



BOR KATKILI GRAFEN OKSİT ÇÖZELTİLERİN EL ALETLERİNİN STERİLİZASYONUNDA ANTİBAKTERİYEL ETKİSİ

Ayça DALBEYLER¹, Banu ESENCAN TÜRKASLAN^{1*}

¹ Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Isparta, Türkiye

Anahtar Kelimeler	Öz
<i>Bor Oksit, Borik Asit, Grafen Oksit, Sterilizasyon, Modifiye Geliştirilmiş Hummers.</i>	<p>Tıp ve diş hekimliğinde hem hasta hem sağlık personeli açısından sterilizasyon işlemi hayati derecede önem taşımaktadır. Özellikle cerrahi müdahalelerde kullanılmakta olan aletler üzerinde cerrahi müdahale sonucunda birtakım mikroorganizmalar yer alır. Tıbbi ekipman uygun şekilde dezenfekte veya sterilize edilmediğinde, konak bariyerlerinin ihlali nedeniyle enfeksiyon riskini artırmaktadır. Bu çalışmada dental el aletlerinin temizlenmesinde kullanılmak üzere bor katkılı grafen oksit (BGO) sterilizasyon ön işlem çözümü üretilmiştir. Bor kaynağı olarak bor oksit (B_2O_3) ve borik asit (H_3BO_3) kullanıldı. Grafen oksit (GO) Modifiye Geliştirilmiş Hummers Metodu ile sodyum nitrat ($NaNO_3$) kullanılmadan sentezlendi. BGO kompozitlerinin karakterizasyonu XRD, SEM/EDS ve FTIR analizleri kullanılarak yapıldı. Yapılan analizler sonucunda elde edilen SEM görüntüleri, XRD analizinde GO, H_3BO_3 ve B_2O_3'e ait karakteristik piklerin varlığı ve FTIR analizinde H_3BO_3/GO (GBA) ve B_2O_3/GO (GBO) yapılarında B-C ve B-O bağlarının görülmesi GO yapısında bor varlığını doğrulamıştır. BGO çözümü antibakteriyel etkinliği agar kuyucuk difüzyon yöntemi ile Gram pozitif (<i>Staphylococcus aureus</i>) ve Gram negatif (<i>Escherichia coli</i>) bakteriler için ölçülmüştür. Belirlenen konsantrasyonda kullanılan muadil çözümü, GBA ve GBO çözeltilerinin antibakteriyel etki göstermediği gözlenmiştir. GBA ve GBO sterilizasyon ön işlem çözeltilerinin temizlik veriminin de muadil ürünle benzer olması ham madde açısından sürdürülebilir ve çevre dostu çözeltilerin sterilizasyon ön işleminde alternatif olabileceğini göstermiştir.</p>

ANTIBACTERIAL EFFECT OF BORON-DOPPED GRAPHENE OXIDE SOLUTIONS ON STERILIZATION OF HAND TOOLS

Keywords	Abstract
<i>Boron Oxide, Boric Acid, Graphene Oxide, Sterilization, Modified Hummers.</i>	<p><i>Improved</i> In medicine and dentistry, sterilization is mandatory for the benefit for both patients and healthcare personnel. Especially on instruments used in surgical interventions, some microorganisms take place as a result of surgical intervention. When medical equipment is not properly disinfected or sterilized, it increases the risk of infection due to breach of host barriers. In this study, boron doped graphene oxide (BGO) sterilization pre-treatment solution was produced in order to clean dental hand instrument. Boron oxide (B_2O_3) and boric acid (H_3BO_3) and will be used as a boron source. Graphene oxide (GO) was synthesized by the Modified Improved Hummers method without using sodium nitrate ($NaNO_3$). BGO composites was characterized using XRD, SEM/EDS, and FTIR analyses. The SEM images obtained as a result of the analyzes, the presence of characteristic peaks of GO, H_3BO_3 and B_2O_3 in the XRD analysis, and the presence of B-C and B-O bonds in the H_3BO_3/GO (GBA) and B_2O_3/GO (GBO) structures in the FTIR analysis confirmed the presence of boron in the GO structure. The antibacterial activity of BGO solution was measured for Gram-positive (<i>Staphylococcus aureus</i>) and Gram-negative (<i>Escherichia coli</i>) bacteria by the agar well diffusion method. It has been observed that the equivalent solutions used in the industry, GBA and GBO solutions, do not have an antibacterial effect at the determined concentration. The cleaning efficiency of GBA and GBO sterilization pre-treatment solutions is similar to the equivalent product, and it has been observed that sustainable and environmentally friendly solutions in terms of raw materials can be an alternative in sterilization pre-treatment.</p>

Alıntı / Cite

Dalbeyler, A., Esencan Türkaslan, B., (2024). Bor Katkılı Grafen Oksit Çözeltilerin El Aletlerinin Sterilizasyonunda Antibakteriyel Etkisi, Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 12(2), 365-376.

* İlgili yazar / Corresponding author: banuturkaslan@sdu.edu.tr, +90-246-211-1389

Yazar Kimliği / Author ID (ORCID Number)	Makale Süreci / Article Process	
A. Dalbeyler, 0000-0003-2190-9507	Başvuru Tarihi / Submission Date	27.04.2023
B. Esencan Türkaslan, 0000-0003-3948-6207	Revizyon Tarihi / Revision Date	21.05.2024
	Kabul Tarihi / Accepted Date	22.05.2024
	Yayın Tarihi / Published Date	30.06.2024

THE EFFECT OF BORON COMPOUNDS ON ANTIBACTERIAL ACTIVITY

Ayça DALBEYLER^{1†}, Banu ESENCAN TÜRKASLAN¹

¹ Suleyman Demirel University, Faculty of Engineering and Natural Sciences, Isparta, Türkiye

Highlights

- Cleaning process is a mandatory step before disinfection or sterilization process.
- Pre-treatment solution for dental hand instruments based on boron doped graphene oxide have been obtained.
- Solution formed by using a natural mineral boric acid and bor oxide may reduce abrasion of dental hand instruments.

Graphical Abstract

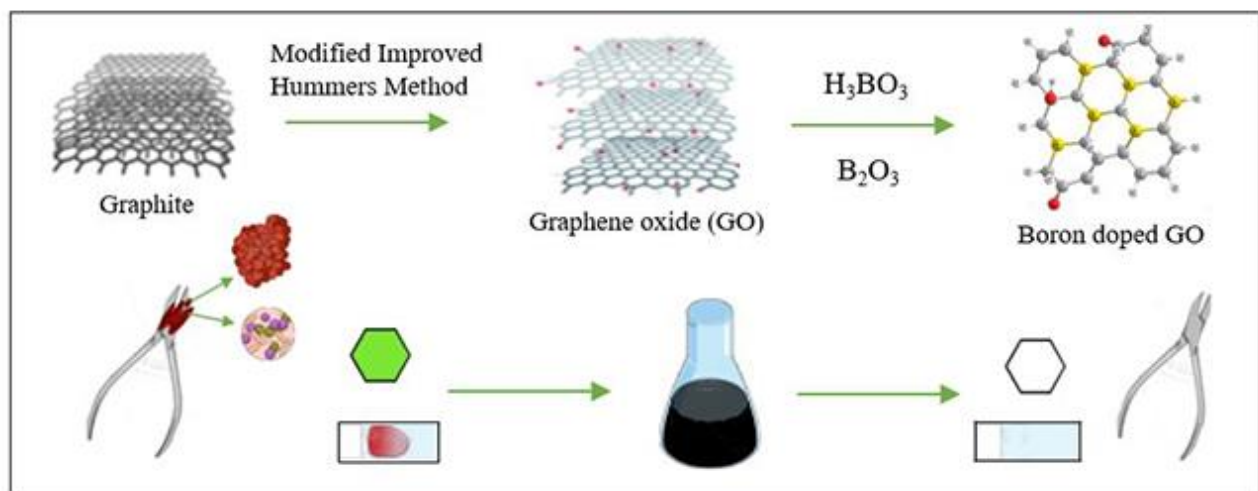


Figure. Modifiye Geliştirilmiş Hummers Yöntemiyle GO Üretim Akışı (Production flow of GO using Modified Improved Hummers method)

