., Yu, M., Mondal, A. K., & Wu, H. (2024). Recent advances in TEMPO-oxidized cellulose nanofibers: Oxidation mechanism, characterization, properties and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 259(P1), 129081. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.129081>
- Thanka Rajan, S., Subramanian, B., & Arockiarajan, A. (2024). Synergistic performance of biomedical textiles incorporated with cerium oxide carbon nanocomposites for the antibacterial and sunlight-driven photocatalytic activity of self-cleaning. *Chemical Engineering Science*, 298(March), 120390. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2024.120390>
- Thinkohkaew, K., Piroonpan, T., Jirabornvornpongsa, N., & Potiyaraj, P. (2022). Development of multifunctional polypropylene nonwoven fabric by radiation induced grafting of TiO₂ nanoparticles and trifluoroethyl methacrylate for protective textile applications. *Materialia*, 21, 101355. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101355>
- Umamatheswari, S., Balaji, B., Ramanathan, M., & Kabilan, S. (2011). Synthesis, stereochemistry, antimicrobial evaluation and QSAR studies of 2,6-diaryltetrahydropyran-4-one thiosemicarbazones. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 46(4), 1415–1424. <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2011.01.029>
- Vandresen, F., Falziroli, H., Almeida Batista, S. A., da Silva-Giardini, A. P. B., de Oliveira, D. N., Catharino, R. R., Ruiz, A. L. T. G., de Carvalho, J. E., Foglio, M. A., & da Silva, C. C. (2014). Novel R-(+)-limonene-based thiosemicarbazones and their antitumor activity against human tumor cell lines. *European Journal of Medicinal Chemistry*, 79, 110–116. <https://doi.org/10.1016/j.ejmech.2014.03.086>
- Wu, L., Bao, X., Li, Z., Yu, Y., Liu, Y., Xu, B., Zhou, M., Wang, Q., & Wang, P. (2024). Rapid photothermal antibacterial and antifungal textiles through dynamic disulfide bond-assisted in-situ deposition of SeNPs. *Chemical Engineering Journal*, 479(September 2023), 147772. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.147772>
- Wu, L., Fan, B., Yan, B., Liu, Y., Yu, Y., Cui, L., Zhou, M., Wang, Q., & Wang, P. (2024). Construction of durable antibacterial cellulose textiles through grafting dynamic disulfide-containing amino-compound and nanosilver deposition. *International Journal of Biological Macromolecules*, 259(P1), 129085. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.129085>
- Xiao, Y., Liu, W., Ru, H., Yu, Y., Xiang, S., Zhao, S., Fu, F., Diao, H., & Liu, X. (2024). Highly stable, antiviral, antibacterial cotton textiles via surface engineering. *International Journal of Biological Macromolecules*, 283(P4), 137961. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.137961>
- Yildirim, H., Guler, E., Yavuz, M., Ozturk, N., Kose Yaman, P., Subasi, E., Sahin, E., & Timur, S. (2014a). Ruthenium (II) complexes of thiosemicarbazone: Synthesis, biosensor applications and evaluation as antimicrobial agents. *Materials Science and Engineering: C*, 44, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.08.007>
- Yildirim, H., Guler, E., Yavuz, M., Ozturk, N., Kose Yaman, P., Subasi, E., Sahin, E., & Timur, S. (2014b). Ruthenium (II) complexes of thiosemicarbazone: Synthesis, biosensor applications and evaluation as antimicrobial agents. *Materials Science and Engineering C*, 44, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2014.08.007>
- Zhang, J., Gu, W., Xing, X., Guo, X., Jiang, J., Song, J., Michael, R., Wang, M., & Han, C. (2023). Designed synthesis of natural rigid dehydroabietylamine-tailored symmetric benzamide organogels by amide bonds and rigid rings coordinated self-

- assembly strategy. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 656, 130487. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.130487>
- Zhang, N., Xu, Y., Shi, R., Zhou, M., Yu, Y., Wang, P., & Wang, Q. (2024). Protein-based coating strategy for preparing durable sunlight-driven rechargeable antibacterial, super hydrophilic, and UV-resistant textiles. *International Journal of Biological Macromolecules*, 258(P1), 128761. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128761>
- Zhu, J., Teng, G., Li, D., Hou, R., & Xia, Y. (2021). Synthesis and antibacterial activity of novel Schiff bases of thiosemicarbazone derivatives with adamantane moiety. *Medicinal Chemistry Research*, 30(8), 1534–1540. <https://doi.org/10.1007/s00044-021-02759-w>
- Ziembicka, D., Gobis, K., Szczesio, M., Olczak, A., Augustynowicz-Kopeć, E., Głogowska, A., Korona-Głowniak, I., & Bojanowski, K. (2023). Synthesis and Structure–Activity Relationship of 2,6-Disubstituted Thiosemicarbazone Derivatives of Pyridine as Potential Antituberculosis Agents. *Materials*, 16(1), 448. <https://doi.org/10.3390/ma16010448>