

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MEDİKAL ALANDA KULLANILAN
TEKSTİLLERDE ANTİBAKTERİYEL ETKİLER
İÇİN SOL-JEL UYGULAMALARI

Simla ŞAHİN

Ekim, 2011
İZMİR

**MEDİKAL ALANDA KULLANILAN
TEKSTİLLERDE ANTİBAKTERİYEL ETKİLER
İÇİN SOL-JEL UYGULAMALARI**


**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi
Tekstil Mühendisliği Bölümü**

Simla ŞAHİN



**Ekim, 2011
İZMİR**

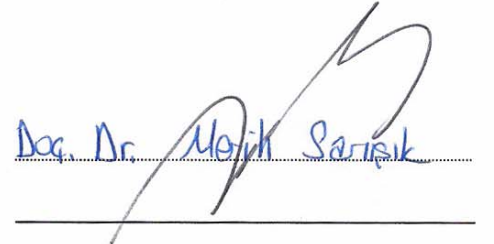
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

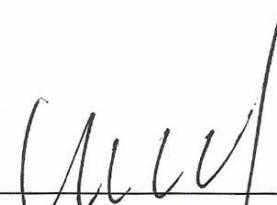
SİMLA ŞAHİN, tarafından DOÇ DR. AYSUN AKŞİT yönetiminde hazırlanan “MEDİKAL ALANDA KULLANILAN TEKSTİLLERDE ANTİBAKTERİYEL ETKİLER İÇİN SOL-JEL UYGULAMALARI” başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.


Doç. Dr. Aysun AKŞİT

Yönetici


Prof. Dr. Erdal Colik

Jüri Üyesi


Doç. Dr. Mehmet Sarıoğlu
Jüri Üyesi


Prof. Dr. Mustafa SABUNCU
Müdür
Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜRLER

Tekstil yüzeylerinde antibakteriyel etki sağlamaya yönelik bu çalışmanın gerçekleşmesinde bilgi, tecrübe ve alt yapıları ile bu çalışmayı destekleyen değerli danışman hocam Sayın Doç. Dr. Aysun AKŞİT'e, Sayın Yard. Doç. Nurhan ONAR'a ve Sayın Yard. Doç. Bengi KUTLU'ya, antibakteriyel testlerin yapılabilmesinde önemli destek sağlayan Sayın Filiz ERSOY'a, çalışmanın yürütülmesi ve tamamlanması aşamalarında destek ve katkılarından dolayı Seta Tıbbi Cihazlar İth. İhr. Pazarlama Tic. ve San. A.Ş.,'ye ve Seta Genel Müdürü Sayın Gürhan GÜR'e, her zaman yanımda olarak maddi ve manevi desteklerini benimle paylaşan sevgili eşime, sevgili anne ve babama teşekkürlerimi arz ederim.

Simla ŞAHİN

MEDİKAL ALANDA KULLANILAN TEKSTİLLERDE ANTİBAKTERİYEL ETKİLER İÇİN SOL-JEL UYGULAMALARI

ÖZ

Yapılan bilimsel çalışmalar ve gelişen teknoloji ile insanların talepleri, yaşam standartlarındaki yükseliş her geçen gün daha da artmaktadır. Artan beklentileri karşılamak amacıyla özellikle tekstil alanında kumaşın fonksiyonelliğini öne çıkaracak ürünler geliştirilmektedir.

Bu proje çalışmasında sol jel teknolojisi kullanılarak tekstil materyallerinin antimikrobiyel özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Sol jel yöntemi ile farklı özelliklerde çözeltiler hazırlanmıştır. Sol jel çözeltilerinde antimikrobiyal etki elde etmek için Gümüş nitrat ve titanyum isopropoksit kullanılmıştır. İnorganik antibakteriyel ajanlar arasında; gümüşün çok eski zamanlardan beri enfeksiyon ile savaşta en önemli kimyasal olduğu bilinmektedir. Farklı özelliklerde yüzey aktif maddeleri çözeltilere ilave edilerek gümüş iyonlarının titanyum dioksit üzerine adsorbe olması sağlanmıştır. Gümüş iyonlarını indirgemek için Hidrazin kullanılmıştır. Hazırlanan çözeltiler farklı tipte dokuma / dokusuz tip kumaşlara aktarılmıştır. Elde edilen sonuçlar; çözeltilerde yüzey aktif madde kullanımının gümüş antibakteriyel etkisini daha da güçlendirdiğini göstermiştir.

Yapılan çalışmada özellikle medikal alanda kullanılan pamuklu dokuma ve tek kullanımlık dokusuz kumaşlarda denemeler yapılmıştır. Medikal alanda cerrahi operasyonlarda tüm sağlık personelinin, hastanın enfeksiyona karşı korunması için kullanılan koruyucu giysilerin, hasta örtülerinin antibakteriyel özellikte olması gerekmektedir. Medikal giysiler, steril ve steril olmayan alanlar arasında bariyer oluşturup, virüslerin hastalara geçişini ve sağlık personelinin özellikle kan yoluyla geçen patojenlere maruz kalmasını en aza indirmek amacıyla kullanılan, enfeksiyonları önlemek üzere tasarlanmış giysilerdir.

Anahtar sözcükler: antibakteriyel, dokusuz yüzeyler, medikal, sol jel

THE SOL-GEL APPLICATIONS FOR ANTIBACTERIAL EFFECTS ON MEDICAL TEXTILES

ABSTRACT

The scientific studies and evolving technology increases demands of people, the rise in living standards day by day. To meet the growing expectations; especially in the field of textile, products are being developed to highlight the functionality of the fabric.

In this thesis; the development of antimicrobial properties of textile materials is aimed by using sol gel technology. The solutions with different properties were prepared by sol gel method. Silver nitrate and Titanium isopropoxide were used to obtain antimicrobial effect. Silver since the ancient times of infection is known to be the most important chemical between organic antibacterial agents. Adsorption of silver ions on Titanium dioxide was provided by the addition of surface active agents in different properties. Hydrazine was used to reduce silver ions. Woven and nonwoven fabrics were coated with these prepared solutions in different properties. The obtained results showed that the antibacterial effect of silver solution was increased by the addition of surface-active agents.

In this study, cotton woven fabrics and nonwoven fabrics used in the medical field were used. Nonwoven fabrics are used for single-use medical applications. In all surgical operations in the medical field, health personnel and patient should be protected by protective clothing, protective drapes against infection. Medical clothing, creating a barrier between sterile and nonsterile areas, prevents the transfer of viruses to patients and health personnel. Use protective clothing provides to minimize exposure to blood-borne pathogens. They are designed to prevent infections of clothing.

Keywords: antibacterial, medical, nonwoven, sol gel

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU	ii
TEŞEKKÜRLER	iii
ÖZ	iv
ABSTRACT	v
BÖLÜM BİR – GİRİŞ	1
1.1 Genel Bilgiler	1
1.2 Medikal Tekstillerin Tarihçesi ve Gelişimi	3
BÖLÜM İKİ – DOKUSUZ YÜZEY TEKNOLOJİSİ	5
2.1 Tek Kullanımlık Medikal Tekstillerde Kullanılan Kumaşlar	5
2.2 Dokusuz YüzeY Teknolojisi	8
2.2.1 Doku Oluşturma	9
2.2.1.1 Kuru İşlemler	9
2.2.1.2 Yaş İşlemler	10
2.2.1.3 Sonsuz Liflerden Direkt Doku Üretimi (Spunlaid)	10
2.2.2 Dokuyu Sabit Hale Getirme	10
2.2.2.1 Kimyasal Bağlama	10
2.2.2.2 Termal Bağlama	11
2.2.2.3 Mekanik Bağlama	11
2.2.3 Son İşlemler	11
2.2.3.1 Spunlace	12
2.2.3.2 SMS	12
2.2.3.3 Spunbond	13
2.2.3.4 DuPont™ SONTARA®	13