Purpose and Scope

Today, chemical-containing cleaning solutions used in washing machines in the dental sterilization unit, composite fillers and bonding cements that have dried on metal hand tools cannot be removed from stainless steel dental hand tools. Before sterilization, additional mechanical cleaning is performed on the stainless steel hand tools. The purpose of this study is to synthesize boron-doped GO (BGO) sterilization pre-treatment solution to be used in the pre-sterilization cleaning step of dental hand instruments.

Design/methodology/approach

Doping of the hexagonal structure of carbon atoms in graphene oxide was achieved by boron atoms on to the carbon atoms and bonding them covalently. The dental hand instrument cleaned with BGO solution was compared with the equivalent solution used in dentistry. The effectiveness of the synthesized sterilization pretreatment solution was determined using washing efficiency control indicators in accordance with TS EN ISO 15883-1 standard.

"The doping of the hexagonal structure of the carbon atoms in the GO ring was achieved by covalently bonding boron atoms onto the carbon atoms."

[†] Corresponding author: banuturkaslan@sdu.edu.tr, +90-246-211-1389

Findings

While the washing efficiency of boron solutions was similar at low temperatures, it was observed by the color transformation on the indicator papers that the washing efficiency increased as the temperature was increased.

Research limitations/implications (if applicable)

It was concluded that different boron concentration should be studied in order to improve the antibacterial effect.

Originality

Boric acid and boron oxide, known as antiseptic and anti-infective, have been used in the sterilization of dental hand instrument, which has never been studied before.

1. Giriş (Introduction)

Sağlık alanında kullanılan el aletleri ve ekipmanları taşıdıkları biyo-yükleri sebebi ile hem sağlık personeli hem de çevre için enfeksiyon kaynağıdır. Enfeksiyonlardan korunabilmek için tüm araç ve gereçler temizlenmeli ve sterilize edilmelidir. El aletlerindeki kir, doku artıkları, yabancı madde ve partiküllerin uzaklaştırılma işlemi olan temizlik, sterilizasyon döngüsünün ilk ve en önemli adımıdır (Samastı vd., 2008; WHO ve PAN, 2016). Sterilizasyon, mikroorganizmaların miktarı, türü, doğal direnci ve yapısal özellikleri (biyofilm gibi), kullanılan sterilizasyonun gücü, temas süresi, yoğunluğu, çevresel özellikler (sıcaklık, pH, organik-inorganik) gibi birçok faktörden etkilenir. Temizleme ve sterilizasyon için mevcut ticari kimyasal alternatifler klor ve amonyak içermektedir. Aletlerin temizliği sırasında ısı ortamından dolayı ön sterilizasyon solüsyonları buharlaşmaktadır. Petrol türevlerinden meydana gelen temizlik maddelerinin solunması halinde tehlikeli etkiler meydana gelebilmektedir. Temizlik ve sterilizasyon için kullanılan maddeler, aletlerle uyumlu, istenen seviyede etkinlik gösteren, kolay durulanabilir, çevre için güvenli ve ekonomik olmalıdır (Erbil, 2005; Vries, 2014).

Antiseptik ve anti-enfektif olarak bilinen borik asit (H_3BO_3 veya $B(OH)_3$) (Eseceli vd., 2018); optik durulama (Lehmann vd., 2010), gargara (Sağlam vd., 2013), sterilizasyon işlemleri (Zer vd., 2020), antibakteriyel ajanlar (Zan vd., 2013) ve pomatlar (Demirci vd., 2015) olarak enfeksiyonlarda da kullanılmaktadır. Susuz borik asit olarak da bilinen bor oksit ise (B_2O_3), bor yüzdesi en fazla olan borun temel oksididir (Çakmak ve Özcan, 2022). Ürünün kalitesini etkileyen su buharı çıkmaması nedeniyle, birçok özel bor kimyasalının üretiminde borik asit yerine kullanılmaktadır (Yılmaz, 2009).

Son yıllarda yapılan çalışmalar incelendiğinde borik asidin *Listeria (L.) monocytogenes* ve *Staphylococcus (S.) aureus*'a karşı antibakteriyel etkinliğe sahip olduğu gözlenmiştir (Ilhan vd., 2019). Yapılan çalışmalar geliştirilerek yara tedavisinde kullanılan gümüş nitrattı süngerlerin yerine borik asit kullanarak yaraların tedavi sürelerinde kısaltmalar tespit edilmiştir (Kapukaya ve Kulahci, 2020). 2021 yılında yapılan başka bir çalışmada ise kolon kanseri hücrelerinin temizlenmesinde farklı konsantrasyonlarda bor oksit kullanarak, bor oksitin kanser hücrelerine etki ederek sağlıklı dokulara daha az zarar verdiğini ortaya koymaktadır (Albuz vd., 2019).

GO, sp² ve sp³ hibritleşmesi yapabilen karbonları ve çok sayıda oksijen içeren fonksiyonel grupları içeren 2 boyutlu (2D) grafenin oksitlenmiş türevidir. GO sahip olduğu hidroksil, epoksi ve karboksil gibi fonksiyonel gruplar sonucunda sulu çözeltilerde yüksek çözünürlüğe sahiptir (Ray, 2015). GO tabakaları bazal düzlemde nispeten hidrofobik, kenar bölgelerinin hidrofilik olduğu uçtan merkeze doğru dağılan amfifilik bir yapıya sahiptir. Amfifilik yapısı arayüzeyler arasında enerjiyi azaltarak yüzey aktif madde gibi davranmasını sağlar (Shao vd., 2014). GO, ilaç ve gen dağıtımı (Lu vd., 2012; Nanda vd., 2015), antibakteriyel (Dimiev ve Eigler, 2017; Sun vd., 2020), biyogörüntüleme (Lee vd., 2016) kanser tedavisi (Goenka vd., 2014) ve X-ray kalkanlama (Turkaslan vd., 2022) gibi birçok farklı alanda kullanılmaktadır (Agnoli ve Favaro 2016).

Bu çalışmada, dental el aletlerinin sterilizasyon öncesi temizleme adımında kullanmak için bor katkılı GO (BGO) sterilizasyon ön işlem solüsyonu sentezlenmiştir. H_3BO_3 'ün sağlık alanında çok farklı araştırmalarda yer almasına rağmen temizleme veriminin dental el aleti üzerindeki etkileri henüz araştırılmamıştır. B_2O_3 ile yapılan çalışmalar son yıllarda ivme kazanmakla beraber benzer bir çalışma literatürde bulunmamaktadır.

GO, Modifiye Geliştirilmiş Hummers yöntemiyle sentezlenmiştir. GO, grafitin H_2SO_4 ile işlendiği $NaNO_3$ ve ekstra HNO_3 kullanılmadan daha uzun süreli mekanik karıştırmaya dayalı bir süreci kapsayan grubumuz tarafından geliştirilmiş Modifiye Geliştirilmiş Hummers yöntemi ile sentezlenmiştir. Bor kaynağı olarak H_3BO_3 ve B_2O_3 kullanılmıştır. GO halkasında ki karbon atomlarının altıgen yapısının katılanması, karbon atomları üzerine bor atomlarının kovalent olarak bağlanmasıyla gerçekleştirilmiştir (Rani ve Jindal, 2013).

Sentezlenen sterilizasyon ön işlem solüsyonunun etkinliği, TS EN ISO 15883-1 standardına (Renders vd., 2019) uygun olarak yıkama etkinlik kontrol indikatörleri ile muamele edilerek gerçekleştirilmiştir. Bu indikatörler cerrahi aletleri temsil eden metal veya plastik bir taşıyıcı aparat üzerine yerleştirilmiş taklit kirleri içermektedir. Buna ilaveten yıkama etkinlik kontrol indikatörleri ile muamele edilen, diş hekimliğinde kullanılan muadili solüsyon ile aynı prosedürde kademeli olarak arttırılan farklı sıcaklık değerlerinde (55°C, 70°C ve 90°C) karşılaştırılmıştır. GBA ve GBO ve sterilizasyon ön işlem solüsyonunun sektörde kullanılan muadil ürünle optimize edilen konsantrasyonlarda antibakteriyel aktivitesinin karşılaştırılması *laboratuvar ortamında* agar kuyucuk difüzyon yöntemi kullanılarak yapılmıştır.

2. Materyal ve Yöntem (Material and Method)

2.1. GO Sentezi (Synthesis of GO)

GO, Modifiye Geliştirilmiş Hummers Metodu kullanılarak sentezlenmiştir. Sentez için Grafit flake (≥ 75 %min), Sülfürik asit (H_2SO_4 , %98), Potasyum permanganat ($KMnO_4$, %99), Hidrojen peroksit (H_2O_2 , %30), Hidroklorik asit (HCl , %37) Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir.

Buz banyosunda bulunan 50 ml H_2SO_4 içerisine önce grafit (2 g) ardından $KMnO_4$ (6 g) kademeli olarak eklenerek karıştırılmıştır. Daha sonra karışıma 300 mL deiyonize su ilave edilmiş ve karıştırmaya devam edilmiştir. Yükseltgenmeyi işlemi durdurmak ve yapıdaki safsızlıkları uzaklaştırmak için sırasıyla 2 ml H_2O_2 ve HCl ilave edilerek süzölmüştür. Sentezlenen grafit oksitten 1 g alınarak 350 mL saf su içerisinde dispers edildikten sonra sırasıyla 2 saat sonike edilip santrifüjlenerek GO elde edilmiştir.

2.2. BGO Sterilizasyon Ön İşlem Solüsyonunun Hazırlanması (Preparation of BGO Pre-Sterilization Solution)

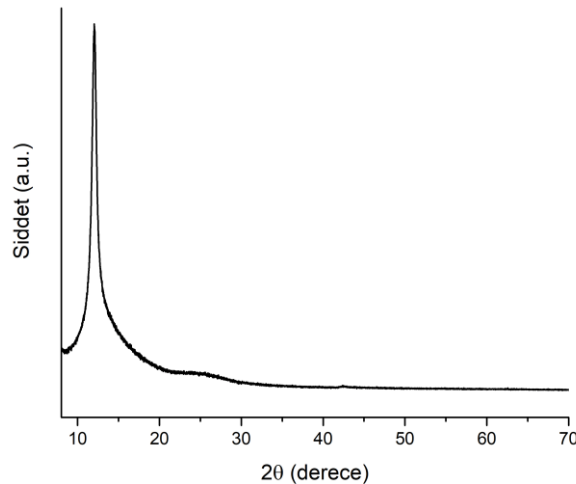
BGO, sterilizasyon ön işlem solüsyonunun hazırlanması işleminde H_3BO_3 (Eti Maden, $\geq 99.5\%$) ve B_2O_3 (Eti Maden, $\geq 98.0\%$) bor kaynağı olarak kullanılmıştır.

GO'ya bor atomu katkılanmasında H_3BO_3 ve B_2O_3 kullanılarak iki farklı sterilizasyon ön işlem solüsyonu sentezlenmiştir. GBA ve GBO çözeltilerinin her biri için GO'nun 100 mL (%1 w/v) çözeltisi hazırlanarak oda sıcaklığında manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Hazırlanan GO çözeltisi içerisine H_3BO_3 ve B_2O_3 optimize edilen derişimde (%2 w/v) ilave edilerek iki farklı solüsyon önce manyetik karıştırıcı ardından ultrasonik banyoda sonike edilmiştir.

3. Deneysel Sonuçlar (Experimental Results)

3.1. GO'nun Karakterizasyonu (Characterization of GO)

GO yapısına ait XRD spektrumu incelendiğinde GO için $2\theta=12^\circ$ değerinde GO'nun karakteristik zirvesi gözlenmektedir (Şekil 1) (Truong vd., 2020).



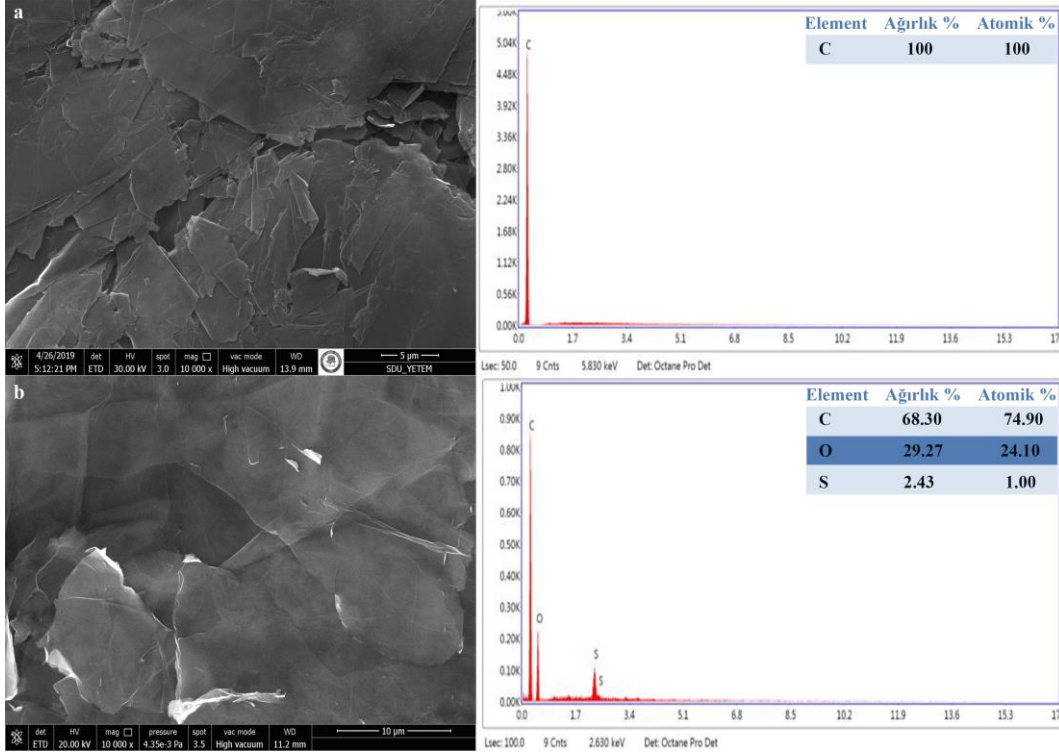
Şekil 1. GO'nun XRD Spektrumu (XRD Spectrum of GO)

Saf grafitle karşılaştırıldığında katmanlar arasında fonksiyonel grupların yerleşmesi sonucu tabakalar arası mesafe 0,81 nm olarak artmıştır (Tablo 1).