BÖLÜM ÜÇ– SOL JEL YÖNTEMİ.....	15
3.1 Sol Jel Yöntemi	15
3.1.1 Sol Jel Yönteminin Aşamaları.....	18
3.1.1.1 Hidroliz.....	18
3.1.1.2 Kondenzasyon	18
3.1.1.2.1 Alkol Veren Tepkime	18
3.1.1.2.2 Su Veren Tepkime.....	18
3.1.1.3 Jelleşme	19
3.1.2 Sol Jel Yöntemini Etkileyen Faktörler	19
3.2 Sol Jel Yöntemi ile Yapılan Çalışmalar	23
BÖLÜM DÖRT – MATERYAL VE YÖNTEM	58
4.1 Materyal.....	58
4.2 Yöntem	60
BÖLÜM BEŞ – KARAKTERİZASYON.....	66
5.1 Uygulanan Testler	66
5.2 Antibakteriyel Ölçümler.....	67
BÖLÜM ALTI – SONUÇ	75
6.1 SMS Tip Dokusuz Yüzey Kumaş	75
6.1.1 AATCC 147 Test Sonuçları	77
6.1.2 AATCC 100 Test Sonuçları	80
6.1.3 Hidrofillik Test Sonuçları.....	81
6.2 SONTARA Tip Dokusuz Yüzey Kumaş.....	82
6.2.1 AATCC 147 Test Sonuçları	83
6.2.2 AATCC 100 Test Sonuçları	84
6.3 Pamuklu Dokuma Kumaş.....	85

6.3.1 AATCC 147 Test Sonuları	85
6.3.2 AATCC 100 Test Sonuları	86
6.4 Sonu	87
KAYNAKLAR	91

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

1.1 Genel Bilgiler

Dünyada sağlık kurallarına uygunluk konusuna verilen önem giderek artmaktadır. Medikal tekstiller olarak adlandırılan cerrahi (medikal) giysilere verilen önem de aynı hızla artmaktadır. Medikal giysiler, steril ve steril olmayan alanlar arasında bariyer oluşturup, virüslerin hastalara geçişini ve sağlık personelinin özellikle kan yoluyla geçen patojenlere maruz kalmasını en aza indirmek amacıyla kullanılan, enfeksiyonları önlemek üzere tasarlanmış giysilerdir.

Bakteri yayılmasını iki yönlü düşünmek gerekmektedir. Çünkü cerrahi operasyon sırasında enfeksiyona neden olabilecek bakteri kaynağı, sadece cerrahi ekip değildir. Hastanın kendisi de aynı zamanda bir bakteri kaynağıdır. HIV, Hepatit B, Hepatit C virüsleri, hastanın vücut sıvılarıyla temas olduğunda hastane personeline geçebilecek virüslerdir. Bu virüsler uygun ortam oluştuğunda vücuda girebilmektedir. Bu durum, ameliyat ortamındaki enfeksiyonun ana sebebi olmaktadır. Enfeksiyona bağlı riskleri en aza indirmek için, gerek hastanın ve gerekse cerrahi ekibin ameliyat esnasında korunabilecekleri steril edilmiş cerrahi giysiler ve örtüler kullanılmalıdır. Ameliyat esnasında cerrahi ekibin kullandığı medikal tekstiller;

- ameliyat önlükleri,
- boneler,
- maskeler,
- galoşlar
- hasta örtüleri

Kullanılan medikal tekstiller; çok kullanımlık (reusable) veya tek kullanımlık (disposable) özellikte olmak üzere iki gruba ayrılırlar. Çok kullanımlık medikal tekstiller dokuma kumaştan yapılmakta ve kullanımlar arasında yıkama ve sterilizasyon işlemine tabi tutulmaktadır. Tek kullanımlık cerrahi giysiler ise, bir defa kullanılmakta ve dokusuz yüzey olarak ifade edilen dokusuz yüzey kumaşlardan

üretilmektedir. Cerrahi ekibin ve hastanın korunmasında kullanılan medikal tekstillerin bir takım koruyucu özelliklere sahip olması gerekmektedir. Sıvı iticilik, sıvı geçirmezlik, hava geçirgenliği ve benzeri özellikler medikal tekstillerde korunma ve kullanım rahatlığı açısından önemli özelliklerdir. Özellikle uzun süreli cerrahi operasyonlarda medikal tekstillerin kullanıcıya giyim konforu sağlayacak özellikler de taşıması gerekmektedir. Bu nedenle kullanılacak medikal tekstil malzemeleri arasında bir seçim yaparken, giysilerin, örtülerin ve diğer medikal tekstillerde bakteri bulaşma riski, bariyer etkinliği, konfor özellikleri, hasta ve personelin güvenliği ve maliyet ile ilgili dengeler detaylı bir şekilde gözden geçirilmelidir.

Son zamanlarda enfeksiyon ile savaşta dokuma örtü, önlük yerine tek kullanımlık (disposable) medikal tekstil kullanılması enfeksiyon riskini önemli ölçüde azaltmaktadır. Bugün sadece cerrahi aletler değil ameliyat örtüleri ve ameliyat setleri de yaygın bir biçimde “disposable” olarak kullanılmaktadır. Dokusuz yüzeyden üretilen tek kullanımlık medikal örtü, önlük ve setler son zamanlarda giderek artan bir talep görmektedir. Çünkü dokusuz kumaşlar sıvı girişini engellemekte, enfeksiyona neden olabilecek mikroorganizmalar için bariyer oluşturmaktadır. Medikal tekstillerde dokusuz yüzey tercih nedenleri;

- İş gücü
- Sterilizasyon
- Yedekleme
- Stok Takibi
- Enfeksiyon

Mikrobiyal seviyelerin kontrolü medikal ürünlerde önemli bir konudur. Bu problem doğru yapıda kumaş seçimi ile çözülebilir. Nefes alabilir, esnek, steril edilebilir ve kan, virüs girişine dirençli dokusuz materyallerin bu alanda kullanımı son zamanlarda oldukça fazla görülmektedir. Sağlık ve hijyen ürünleri olarak ifade edilen medikal örtü ve önlükler deri ile direk temasta bulunmaktadır. Özellikle AIDS, SARS gibi virüslerin ortaya çıkması ile cerrahi bir operasyon sırasında sağlık personelinin ve hastanın kan ile temasta bulunmaması gerekmektedir. Klinik çalışmalar operasyon sonrası enfeksiyon kontrolünde dokusuz yüzey kumaşların

dokunmuş kumaşlara göre daha koruyucu özellikte olduğunu göstermektedir. Maksimum seviyede koruma sağlamak amacıyla anti-bakteriyel ajanlar ile muamele edilmiş dokusuz yüzeyler medikal alanda kullanılmaktadır. Medikal koruyucu giysiler hem mikroorganizma, sıvı geçirmez özellikte hem de konforlu olmalıdır.

Bu çalışmanın amacı medikal alanda kullanılan dokusuz yüzeylerde sol-jel yöntemini kullanarak anti-bakteriyel özellikli saydam bir film oluşturmak ve medikal ürünlerde koruma seviyesini arttırmaktır.

Dokusuz materyallerde bariyer özelliğini arttırmanın en kolay yolu dokusuz kumaş ağırlığının arttırılmasıdır. Kumaş ağırlığındaki artışın maliyet ve konfor üzerindeki etkisi büyüktür. Bunun yerine hidrofobik özellikte bir kaplamanın kullanımı da sıvı girişini engelleyebilecek kumaş yüzey gerilimini arttırır, ayrıca sıvı girişine imkan veren kumaş gözeneklerinin kapanmasını sağlar.

Medikal testlerde istenilen özellikler;

- Kan, serum gibi sıvılar yoluyla mikroorganizma geçişini önlemeli,
- Nefes alabilir özellikte olmalı, kullanım boyunca konforu sağlamalı,
- Kolay steril edilebilmeli.

Konfor, estetik, sağlamlık, fonksiyonel ve güvenli tekstil ürünlerine talebin artması üretim ve tasarımda yeni ve çağdaş tekniklerin gelişmesini tetiklemektedir.

1.2 Medikal Tekstillerin Tarihçesi ve Gelişimi

Medikal tekstillerin ilk kullanımları ve gelişimi tarihi notlara, resimlere ve çizimlere dayanmaktadır. Steril cerrahi giysiyi giyen ilk kişi 1883 yılında Gustav Neuber'dır. Sağlık personeline koruyucu bir giysi giydirmeye fikri, cerrahın giysilerini kandan ve diğer kirletici sıvılardan korumak amacıyla ortaya çıkmıştır. Avrupa'da ve özellikle İngiltere'de, 19. yüzyılda cerrahlar cüppelerini çıkarıp, gömleklerinin kollarını sıvayarak ameliyatı gerçekleştirmişlerdir. 19. yüzyılın sonunda cerrahi

giysinin tasarımında büyük bir deęişim yaşanmıştır. Cüppe yerine temiz keten kumaşlar kullanılmaya başlanmıştır.

Medikal tekstillerin gelişimi, 20. yüzyılın başlarında birçok aşamadan geçmiştir. 1930'lu yıllarla birlikte bugünkü halini kademeli olarak almaya başlamışlardır. Tek katlı örtüler, kan ve vücut sıvıları ile kolaylıkla kirlendiğinden, yara bölgesinin etrafında havlular bulunan çok katlı örtüler kullanılmaya başlanmıştır (Pamuk, 2006).