Tablo 1. Grafit ve GO'nun pik analizi (Peak assignment of graphite and GO)

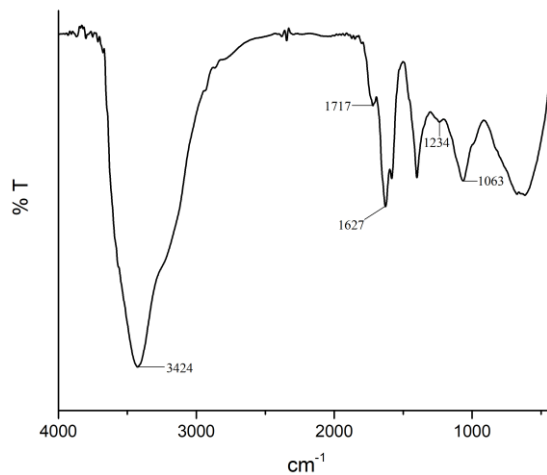
Materyal	2 (θ)	d (nm)	Katman Sayısı
Grafit	26,02	0,34	47
GO	12,01	0,82	14

Şekil 2'deki SEM görüntülerinde GO yapısının dalgalı görümlü ve tabakalı bir formda olduğu saptanmıştır. EDS analizlerinde görüldüğü gibi, katmanlı GO morfolojisini oluşturan grafitin oksidasyonu sonucu katmanlar arasında fonksiyonel gruplar eklenmiştir.



Şekil 2. (a) Grafit ve (b) GO'nun SEM/EDS görüntüleri (SEM/EDX image of graphite (a) and GO (b))

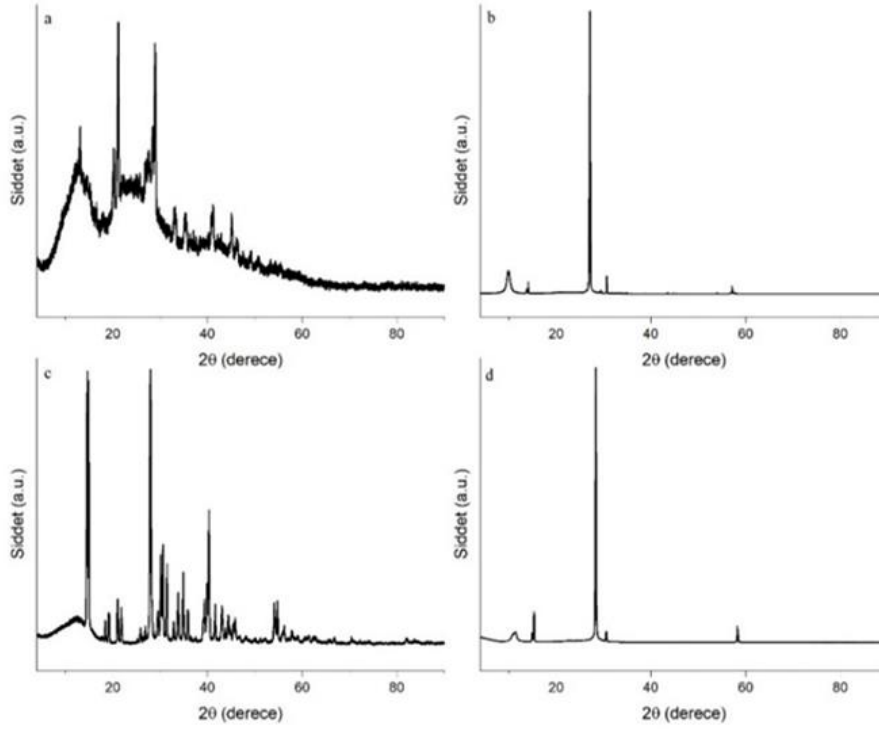
Şekil 3'te GO yapısına ait bağ yapıları ve fonksiyonel grupları gösteren FTIR spektrumu incelendiğinde GO'nun 3424 cm^{-1} 'de -OH, 1717 cm^{-1} 'de C=O, 1627 cm^{-1} 'de C=C, 1234 cm^{-1} 'de C-O ve 1063 cm^{-1} 'de C-O titreşimlerine ait olduğu görülmektedir.



Şekil 3: GO'nun FTIR spektrumu (FTIR Spectrum of GO)

3.2. Solüsyonların Karakterizasyon Sonuçları (Characterization Results of Solutions)

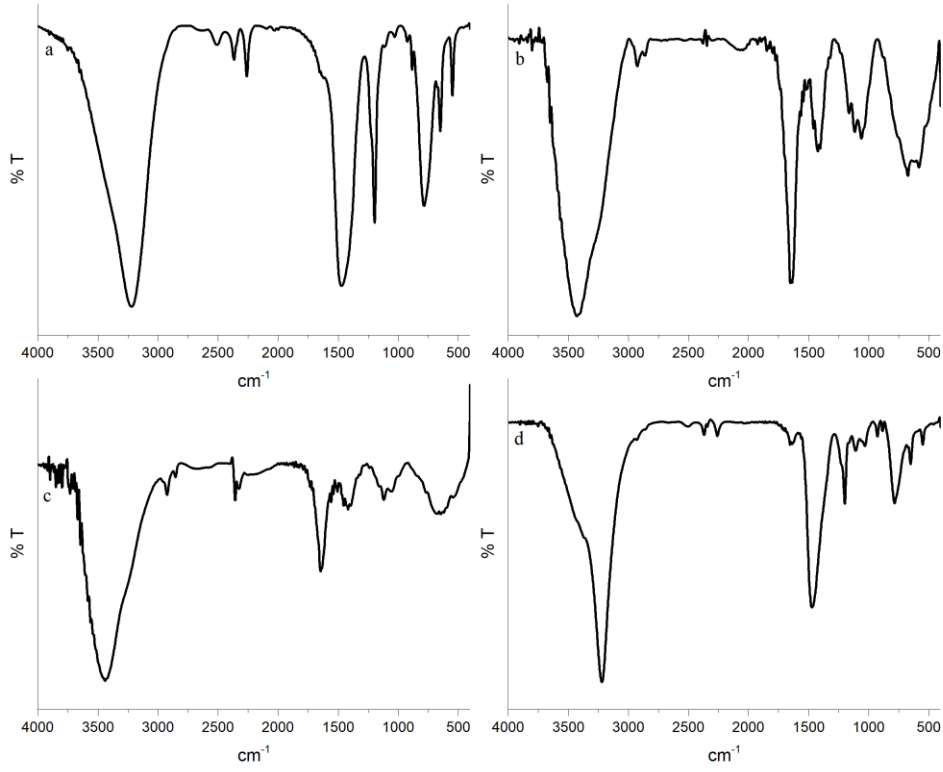
Şekil 4(b) incelendiğinde GBA içerisinde ki $2\theta=11.38^\circ$ 'deki kırınım piki GO yapısına, $2\theta= 14, 27.16$ ve 57° 'deki düşük yoğunluklu pikler H_3BO_3 'ün kristal yapısına (Zhang vd., 2019; AL-Taie vd., 2014) aittir. GBO'ya ait XRD spektrumu incelendiğinde ise $2\theta=15, 28^\circ$ 'deki pikler ise GBO içerisinde ki B_2O_3 kristal yapısına ait piklerdir (Şekil 4 (d)) (Ojha vd., 2018).



Şekil 4. (a) H_3BO_3 , (b) GBA, (c) B_2O_3 ve (d) GBO Solüsyonlarının XRD spektrumları (XRD spectrum of (a) H_3BO_3 , (b) GBA, (c) B_2O_3 ve (d) GBO solutions)

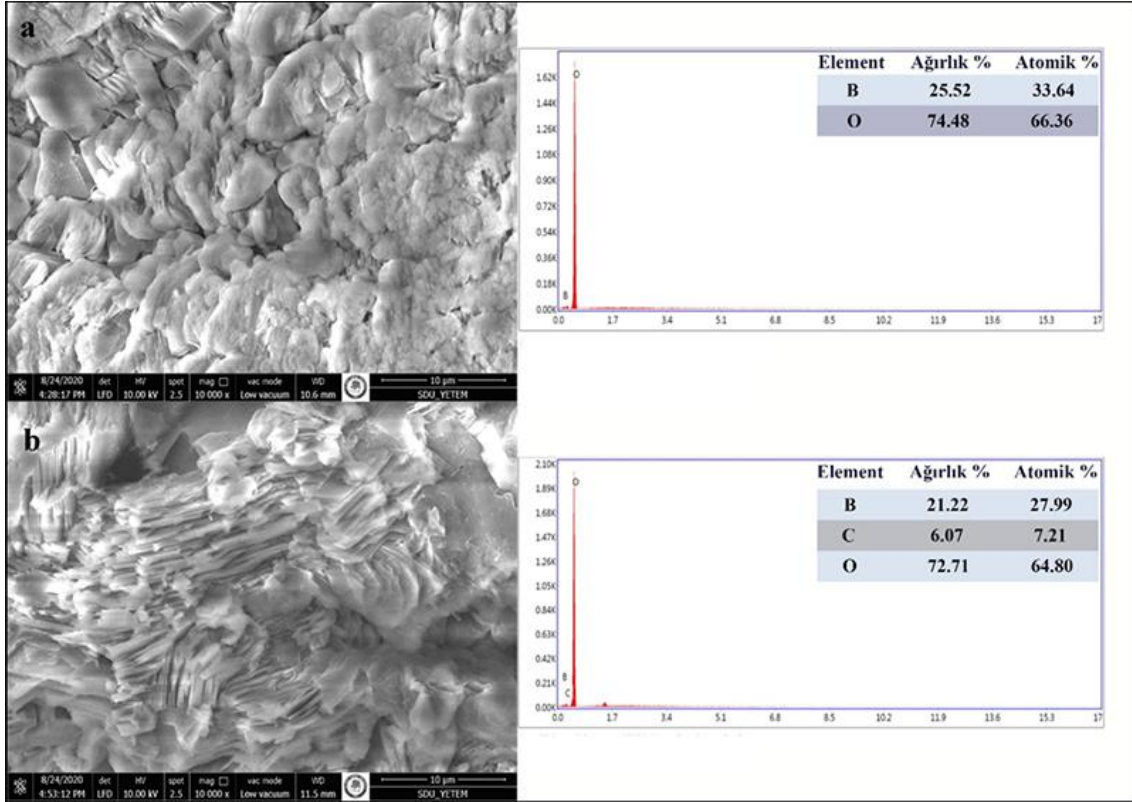
FTIR spektrumu incelendiğinde (Şekil 5) GBA ve GBO yapılarına ait O-H gerilme titreşiminin sırasıyla 3430 cm^{-1} ve 3220 cm^{-1} 'de gözlenmiştir. GBA yapısında 570 ve 670 cm^{-1} 'deki bantlar O-B-O halka gerilmesine, 1651 cm^{-1} dalga sayısındaki bant GO'ya ait C=C titreşimine ve $1164-1062\text{ cm}^{-1}$ 'deki B-C germe titreşimlerine ait bant ise karbon ağındaki bor katkısını doğrulamaktadır (Zhang vd., 2016; Wang vd., 2016; Sankaran,ve Viswanathan, 2007; Sahoo vd., 2015).

GBO spektrumunda ki 1645 cm^{-1} 'de bant GO'nun C=C gerilmesine, 2369 ve 2254 cm^{-1} 'de gözlenen titreşim bantları ise B-H titreşim bandına aittir. 1476 cm^{-1} 'de meydana gelen pikler B_2O_3 GO oluşumunu destekleyen B-O gerilme titreşimine aittir (Moon vd., 2004; Xue vd., 2013). $1196-1035\text{ cm}^{-1}$ arasında B-C gerilme titreşiminden kaynaklanan pikler ise karbon kafesindeki borun katkısını doğrulamaktadır (Sankaran,ve Viswanathan, 2007; Sahoo vd., 2015; Moon vd., 2004).



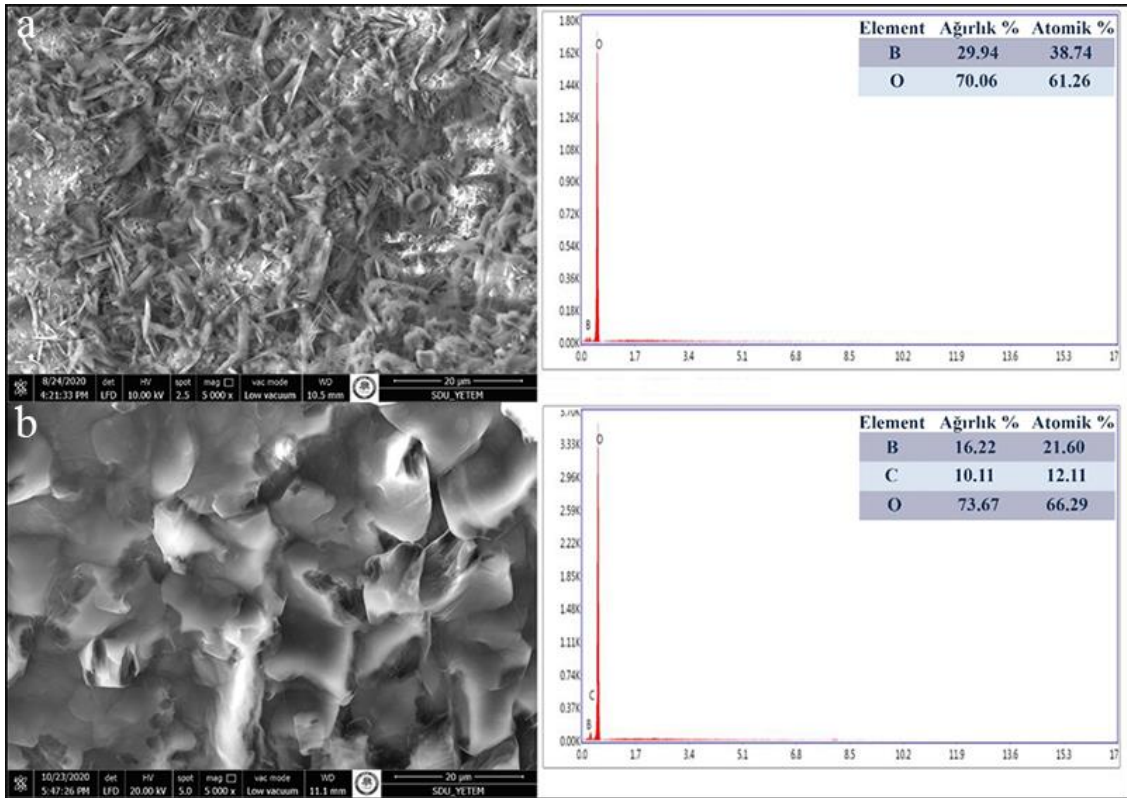
Şekil 5. (a) H₃BO₃, (b) GBA, (c) B₂O₃ ve (d) GBO solüsyonlarının FTIR spektrumu (FTIR spectrum of (a) H₃BO₃, (b) GBA, (c) B₂O₃ ve (d) GBO solutions)

Şekil 6 incelendiğinde GO'nun H₃BO₃ ile katkılanmasından sonra H₃BO₃ kristal taneciklerini GO'nun tabakaları arasında dağıtarak homojen bir morfoloji oluşturduğu görülmektedir.