1950'li yıllarda, yırtılma dayanımı yüksek ve dikiş makinesinde dikilebilecek birçok dokusuz yüzey çeşidi üretilmiştir. Dokusuz yüzeylerin az lif dökmek gibi avantajı olması nedeniyle oluşturulan yüzeylerin medikal alanda kullanıma uygun olduğu görülmüştür.

Günümüzde tüm cerrahi giysilerde dokusuz yüzey kumaşları görmek mümkündür. Dokusuz yüzey kumaşlar, üretim yöntemlerine göre farklı özelliklerde olabilmektedirler.

BÖLÜM İKİ

DOKUSUZ YÜZEY TEKNOLOJİSİ

2.1 Tek Kullanımlık Medikal Tekstillerde Kullanılan Kumaşlar

Tek kullanımlık medikal tekstillerde, dokusuz yüzey kumaşlar kullanılmaktadır. Dokusuz yüzey kumaşlar, çok kullanımlık dokuma kumaşlara alternatif olarak ortaya çıkmıştır.

Özellikle son zamanlarda medikal tekstil pazar talebi insanlarda hijyen bilincinin oluşması, kontaminasyon riskini önleme gibi nedenlerden dolayı hızlı bir şekilde artmaktadır. AIDS, Hepatit, SARS gibi enfeksiyon hastalıklarından maksimum seviyede korunmak gerekmektedir. Bir operasyon odasında bulunan tüm doktor ve hemşireler, hasta birer enfeksiyon kaynağıdır. Bu nedenle operasyonda bulunan herkes koruyucu giysi kullanmalıdır. Koruyucu giysi hem bakteri, sıvı geçirmez özellikte hem de konforlu olmalıdır. Bu nedenle kullanılan malzemenin yapısı önemlidir. Gözenek boyutu mikroorganizma boyutundan küçük olmalıdır. Bu amaçla medikal alanda çok kullanımlık olan pamuklu yerine tek kullanımlık dokusuz yüzeyler tercih edilmeye başlanmıştır. Nefes alabilir, esnek, steril edilebilir ve kan, virüs girişine dirençli dokusuz yüzeylerin bu alanda kullanımı son zamanlarda oldukça fazla düşünülmektedir.

Mukhopadhyay ve Midha (2008); medikal uygulamalarda kullanılan kumaşın, düşük maliyet ile sağlanabilecek bariyer özelliği olması gerektiğini belirtmişlerdir. Dokusuz yüzeylerde bariyer özelliğini arttırmak için dokusuz yüzey ağırlığı artırılabilir. Ancak materyal ağırlığındaki artışın maliyet ve konfor üzerindeki etkisi büyüktür. Bu nedenle hidrofobik özellikte bir kaplama kullanımının da sıvı girişini engelleyebilecek kumaş yüzey gerilimini arttıracığı, ayrıca sıvı girişine imkan veren kumaş gözeneklerinin kapanmasını sağlayacağı bu çalışmada belirtilmiştir.

Nefes alabilir film kumaş laminasyonları bariyer özelliklerinden dolayı son zamanlarda giderek artan talep ile tercih edilmektedir. Medikal bariyerler sentetik

kan giriři ya da virüs giriř testleri ile karakterize edilmektedir. Uygulamaya baęlı olarak, bariyer özellięi 25 mm kalınlıkta bir film ile saęlanabilir. Tek kullanımlık uygulamalar operasyon önlüklerini ve dięer personel koruyucu kıyafetlerini, temiz oda giysilerini, yatak kılıflarını, eldiven yara giysilerini içermektedir.

Mikro-gözenekli yapılarda ve kaplamalarda su damlacıkları film mikro gözeneklerinden giremez, buhar molekülerinin giriři ise mümkündür. Sabit gözeneklilik ve kalınlık için, yüzeyden su buharı giriři gözenek boyutu azaldıkça artar. Kumař kalınlıęı arttıęında buhar giriři azalır.

Kaplamalı kumařlar kompozit materyaller olarak adlandırılır. Tekstil kumaři ve polimer kaplamanın birleřmesi sonucu oluşur. Polimer kaplama kumařa farklı özellikler kazandırır. Kombinasyonu saęlayan çok sayıda laminasyon teknięi bulunmaktadır. Güçlü ve yeterli miktarda baę oluşumunu saęlamak gerekmektedir. Önemli olan kumař özellięini bozmamak ve istenilen görünümde, dayanıklılıkta esnek yapıda bir lamine elde etmektir (Mukhopadhyay ve Midha, 2008).

Klinik çalıřmalar operasyon sonrası enfeksiyon kontrolünde dokusuz yüzey kumařların dokunmuř kumařlara göre daha koruyucu özellikte olduğunu göstermektedir. Maksimum seviyede koruma saęlamak amacıyla anti-mikrobiyal ajanlar ile muamele edilmiř dokusuz yüzeyler medikal alanda kullanılmaktadır. Cerrahi örtüler, cihaz kılıfları, mayo masalar, cerrahi setler bu şekilde iřlem gören malzemelerdir (Hayes ve White, 2010).

Cerrahi önlük üretiminde kullanılan kumařın gözenek boyutu mikroorganizma boyutundan küçük ise mikroorganizmaların giriři imkânsızdır. Fakat bu boyutta gözeneklere sahip bir kumař oluşturmak kolay deęildir. Bu amaçla, kaplama yapıları özel bir yapı oluşturmak gerekmektedir. Ancak kaplanmış bir kumařın konfor özellięinin azalacaęı kesindir. Konfor özellięindeki azalma kısa süreli bir cerrahi operasyonda önemli deęildir. Uzun süreli cerrahi operasyonlarda ise kumařın konforlu olması vazgeçilmezdir. Bu nedenle kumař üzerindeki kaplamanın nefes alabilir özellikte olması gerekmektedir. Kan, serum gibi sıvıların geçiřine izin

vermemelidir. Konforu sağlamak amacıyla hava geçişine izin vermelidir (Behera ve Arora, 2009).

Antimikrobiyaller dokusuz yüzeylerin performansını arttırmaktadır. Mikrobiyal seviyelerin kontrolü medikal ürünlerde önemli bir konudur. Bu problem doğru yapıda kumaş seçimi ile çözülebilir. Ayrıca sterilizasyon işlemlerinin ve bariyer özellikli paketlemelerin kullanımı da mikrobiyal kontaminasyonu minimize edebilir. Bu yöntemlerin kullanımı uygun olmadığında ise kumaşın antimikrobiyal bir ajan ile işleme bir çözüm olabilmektedir. Ancak antimikrobiyal kullanımı bir takım riskler içerebilir. Bunlar çevresel ve toksikolojik içeriklidir.

Antimikrobiyal bir işlemin dokusuz yüzeyde uygulanması ile dokusuz yüzey üzerinde bulunan mikroorganizmaların kontrolü sağlanmaktadır. Dokusuz yüzeylerde kullanılan antimikrobiyallerin dayanıklılığı iki nedenden dolayı istenmektedir;

- uzun süre boyunca antimikrobiyal koruma sağlama. Çoğu dokusuz yüzey uzun kullanım süresine sahiptir ve yüksek nemde dayanıklı olması istenir.
- çevre ve insan emniyetini sağlama.

Mikroorganizma büyüme oranı, kumaşın yapısına ve kullanımına bağlıdır. İşlem görmüş kumaşlar hijyenik olarak medikal alanda kullanıma daha uygundur. Dayanıklı, antimikrobiyal ve güvenilir olma özelliği kazanırlar (Hayes ve White, 2010).

Medikal alanda medikal tekstil seçimi yarar ve maliyet açısından önemlidir. Bu konu ile ilgili yapılan araştırmalara göre elde edilen sonuçlar;

- Tek kullanımlık ya da tekrar kullanımlık ürünlerin seçimi ile ilgili Gaziantep Üniversitesi'nde analiz yapılmıştır. Yarar/maliyet analizi incelenmiştir. Çalışma sonrasında elde edilen sonuçlara göre tek kullanımlık önlükler ve örtüler yüksek derecede yarar sağlamaktadır (Baykasoğlu, Dereli ve Yılankırkan, 2009).