Şekil 6. a) H_3BO_3 ve b) GBA SEM/EDS görüntüsü (SEM/EDX image of H_3BO_3 ve b) GBA)

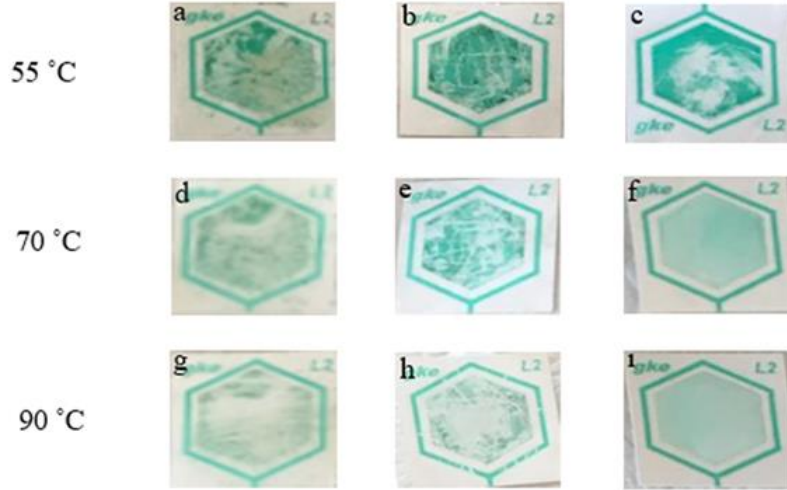
Şekil 7 incelendiğinde B_2O_3 nano yapısı gereği kümelenmiş yapıda küresel forma yakın morfolojidedir (Demirci vd., 2015). GBO yapısı oluşumu bütünleşen yapı ve EDS analiz sonuçlarında ki karbon varlığı ile de desteklenmiştir.



Şekil 7. a) B_2O_3 ve b) GBO SEM/EDS (SEM/EDX image of a) B_2O_3 ve b) GBO)

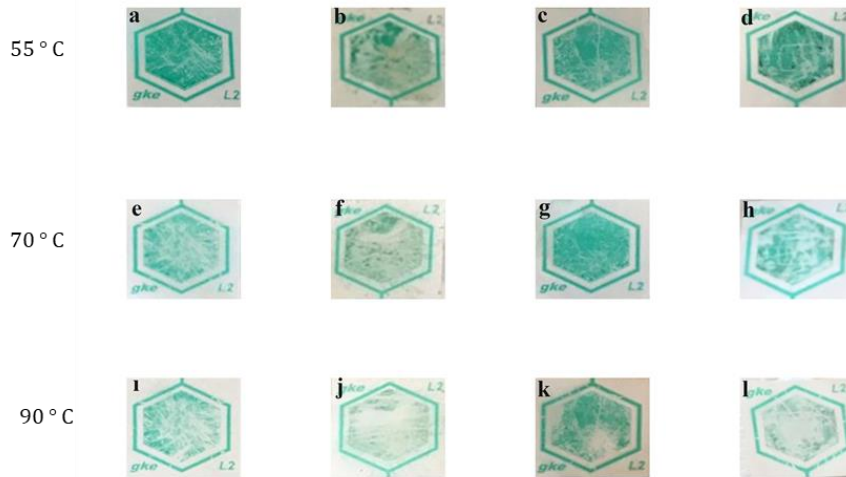
3.3. Solüsyonların Yıkama Verimliliği Sonuçları (Washing Efficiency Results of Solutions)

%2 H₃BO₃ ve B₂O₃ katkılı GO sterilizasyon ön işlem solüsyonlarının yıkama etkinlik tespiti için muadil solüsyon kontrol grubu seçilerek sentezlenen GBA ve GBO solüsyonlarının içerisine yıkama etkinlik kontrol indikatörleri ilave edilerek farklı sıcaklıklardaki (55°C, 70°C ve 90°C) etkinlikleri karşılaştırılmıştır. %2 bor katkılı GO çözeltilerinin düşük sıcaklıklarda birbirine ve muadil çözelti ile benzer etkinlikte iken artan sıcaklıkla beraber sentezlenen çözeltilerinin yıkama etkinliklerinin arttığı indikatör kağıtlarında ki renk dönüşümü ile gözlemlenmiştir (Şekil 8).



Şekil 8. %2 GBA (a,d,g), %2 GBO (b,e,h) ve Referans Çözeltilerinin (c,f,i) Yıkama Verimliliği Sonuçları (Washing Efficiency Results of %2 GBA (a,d,g), %2 GBO (b,e,h) and Reference Solutions (c,f,i))

Sentezlenen sterilizasyon ön işlem solüsyonlarının yıkama etkinliklerinin daha iyi anlaşılabilmesi için H₃BO₃ ve B₂O₃ çözeltilerinin GO ile katkılamaadan saf çözeltileri hazırlanıp içerisine yıkama etkinlik kontrol indikatörleri ilave edilerek değişen sıcaklıklardaki (55°C, 70°C ve 90°C) etkinlikleri Şekil 9'da gösterilmiştir.



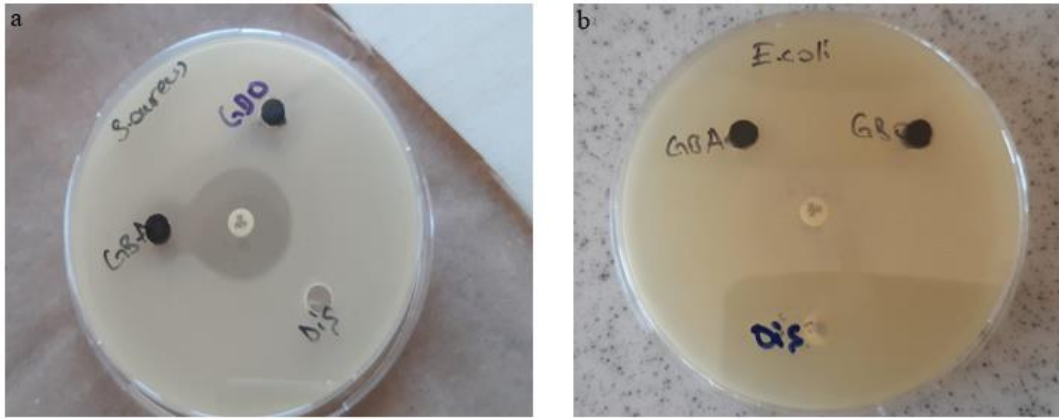
Şekil 9. %2 H₃BO₃ (a,e,i), %2 GBA (b,f,j) ve %2 B₂O₃ (c,g,k), %2 GBO Çözeltilerinin (d,h,l) Yıkama Verimliliği Sonuçları (Washing efficiency results of %2 H₃BO₃ (a,e,i), %2 GBA (b,f,j) and %2 B₂O₃ (c,g,k), %2 GBO solutions (d,h,l))

Şekil 9 incelendiğinde %2 H₃BO₃ katkılı GO çözeltisinin, saf %2'lik H₃BO₃ çözeltisine göre yıkama veriminin daha etkin olduğu indikatör kağıtlarındaki renk dönüşümü ile gözlemlenmiştir. Benzer şekilde GBO çözeltisinin, saf %2'lik B₂O₃ çözeltisine göre yıkama veriminin daha etkin olduğu buna ilaveten her iki bor kaynağı ile katkılanmış

yapıların düşük sıcaklıklarda benzer iken artan sıcaklıkla paralel olarak yıkama etkinliklerinin arttığı indikatör kağıtlarındaki renk dönüşümü ile gözlemlenmiştir.