- Behera ve Arora (2009) tarafından yapılan arařtırmada da; tek kullanımlık dokusuz yüzeylerden elde edilen medikal giysilerin kullanımı kontamine tekstillerin kullanım sonrası hemen atılması, tekrar temizleme, yıkama sisteminin maliyetini yok etmesi, hafif olması gibi birçok yarar sağladığı belirtilmektedir.
- Çok kullanımlık tekstillerde kullanılan konvensiyonel sıvı iticilik bitim işlemlerinde yüksek miktarda su tüketimi olmaktadır, yüksek maliyetli kurutma yapılmaktadır, zararlı kimyasalların emisyonu atık problemlerini arttırmaktadır, substratın bulk özelliklerini deęiřtirmektedir (Virk, Ramaswamy, Bourham ve Bures, 2004).

Küresel ısınmanın sonucu olarak alınması gerekli tedbirler arasında su tüketiminin azaltılması hedefi de dikkate alınmalıdır. Yakın gelecekte su kaynaklarının idareli kullanımına yönelik olarak alınacak tedbirler arasında daha az yıkama gerektirecek tekstil ürünlerinin kullanımının önem kazanması beklenmektedir. (Palamutçu, Keskin, Devrent, Sengül ve Hasçelik, 2009).

2.2 Dokusuz Yüzey Teknolojisi

Genel anlamı ile dokusuz yüzeyler;

“Dokuma ve örmenin dışında kalan üretim yöntemlerinden biri ile üretilen tekstil yüzeylerini kapsamaktadır.”

Daha kapsamlı bir tanıma göre ise;

“Dokusuz yüzeyler, iplikler üzerinde oluşturulmuş (kağıt hariç) doğal, sentetik lif ve filamentlerden yapılmış tülbent tabaka veya tabakaların çeşitli yöntemler ile sabitleştirilmesi sonucu elde edilen tekstil yüzeyleridir.”

“Dokusuz yüzeyler, kesikli veya filament halde, doğal ya da yapay liflerden oluşturulmuş, kağıdı kapsam dışına alan, ipliğe dönüřtürülmemiş ve doku bağlama tekniklerinden herhangi birisi ile bağlanmış kumaş” olarak da tanımlanabilir.

ASTM (American Standards for Testing and Materials)'e göre;

“Dokusuz yüzeyler, doğal veya sentetik liflerin mekanik, kimyasal, ısı ve erikten yollar ile birleştirilmesi sonucunda üretilen yapılar” olarak tanımlanmaktadır.

Edana tarafından yapılan dokusuz yüzey tanımı ise;

“Dokuma ya da örme dışında doğal ya da sentetik liflerin, sürekli ya da kesikli liflerin birleşerek yüzey oluşturması”

Dokusuz yüzey üretiminde en fazla kullanılan lifler polipropilen, poliester ve selülozik liflerdir.

Dokusuz yüzey yapıların üretimi üç aşamadan oluşmaktadır;

- Doku (tülbent) oluşturma
- Dokuyu sabit hale getirme
- Son işlemler

2.2.1 Doku Oluşturma

Son üründe istenilen özelliklere göre, kullanılacak lifin boyu, kalınlığı, kimyasal yapısı ve diğer özellikleri göz önünde bulundurularak harman yapılması işlemidir. Doku oluşturma işleminde üç ayrı teknik kullanılır.

2.2.1.1 Kuru İşlemler (Drylaid)

Lif doku, taraklarda tarama veya hava akımı yolu ile oluşturulur. Carding ve Airlaying olmak üzere iki farklı yöntemi bulunur. Carding işleminde karışık halde bulunan lifler mekanik yolla açılır ve daha sonraki adımda hava tutma işlemidir. Airlaying işleminde kısa lifler bir hava akımına beslenir. Bu yöntem ile elde edilen yüzeylerin yoğunluğu daha düşük, bu yüzeyler daha yumuşaktır.

2.2.1.2 Yaş İşlemler (Wetlaid)

Yaş yolla doku üretiminde prensip olarak çok seyreltik durumdaki “lif/su” süspansiyonu içerisindeki lifler, bir kanal veya hazne içerisindeki suda yüzdürülerek paralel konuma getirilir ve çıkışta kanallara boşaltılarak, çok küçük gözenekli sonsuz transport bantları üzerine doku halinde alınırlar. Daha sonra bu doku tabakalar silindirler arasında sıkıldıktan sonra, on sabitleştirme amacıyla üzerine binder püskürtülür ve daha sonra kurutulularak rulo halinde sarılırlar.

2.2.1.3 Sonsuz Liflerden Direkt Doku Üretimi (Spunlaid)

Bu yöntemde prensip olarak, bir polimer maddesi eritilmekte ve düzelerden sonsuz lif halinde çekildikten sonra soğutulmakta ve sonsuz bir taşıma bandı üzerine düzgün bir doku tabaka halinde serilmektedir. Daha sonra bir ısı işlem ve/veya binder uygulamasıyla filament birbirine yapıştırılmaktadır. Termoplastik polimerlerden dokusuz yüzey oluşturulur. Spunlaid ve meltblown olmak üzere iki farklı yöntem bulunmaktadır. Spunlaid işleminde polimer granülleri eritilir ve eriyik polimer ekstraksiyon işleminden geçirilir. Spunbond olarak da bilinir. Bu yöntem ile elde edilen yüzeylerin mukavemeti yüksektir. Esneklik sınırlıdır. Meltblown işleminde düşük viskozitedeki polimerler yüksek hızdaki hava akışında ekstraksiyon işlemine tabi tutulurlar.

2.2.2 Dokuyu Sabit Hale Getirme

Doku oluşturulduğunda çekme kuvveti düşük olduğundan, oluşturulan dokunun son üründe istenilen özelliklere göre güçlendirilmesi işlemidir. Dokunun güçlendirilip sabit hale getirilmesinde 3 temel teknik kullanılır.

2.2.2.1 Kimyasal Bağlama (Adhezyon Bağlama)

Sıvı bazlı bağlama ajanının yüzeye uygulanmasıdır. Bağlayıcı maddeler; akrilat polimerleri, kopolimerleri, stiren-butadien kopolimerleri ve vinil asetat etilen kopolimerleri.

2.2.2.2 Termal Bağlama (Kohezyon Bağlama)

Kontrollü ısıtma altında sentetik liflerin termal özelliklerinden yararlanılarak bağlama işlemi yapılır.

2.2.2.3 Mekanik Bağlama

Needlepunching ve Hydro-entanglement olmak üzere iki farklı yöntem bulunur. Needlepunching işleminde özel olarak tasarlanmış iğneler çekilerek ve itilerek liflerin karışması sağlanır.

Hydro-entanglement işleminde Carding ya da Wetlaid işlemi ile üretilen yüzeylerde uygulanır. Yüksek basınçlı su jetleri kullanılarak liflerin birbiri içine girmesi, karışması sağlanır.

2.2.3 Son İşlemler

Dokunun oluşturulması, sağlamlaştırılması ve bağlanmasından sonra yapıştırma, kalıplama, özel baskı, delme, boyama, özel kimyasallar ile işlem, fırçalama, yumuşatma gibi terbiye işlemleridir.

Cerrahi giysilerde en çok kullanılan dokusuz yüzey kumaş türleri olarak Spunlace, SMS ve Spunbond dokusuz yüzey kumaşları saymak mümkündür.

Meltblown dokusuz yüzeyler erimiş polimer liflerin uzun ince lifler oluşturmak için 40 delik/inch'lik spin ya da die'dan çekilmesi ile oluşmaktadır. Elde edilen liflere çekme işlemi uygulanır, lifler sıcak havadan geçer. Oluşan yüzey ruloya sarılır. Melt blown yapı spunbond ile birleştiğinde SM ya da SMS dokusuz yüzeyler oluşur. Dayanıklı, yüksek filtreleme, düşük basınç farkı gibi özellikleri vardır.

Spunlaid dokusuz yüzeylerin oluşumunda lifler çekilir ve sonra deflektörler ile yüzey haline getirilir ya da hava kanalları ile yönlendirilir. Bu teknik yavaş büküm

hızına sahiptir, maliyeti düşüktür. Spunbond ve meltblown yöntemler ile elde edilen yüzeyler birleşerek SMS dokusuz yüzeyi oluşturur. Meltblown dokusuz yüzeylerdeki liflerin çapları yüksektir, ancak oluşan yapı çok sağlam değildir. SMS yüzeyler genellikle PP'den üretilir. PP kullanımı ile yüzeyin su itici özellikte olması ve tek kullanımlık olması sağlanır. Spunlaid yüzeyde reçine ya da termal bağlar kullanılır.