3.4. Antibakteriyel Etkinin Değerlendirilmesi (Assessment of Antibacterial Effect)

Optimize edilen konsantrasyonlarda antibakteriyel aktiviteyi kuyucuk difüzyon yöntemi kullanılarak gram pozitif (*Staphylococcus aureus*) ve gram negatif (*Escherichia coli*) bakteriler için 24 saatlik inkübasyon sonucuna göre değerlendirilmiştir (Şekil 10).



Şekil 10. a) GBA, GBO ve Referans çözeltinin *S. aureus* (a) ve *E. coli* (b) Üzerine Etkisi (Effect of GBA, GBO and Reference solution on *S. aureus* (a) and *E. coli* (b))

Kuyucuk difüzyon yönteminde test edilecek maddeyi içeren bir kuyucuk sistemi ve test organizmasının bulunduğu uygun bir besiyeri kullanılmaktadır. Kuyucuklara koyulan maddenin konsantrasyonunun artması veya azalması ile aktivitenin oluşturduğu inhibisyon zonlarının çaplarının doğru orantılı olarak artması veya azalması beklenmektedir. 24 saatlik inkübasyon süresi sonunda sonuçlar değerlendirildiğinde sektörde kullanılan muadil solüsyon da dahil olmak üzere sentezlenen borla katkılanmış GO yapılarında da antibakteriyel etki gözlenmemiştir.

4. Sonuç ve Tartışma (Result and Discussion)

Bu çalışmada H_3BO_3 ve B_2O_3 katkılı GO'nun sterilizasyon ön işlem solüsyonu olarak kullanılabilirliği deneysel olarak araştırılmıştır. Optimize edilen deney koşullarında sentezlenen solüsyonlarının karakterizasyon sonuçlarının belirlenmesinde XRD, FTIR ve SEM/EDS analizleri kullanılmış ve elde edilen sonuçlar GO'ya bor atomunun katkılanması doğrulanmıştır.

%2 bor katkılı GO çözeltilerinin sterilizasyon ön işlem solüsyonlarının yıkama etkinliklerinin GO yapısına katkılanmasıyla arttığı görülmüştür. Bu sonucun GO'nun moleküler veya koloidal bir yüzey aktif madde olarak davranması ara yüzeydeki gerilimi azaltarak sterilizasyon ön işlem solüsyonunun dental el aletleri ile temasını arttıran yönde etki etmesi ile açıklanabilmektedir. Buna ilaveten %2 bor katkılı BGO solüsyonlarının düşük sıcaklıklarda birbirine benzer ve muadil çözelti ile benzer etkinlikte iken artan sıcaklıkla paralel olarak yıkama etkinliklerinin arttığı gözlemlenmiştir.

Antibakteriyel etki sonuçları değerlendirildiğinde sektörde kullanılan muadil ürün de dahil olmak üzere çözeltilerde belirlenen konsantrasyonlarda antibakteriyel etki gözlenmemiştir. Borik asitin antibakteriyel, antikandidal ve antifungal aktivite gösterdiği çeşitli çalışmalarda ispatlanmıştır (Xue vd., 2013; Karaarslan vd., 2005; Yılmaz, 2012). İnsan kök kanallarındaki *E. Faecalis* biyofilmleri üzerindeki en etkili bakterisidal koşulların %6 borik asit konsantrasyonunda ulaşıldığı (Saglam vd., 2013), başka bir çalışmada borik asidin 20 farklı mikroorganizmanın tümüne karşı %6 konsantrasyonda ilk dakikadan itibaren etkin olduğu bulunmuştur (Zer vd., 2020). Yapılan literatür çalışmaları göz önüne alındığında BGO yapısındaki H_3BO_3 ve B_2O_3 farklı sağlık uygulamalarında antibakteriyel etkisi ispatlanmıştır. GO için yine bir diş malzemesi olan diş implantlarında yapmış olduğumuz 'Antibakteriyel Dental İmplant Ve Abutment Geliştirilmesi İçin Yeni Bir Kaplama Yöntemi' isimli ticarileşmiş patentimizde de GO nun aynı miktarı (%1 w/v) ile antibakteriyel etkinin sağlandığı gözlenmiştir. İleri ki çalışmalarda optimize edilmiş aynı deneysel koşullarda farklı derişim değerlerinde H_3BO_3 ve B_2O_3 çalışmalar yapılarak antibakteriyellik etkinin geliştirilebileceği düşünülmektedir.

Teşekkür (Acknowledgement)

Bu araştırma, TÜBİTAK Üniversitesi Öğrenci Araştırma Projeleri Desteği tarafından 2209/A 1919B011903903 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması (Conflict of Interest)

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir. No conflict of interest was declared by the authors.

Kaynaklar (References)