2.2.3.1 Spunlace

Genellikle kağıt hamuru ve poliester lif karışımını (%55 selüloz, %45 poliester) içeren dokusuz yüzey kumaş türü olan spunlace üretiminde; lifler mekanik bağlama elde etmek amacı ile lifleri dolaştıran yüksek basınçlı suya tabi tutulmaktadır. Ameliyat esnasında kullanılan cerrahi önlükler, operasyon süresince cerrahi ekibin tenine en yakın giysilerdir. Selüloz içerikli giysilerin de insan tenine en iyi uyumu sağladıkları bilinmektedir. Özellikle bakteri geçişlerine karşı en dirençli malzeme türü olan spunlace, yumuşak yapısı nedeniyle tene uyumda en çok tercih edilen dokusuz yüzey kumaş yapısıdır. Sıvı geçişlerine direnci arttırmak için, cerrahi önlük olarak kullanılacak hammaddeye kimyasal işlemler de uygulanabilmektedir. Ayrıca cerrahi örtü yapımında kullanılacak spunlace malzemeye de, sıvının emilmesinden sonra alt yüzeye geçişini, enjellemek için, laminasyon işlemi yapılması gerekmektedir.

2.2.3.2 SMS (Spunbond/Meltblown/Spunbond)

Tek kullanımlık önlüklerde en çok kullanılan kumaş yapısı olan SMS, termal yolla veya yapışkanla bağlanmış 3 ayrı tabakadan oluşmaktadır. Alt ve üst tabakalar spunbond, orta tabaka ise meltblown malzemedan meydana gelmektedir. Meltblown malzemeler de, polimerin eritilip lifli hale getirilmesi ile oluşmaktadır. Malzemenin orta katı bir filtre görevi görmekte ve istenmeyen geçişleri önlemektedir. Dış yüzeyler ise, malzemenin mekanik özelliklerinden sorumlu bulunmaktadır. Bu 3 katmanlı yapı, kan, bakteri ve sıvıların geçişini engellemekte; ancak hava, buhar ve sterilizasyon için kullanılan etilen oksit gazına izin vermektedir.

2.2.3.3 Spunbond

Spunbond malzemeler, poliester tabakaların eritilip, eğirme yöntemi ile şekillendirilmesinden oluşan sürekli liflerden elde edilmektedir. Spunbond işlemi ile polimerden direkt kontinu olarak dokusuz yüzey üretimi yapılabilmektedir. Spunbond kullanılarak üretilen önlükler yeterli koruyucu özelliklere ve gerekli giyim konforuna sahip olmamaktadır. Spunbond malzemeler, cerrahi maskelerin, bonelerin ve galoşların yapımında kullanılmaya uygun malzeme yapıları olarak bilinmektedir.

2.2.3.4 DuPont™ SONTARA®

Hydroentanglement (birbirine dolanma) yöntemi ile üretilmektedir. Diğer dokusuz kumaşlardan farklı olarak SONTARA kumaşın üretiminde lifleri bir arada tutmaya yarayan hiçbir yapıştırıcı, kimyasal ya da adhesive kullanılmamaktadır. Liflerin yüksek derecede birbirine dolanması ile mekanik dayanım da artmaktadır. Dokusuz yüzey oluşumu sırasında lifler yıkandığı için lint, hav içeriği düşüktür. SONTARA® gıda, farmakotik, yarı-iletkenlik, elektronik, otomobil ve sağlık alanlarında kullanılmaktadır. Diğer dokusuz yüzeylere göre SONTARA'nın sahip olduğu özellikler;

- Yüksek derecede absorbe etme
- Lint, hav içermemesi, kontaminasyona neden olmaz,
- Yumuşak olması, kimyasal ya da termal bağların olmaması yumuşak olmasını sağlar, çünkü lifler serbest bir şekilde bükülür ve hareket ederler.
- Yüksek derecede kimyasal ve mekanik direnç

2000 psi yüksek basınçta binlerce iğneleme ile hydroentanglement olarak ifade edilen yöntem ile SONTARA dokusuz yüzey elde edilir. İğne tipi su jetleri karışmış haldeki liflere periyodik aralıklar ile vurur. Jetler sayesinde lifler bir araya gelerek kumaş oluşturur, kurutularak rulolara sarılır (SONTARA).

Dokusuz yüzey kullanım alanları;

- emici hijyenik ürünler,

- giyim,
- ev mobilyası,
- sađlık ve cerrahi amaçlı kumaşlar,
- filtrasyon,
- mühendislik amaçlı gibi bir çok endüstriyel alan

Dokusuz yüzeylerin sahip olabileceđi özel fonksiyonlar;

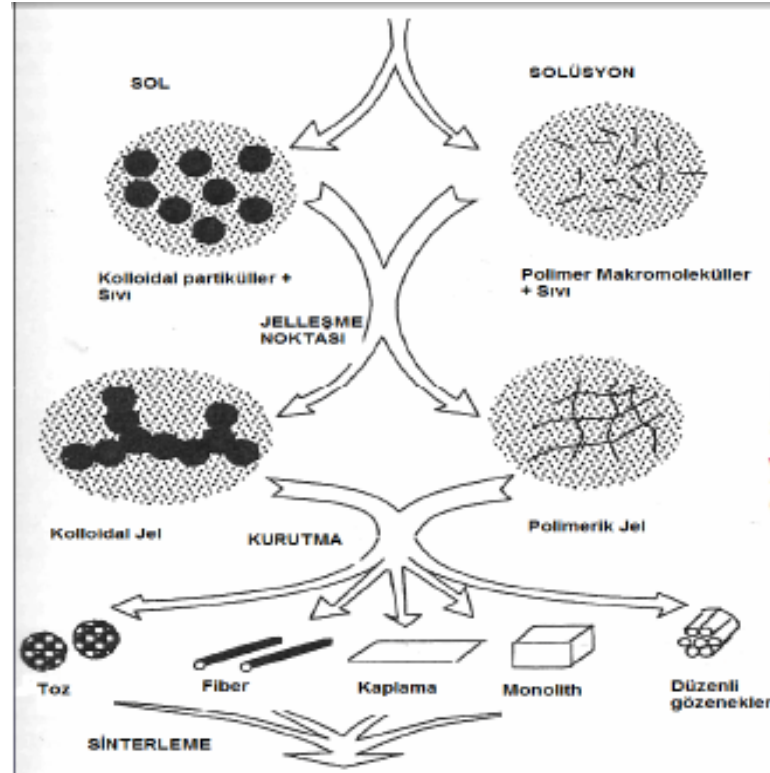
- emicilik,
- sıvı iticilik,
- elastikiyet,
- yumuşaklık,
- güç tutuşurluk,
- yıkanabilirlik,
- bakteriyel bariyer özelliđi
- sterilite

BÖLÜM ÜÇ

SOL JEL YÖNTEMİ

3.1 Sol Jel Yöntemi

Tanecik boyutlarının sabit kaldığı ve taneciklerin çökmediği kolloidal sistemler sol olarak ifade edilir. Gözenekli, 3-boyutlu, içten bağlanmış katı ağları içeren akıcı olmayan yapılar ise jel olarak ifade edilir. Eğer sıvı bağları kolloidal sol partiküllerinden yapılmışsa jele kolloidal denilmektedir.



Şekil 3.1 Sol jel yöntemi ile elde edilen materyaller

Sol jel prosesi yaş kimyasal tekniklerden biridir. Sol jel prosesi materyallerin fabrikasyonu için kullanılır. Partikül ya da network polimerlerden oluşan network için prekürser görevi yapan kimyasal çözeltilerden oluşur. Hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonlarında farklı formlara girerler. Çözeltide metal oksit bulunması metal-oxo ($M - O - M$) ve metal-hydroxo ($M - OH - M$) polimerlerinin oluşmasını sağlar. Sol, jel haline dönüşerek sıvı ve katı fazı içeren iki fazlı sisteme

dönüşür. Katı fazın morfolojisi ya da temel yapısı ayrı koloidal partiküllerden sürekli zincir polimer networke dönüşür. Kolloid halde partiküllerin hacim oranı çok düşük olur. Jel özelliğinde olması için sıvının uzaklaştırılması gerekir. Kalan sıvının (çözücünün) uzaklaştırılması kurutma işlemi ile gerçekleşir. Büzülme (shrinkage) görülür.

Sol jel prosesi ucuz ve düşük sıcaklıklı bir tekniktir. Organik boya, ya da diğer ilave maddeler gibi küçük miktarlarda dopantlar sole ilave edilebilir.

Van der waals bağlarına göre tozların kontrol edilemeyen aglomerasyonu homojen bir yapı elde edilmesini engeller.

Çözücünün uzaklaştırılması için kontrolsüz kurutma değişken stres oluşumuna ve çatlak oluşumuna neden olur.

Kolloid terimi katı-sıvı karışımlar için kullanılır. Katı partiküller sıvı içinde dağılmıştır. Partiküller atomik boyutlardan büyük, Brownian Hareketini gösterecek şekilde küçüktürler. Partiküller yeterli büyüklükte ise suspensiyon halinde belirli bir süredeki dinamik davranışları yer çekimi kuvveti ve sedimentasyon ile kontrol edilir. Eğer yeterli derecede küçükse suspensiyondaki düzensiz hareketleri çok fazla sayıda moleküllerin bombardımanıdır.

Düşük sıcaklıkta çözücü (sol) içerisinde kimyasal reaksiyonlar ile inorganik yapılar sentezlenir. Oluşan jel ısı işlem veya UV kürleştirme yoluyla sertleştirilir. Alkoksit kullanım nedeni birçok çözücüde çözünebilme avantajıdır. Kolloidal yapının oluşması için metal ya da çeşitli reaktif ligandların çevrelediği metal alkoksitler kullanılmaktadır. TMOS (tetrametoksisilan) ve TEOS (tetraoksisilan) alüminatlar, titanatlar ve boratlar gibi alkoksitler de TEOS ile karıştırılır.

Koloidal yöntemde kolloid olarak kullanılan partiküller 500 nm ve daha altındaki boyutlara sahip partiküllerdir. Maksimum boyutları ışığın dalga boyuna eşit olan bu partiküller optik mikroskopta görülmezler. Ancak Light Scattering Sedimentation

Analysis ya da Osmosis yöntemleri ile görülebilirler. Koloidal sollar elde edilenler, bir sıvı içinde dağıtılmış koloidal parçacıklar olması nedeniyle solun tarifine tam olarak uyar.

Sol jel proseslerinde başlangıç maddeleri (prekürser) olarak metalik tuzlar ve alkoksitler kullanılmaktadır. İki grubun çözelti kimyası tamamen birbirinden farklıdır. Ya su ya da organik çözücünün seçimi, başlangıç maddesine bağlıdır.

Prekürser (başlatıcı) sol ya da jelde belirli bir miktarda katyon içeren kimyasal reaktandır.



Şekil 3.2 Sol jel işleminde kullanılan prekürserler (başlatıcılar)

Sol jel işlemlerinde prekürser uygun bir çözücü içinde çözdürülür. Özellikle organik çözücüler reaksiyonların kontrollü bir şekilde oluşmasını ve esnek bir yapı elde edilmesini sağlarlar. Kısa kuruma süresi, düşük kütleme sıcaklığı gibi avantajları sayesinde enerji tüketimi, proses süresi gibi parametreler azalır. Organik çözücü kullanımı tekstil liflerinin şişmesine neden olur. Düşük yüzey gerilimine sahip olması yüzeyin ıslanmasına ve daha iyi film oluşumunu sağlar. Bu durumda yüzeysel bir kaplama oluşur. Çatlaklar azalır. Lifler tamamen kaplanır.

Sol jel işlemlerinde en çok kullanılan çözücü etanoldür.

3.1.1 Sol-Jel Prosesinin Aşamaları

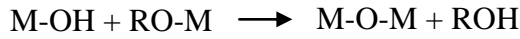
3.1.1.1 Hidroliz

Alkoksit yönteminde, metal oksitler önce kısmen hidroliz edilir. Asidik veya bazik ortamlarda sudan çıkan oksijenin titanyuma nükleofilik saldırısıyla hidroliz oluşur. Alkoksit ve H₂O birbiri ile karışmadığından dolayı uygun bir çözücü seçilmelidir.

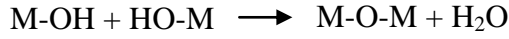


3.1.1.2 Kondenzasyon

3.1.1.2.1 Alkol veren tepkime (alkoliz).



3.1.1.2.2 Su veren tepkime (hidroliz).



Hidroliz ve kondenzasyon hızları;

- su/ alkoksit oranı(H₂O/Si molar konsantrasyonu),
- alkoksitteki alkil grubu,
- kataliz konsantrasyonu,
- pH, çözücü konsantrasyonu,
- hidroliz ortamı,
- reaksiyon süresi ve sıcaklığı

gibi çeşitli faktörlerden etkilenir.

3.1.1.3 Jelleşme

Çözeltideki polimerler, kondenzasyon reaksiyonlarıyla büyüdükçe, bir demet bütün çözeltiyi kaplayana kadar, geniş demetler şeklinde birbirine bağlanırlar. Bu nokta çözeltinin viskozitesindeki ani artışla kolayca anlaşılır. Jelleşme olayı, hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucu oluşmaktadır. Reaksiyon hızına ve şekline bağlı olarak oluşan jellerin ve dolayısıyla da son ürünün mikro yapısı kontrol edilebilmektedir.

3.1.2 Sol- Jel Yöntemini Etkileyen Faktörler

En önemli faktörler; Ph, katalist tipi ve konsantrasyonu, H₂O/Si molar oranı (R), sıcaklık. Bu faktörler kontrol edilerek sol-jel bazlı inorganik networkün yapısı ve özellikleri değiştirilebilir.

3.1.2.1 Hidroliz

3.1.2.1.1 pH. pH ne olursa olsun, su molekülündeki oksijen atomunun silikon atomuna nükleofilik olarak etki etmesiyle hidroliz işlemi gerçekleşmektedir.

3.1.2.1.2 Katalistin yapısı ve konsantrasyonu. Harici katalizör katılmayarak da hidroliz meydana gelmektedir. Fakat katalizör kullanıldığında reaksiyon çok daha hızlı ve eksiksiz tamamlanabilir.

Kullanılabilecek katalizörler;

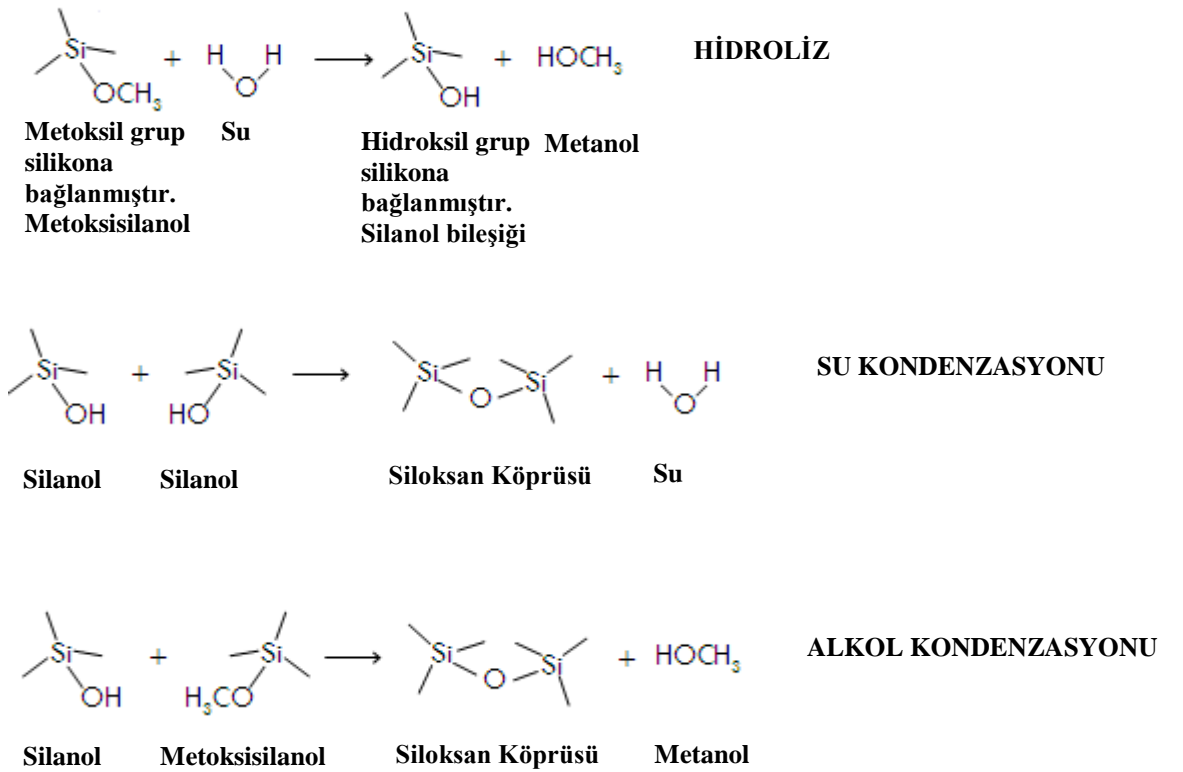
- Mineral asitler (HCl)
- Amonyak
- asetik asit
- KOH, aminler
- KF ve HF

Hidroliz reaksiyonunun oranını etkileyen en büyük etkenin asit veya baz katalizörü olduğu anlaşılmaktadır.