- Agnoli, S., Favaro, M., 2016. Doping graphene with boron: a review of synthesis methods, physicochemical characterization, and emerging applications. *Journal of Materials Chemistry A*, 4, 5002-5025.
- Albuz, O., Dulger, D., Tunalı, B.Ç., Aydın, F., Yalcin, S., Turk, M., 2019. Effects of B2O3 (boron trioxide) on colon cancer cells: our first-step experience and in vitro results. *Turkish journal of biology*, 43 (3), 209-223.
- AL-Taie, M.H., Chyad, F.A., AlaaJaber, H., 2014. An Experimental Investigation of B4C Preparation from Boric Acid-Polymeric Gel Precursors at Low Temperature. *Iraqi journal of mechanical and material engineering*, 14 (4), 408-422.
- Cakmak, A., Ozcan, H., 2022. Bor oksit nanoparçacıklarının dizel yakıt katkısı olarak kullanılabilirliğinin araştırılması. *Journal Of Boron*, 7 (1), 420 – 429.
- Demirci, S., Dogan, A., Karakus, E., Halici, Z., Topcu, A., Demirci, E., Sahin, F., 2015. Boron and Poloxamer (F68 and F127) Containing Hydrogel Formulation for Burn Wound Healing. *Biological Trace Element Research*, 168 (1), 169-180.
- Dimiev, A.M., Eigler, S., 2017. *Graphene Oxide: Fundamentals and Applications* (Eds.), John Wiley & Sons, ISBN: 978-1-119-06940-9.
- Erbil, H., 2005. Yıkayıcı-Dezenfektörler ile Temizleme-Dezenfeksiyon İşlemleri. 4. Uluslararası Sterilizasyon Dezenfeksiyon Kongresi, 323-334.
- Eseceli, H., Aydın, T., Gönen, B., 2018. Bor'un İnsan Sağlığı ve Beslenme Üzerine Etkisi. *Süleyman Demirel Üniversitesi Sağlık Bilimleri Dergisi*, 9 (2), 119-122.
- Goenka, S., Sant, V., Sant, S., 2014. Graphene-based nanomaterials for drug delivery and tissue engineering. *Journal of Controlled Release*. Elsevier B.V., 173 (1), 75-88.
- Ilhan, Z., Ekin, İ.H., Gulaydin, Ö., 2019. Borik Asit Solüsyonunun *Listeria monocytogenes* ve *Staphylococcus aureus*'a Karşı Antimikrobiyel Etkisi. *Van Veterinary Journal*, 30 (3), 163-166.
- Kapukaya, R., Kulahci, O., 2020. Doku Defektine Sahip Yaraların Borik Asit İçeren Poliüretan Süngerle Tedavisi. *Journal Of Boron*, 5 (2), 83 – 90.
- Karaarslan, A., Ozcan, M., Ozcan, M., 2005. The Efficacy of Boric Acid in Otomycosis: An in Vitro Study. *The Mediterranean Journal of Otology*, 2, 1-4.
- Lee, J., Kim, J., Kim, S., Min, D., 2016. Biosensors based on graphene oxide and its biomedical application. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 13.
- Lehmann, D.M., Cavet, M.E., Richardson, M.E., 2010. Nonclinical safety evaluation of boric acid and a novel borate-buffered contact lens multi-purpose solution. *Biotrue™ multi-purpose solution. Contact Lens & Anterior Eye*, 33 (1), 24-32.
- Lu, Y.J., Yang, H.W., Hung, S.C., Huang, C.Y., Li, S.M., Ma, C.C.M., Chen, P.Y., Tsai, H.C., Wei, K.C., Chen, J.P., 2012. Improving thermal stability and efficacy of BCNU in treating glioma cells using PAA-functionalized graphene oxide. *International Journal of Nanomedicine*, 7, 1737-1747.
- Moon O.M., Kang B.C., Lee S.B., Boo J.H., 2004. Temperature effect on structural properties of boron oxide thin films deposited by MOCVD method. *Thin Solid Films*, 464, 164-169.
- Nanda, S.S., Papaefthymiou, G.C., Yi, D.K. 2015. Functionalization of Graphene Oxide and its Biomedical Applications. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 40(5), 291-315.
- Ojha, P.K., Maji, R., Karmakar, S., 2018. Effect of crystallinity on droplet regression and disruptive burning characteristics of nanofuel droplets containing amorphous and crystalline boron nanoparticles. *Combustion and Flame*, 188, 412-427.
- Rani, P., Jindal, V.K., 2013. Designing band gap of graphene by B and N dopant atoms. *The Royal Society of Chemistry*, 3, 802-812.
- Ray, S.C., 2015. Applications of Graphene and Graphene-Oxide Based Nanomaterials. *Applications of Graphene and Graphene-Oxide Based Nanomaterials*, 57-84.
- Renders, D.P., Ersoz, G., Ozinel, M.A., Metin, D.Y., 2019. 11. Uluslararası Sterilizasyon Dezenfeksiyon Kongresi - Kongre Kitabı (Eds.). DAS, Türkiye, 166s. ISBN: 978-605-80145-1-0
- Saglam, M., Arslan, U., Bozkurt, S.B., Hakki, S.S., 2013. Boric Acid Irrigation as an Adjunct to Mechanical Periodontal Therapy in Patients With Chronic Periodontitis: A Randomized Clinical Trial. *Journal of Periodontology*, 84 (9), 1297-1308.
- Sahoo, M., Sreena, K.P., Vinayan, B.P., Ramaprabhu, S., 2015. Green synthesis of boron doped graphene and its application as high performance anode material in Li ion battery. *Materials Research Bulletin*, 61, 383-390.
- Samastı, M., Saltoğlu, N., Öztürk, R., 2008. Hastanelerde Dezenfeksiyon: Kullanım Esasları, Yapılan Hatalar. *Hastane Enfeksiyonları*, 143-168.
- Sankaran, M., Viswanathan, B., 2007. Hydrogen storage in boron substituted carbon nanotubes. *Carbon*, 45, 1628-1635.
- Shao, J.J., Lv, W., Yang, Q.H., 2014. Self-assembly of graphene oxide at interfaces. *Advanced Materials*, 26 (32), 5586-5612.
- Sun, N., Yin, S., Lu, Y., Zhang, W., Jiang, X., 2020. Graphene oxide-coated porous titanium for pulp sealing: an antibacterial and dentine-inductive restorative material. *Journal of Materials Chemistry B*, 8, 5606-5619.
- Truong, V.T.T., Kumar, S.R., Pang, J.H.S., Liu, Y.K., Chen, D.W., Lue, S.J., 2020. Synergistic Antibacterial Activity of Silver-Loaded

- Graphene Oxide towards Staphylococcus Aureus and Escherichia Coli. *Nanomaterials*, 10 (2), 366.
- Turkaslan, S.S., Ugur S.S., Turkaslan B.E., Fantuzzi N. 2022. Evaluating the X-ray-Shielding Performance of Graphene-Oxide-Coated Nanocomposite Fabric. *Materials*, 15 (4), 1441.
- Vries, J., 2014. Sterilization Guidelines. International Committee of the Red Cross (ICRC).
- Wang Y., Wang C., Wang Y., Liu H., Huang Z., 2016. Boric acid assisted reduction of graphene oxide: A promising material for sodium ion batteries. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 8 (29), 18860-18866.
- World Health Organization (WHO), Pan American Health Organization (PAN), 2016. Decontamination and Reprocessing of Medical Devices for Health-care Facilities. World Health Organization and Pan American Health Organization, ISBN 978-92-4-154985-1.
- Xue, Y., Yu, D., Dai, L., Wang, R., Li, D., Roy, A., Lu, F., Chen, H., Liu, Y., Qu, J., 2013. Threedimensional B,N-doped graphene foam as a metal-free catalyst for oxygen reduction reaction. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 15 (29), 12220-12226.
- Yılmaz, M.A., 2009. Amonyum Pentaborat Oktahidratın Akışkan Yatakta Kalsinasyonu İle Bor Oksit Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 84s, Şanlıurfa.
- Yılmaz M.T., 2012. Minimum inhibitory and minimum bactericidal concentrations of boron compounds against several bacterial strains. *Turk J. Med. Sci.*, 42,1423- 1429.
- Zan, R., Alici, O., Hubbezoglu, I., Ozdemir, A. K., Tunç, T., Sumer, Z., 2013. Antibacterial Effect of Different Concentration of Boric acid against Enterococcus Faecalis Biofilms in Root Canal. *Marmara Dental Journal*, 2, 76-80.
- Zer, Y., Karabacak, F.N., Manay A.B., 2020. Borik asitin dezenfektan etkinliğinin araştırılması. *Turkish Journal of Hygiene and Experimental Biology*, 79 (1), 145-152.
- Zhang, R., Xie, Y., Song, J., Xing L., Kong, D., Li, X.M., He, T., 2016. Extraction of boron from salt lake brine using 2-ethylhexanol. *Hydrometallurgy*, 160, 129- 136.
- Zhang, W., Liu, T., Xu, J., 2012. Preparation and characterization of 10B boric acid with high purity for nuclear industry. *Springer Plus*, 5, 1202-1211.