3.1.2.1.3 Asit katalizli mekanizma. İlk basamakta alkoksit grubu protonlanmakta ve daha elektronegatif Si oluşmakta böylece su molekülü ile etkileşmesi daha kolay olmaktadır. SN₂ reaksiyonu olmakta ve alkol oluşmaktadır.

3.1.2.1.4 Baz Katalizli Mekanizma. Eşit katalizör konsantrasyonunda baz katalizli reaksiyonlar asit katalizli reaksiyonlara göre daha yavaş olmaktadır. Temel alkoksit oksijenleri, nükleofilik katılmaya ilgisizdir. Bu yüzden ilk önce hidroliz gerçekleşmektedir. 2. basamakta ise SN₂ reaksiyonu olmaktadır.

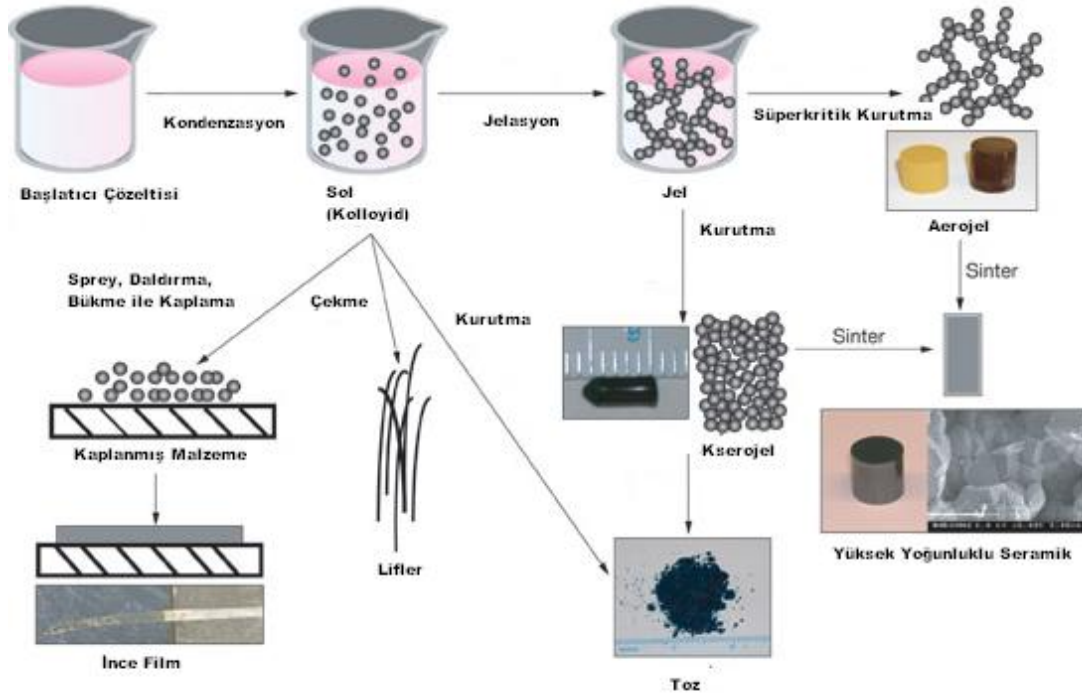
SİLİKA JEL OLUŞUMUNDA GERÇEKLEŞEN REAKSİYONLAR



Şekil 3.3 Sol jel yönteminde gerçekleşen hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarına örnek

Sol jel işlemlerinde prekürser bir çözücü içinde çözdürülerek başlangıç çözeltisi hazırlanır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda sol oluşur. Kondenzasyon işlemi ve kullanılan çözücünün uçması sonucunda sıvı sol katı jele

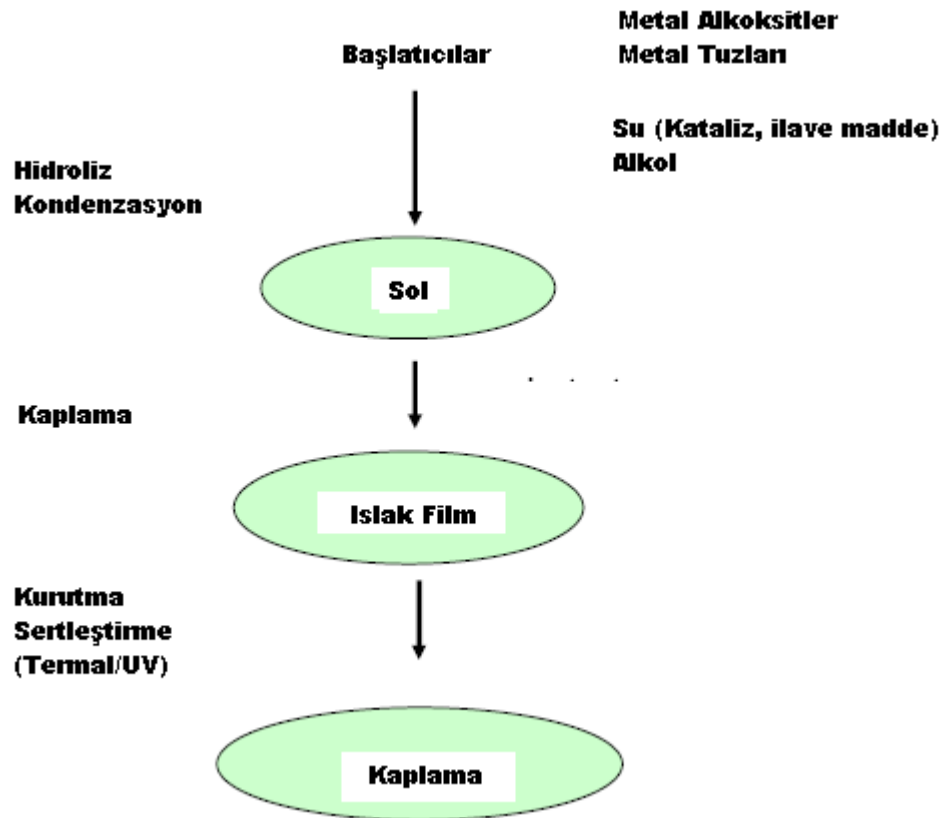
dönüşür. Bu noktada ürün aniden viskoz sıvıdan elastik özelliklerde bir materyale dönüşür. Sıvı durumda viskozite ölçülebilir. Jelleşme noktasına yaklaşıldığında ise viskozite değeri sonsuza doğru artar.



Şekil 3.4 Sol jel yöntemi ile elde edilen materyaller

Sol jel prosesinin sıvı faz adımında madde ilavesi yapılabilir. Basit bir karıştırma dopantın değişmeyen bir şekilde dağılımını sağlar. Sol jel tekniğinin bir avantajı elde edilen materyalin inorganik, organik ya da biyolojik çok çeşitli maddeler ile doplanabilmesinin kolaylığıdır.

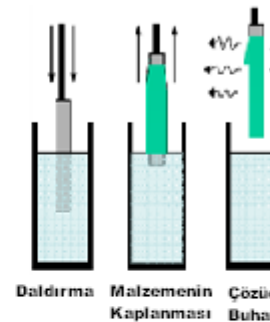
Sol jel yöntemi ile yüzeyde antimikrobiyal koruma sağlanabilir. Kullanılabilecek antimikrobiyal ajanlar gümüş, metal ve tuzları, organometaller, quarternar amonyum bileşikleri, fenollerdir. Kitosan, triklosan gibi doğal maddelerin de özellikle tekstil materyallerinde antimikrobiyal bitim işlemlerinde kullanıldığı görülmektedir.



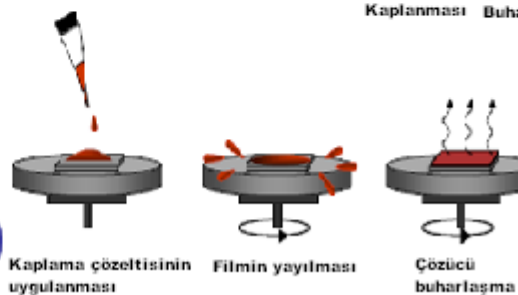
Şekil 3.5 Sol jel yöntemi işlem akışı

Sol Gel Kaplama Yöntemleri

Dip – Coating Yöntemi (Daldırmalı Kaplama)



Spin Coating Yöntemi (Döndürerek Kaplama)



Şekil 3.6 Sol jel kaplama yöntemleri

Sol jel kaplamaların oluşumu için film ve kaplanacak materyal arasında kimyasal bağ oluşmalıdır.

Bağ yapısı $M - O - M'$

M, M': Film ve kaplanacak materyaldeki metalik iyonlar.

Sıvının viskozitesi kaplamanın kalınlığını belirlemektedir. Kaplamanın yapısı sıvının bileşimine bağlıdır. Zayıf kondense edilmiş çözeltiler daralmayı sağlar ve daha küçük boyutta gözenekler ve daha yüksek kapiler basınçlar elde edilir. Çözücüler kurutma prosesi ile uzaklaştırılır. Kurutulmuş kaplamanın yapısı networkün sıkılaşmasını sağlayan kapiler kuvvetlere ve networkü katılaştıran, sertliğinin artmasını sağlayan kondenzasyon reaksiyonuna bağlıdır. Yapı büzüldüğünde bazı bağlar kırılır.

Sol jel işleminin avantajları;

- Mikron boyutlarda veya nano boyutlu materyallerin üretiminde kullanılabilmesi,
- Nano boyutta tozlar ve ince filmler üretilmesi, mikro gözenekli yapı,
- Elde edilen materyalin inorganik, organik ya da biyolojik çok çeşitli maddeler ile doplanabilmesinin kolaylığı,
- Düşük işlem sıcaklığı, işlemin kolaylıkla kontrol edilebilmesi,
- Elde edilen materyallerin ışık, ısı, kimyasal ve mikrobiyal zararlara dayanıklı olması,
- Geniş uygulama alanı Örn; korrozyon, ferroelektrik, dielektrik, piezoelektrik, optical ve elektrooptik özellikler

3.2 Sol Jel Yöntemi ile Yapılan Çalışmalar

Sol jel prosesinin sunduğu olumlu özelliklerinden dolayı son yıllarda bu yöntem ile ilgili çok sayıda araştırma yapılarak, özellikle malzeme teknolojisinde büyük ilerleme sağlanmıştır. Sol jel yönteminin bir avantajı olan, koloidal partiküllerin

oluşumu, farklı fiziksel ve kimyasal özelliklerde malzeme gelişimine olanak vermektedir.

Bu çalışmayı desteklemek amacıyla; araştırmalar özellikle bir materyale sol jel yöntemi ile antibakteriyel özellik kazandıran çalışmalar üzerine yoğunlaşmıştır.

Son yıllarda insanların hijyen ve temizlik konusunda hassasiyetlerinin ve taleplerinin artması üzerine, bu konu üzerinde pek çok araştırma ve çalışma yapılmıştır. Bu kapsamda antibakteriyel esaslı fonksiyonel tekstiller ile ilgili daha önce yapılan çalışmalardan önemlileri aşağıda özetlenmiştir:

Gupta, Jassal ve Agrawal (2008); sol jel prosesini, koloidal süspansiyon ya da sol, prekürserlerin hidroliz ve polimerizasyon reaksiyonları sonucu oluşması şeklinde tanımlanmıştır. Polimerizasyon işlemi sonunda ve çözücünün uçması sonucunda sıvı sol katı jele dönüşür. Dip coating gibi kaplama yöntemleri kullanılarak tekstil üzerinde ince bir film ya da kaplama oluşturulabilir. Islak jel film kurutularak kuru hale getirilir. Gupta ve ark. (2008) tarafından gerçekleştirilen çalışmada sol jel yöntemi kullanılarak farklı boyutlardaki nano TiO₂ kaplamalar pamuklu kumaşa uygulanmıştır. Farklı iki yöntem ile oluşturulan kaplamaların özellikleri karşılaştırılmıştır. Çalışma sonucunda; kumaşın kendi kendini temizlemesi ve antibakteriyel koruma açısından, sol jel uygulamalı, nanosol bazlı, 10 nm boyutlu TiO₂ partiküllerin, 25 nm boyutlu TiO₂ geleneksel kaplamaya göre daha iyi sonuç verdiği gözlenmiştir.

Saka (1994) ise sol jel yönteminin temeli olan solü; koloidal partiküllerin ya da polimerlerin oluşumu, jeli; reaksiyonların oluşumu sonucunda meydana gelen jelasyon şeklinde tanımlamıştır. Solden jele geçiş düşük sıcaklıkta yapılmaktadır. Sol jel kaplamaların oluşumu için film ve substrat arasında kimyasal bağ oluşmalıdır. Bağ yapısı: M – O – M'. M ve M' film ve substrattaki metalik iyonlardır.

Sol jel kimyası malzeme kimyasında hızlı bir şekilde gelişmektedir. Sol jel matrisleri (SGM) temel olarak gözenekli ıslak jeller ya da kserojellerdir. Bu

maddeler metal ve yarı-metal alkoksitlerin, hidroliz ve kondenzasyon-polimerizasyonundan elde edilir. Armon, Starosvetzky ve Saad (2000) tarafından gerçekleştirilen bu çalışma, biyomoleküllerin yüzeyde ya da yüzey içinde direk gömülmesine izin veren SGM kullanımını göstermektedir. Bu cam tipi malzeme katı, saydam, gözenekli ve hidrofobik ya da hidrofilik yüzeyler elde edilmesini sağlar. Sol jel prosesi biyokimya ile inorganik materyallerin kimyası arasında köprü kurmaktadır. SGMler genel olarak tek başlarına ya da farklı maddeler ile doplanmış olarak birçok avantaj sağlamaktadır;

- Oda sıcaklığında işlem yapılabilir (biyomoleküllerin denaturasyonunu engeller.
- Termal stabilite
- Kontrol edilebilir yüzey alanı, gözenek boyutu, fraktal boyut
- Elektrokimya ve ışık ile bozunmama
- Saydam
- İletkenlik kontrolünün sağlanabilirliği

Sol jel prosesi alkoksilanların hidrolizi ile silikanın sentezi için kullanılan bir yöntemdir. Armon ve ark. tarafından gerçekleştirilen çalışmada, ince sol jel film eldesi için metiltri metoxysilan (MTMS), metanol ve HCl içeren başlangıç çözeltisi hazırlanmıştır. Karıştırma öncesi dopantlar metanolde çözdürülmüştür. Çözeltiden 1.6ml film hazırlığı için alınmıştır. Fluorescein Diasetat (FD) tozu asetonda çözdürülmüştür. Bu çözelti 1:9 oranında metanole eklenmiştir. Başlangıç çözeltisine ilave edilmiştir. Oda sıcaklığında 20-30 dak. karıştırılmıştır. Spreyleme yöntemi ile kaplama yapılmıştır (Armon ve ark, 2000).

Sol jel prosesinde kullanılan materyaller için prekürserlar silika ya da metal alkoksitlerdir. Bu sollar kaplama için kullanılırsa metal oksit partikülleri kondense (jelasyon) olur, çünkü çözücü buharlaşırken konsantrasyon artar. Kurutma işlemi sırasında saydam filmler oluşur.

Çeşitli alkoksilan ya da alkoksi bileşiklerin (titanyum, zirkonyum) hidrolizinden inorganik sollar oluşur. Bu solların kondenzasyonu (jelasyonu) ile katı yapıda filmler

oluşur. Soller metal oksit (Al_2O_3 , Fe_2O_3 , ZnO , ZrO_2 , TiO_2 gibi) ya da koloidal metallerin ya da moleküler disperse bileşiklerin içine nanoboyutlu partiküllerin katılmasını sağlar. Ormoserlerin Al_2O_3 ile doldurulması modifiye yüzeyin scratch (sıyrık, çizik) direncini artırır. Fe_2O_3 ile sollerin doldurulması kaplamada magnetik özellikleri artırır. ZnO 'nun matris içinde kullanımı UV radyasyonunun emilmesini sağlar. Kaplamanın fleksibilitesi prekürserlerin organik modifikasyonuna ve film kalınlığına bağlıdır. Film fleksibilitesi prekürserdeki organik bileşiklerin miktarı arttıkça artar (Knittel ve Schollmeyer, 2000).

Sol jel bazlı kaplamaların sağladığı fonksiyonel özellikler:

- Elektriksel iletkenlik
- Ferroelektrik davranış
- Süperiletkenlik
- Korozyon direnci
- Aşınma direnci
- Gaz nüfuzu için bariyer

Mackenzie ve Bescher (2000) tarafından yürütülen çalışmanın amacı sol jel kaplamaların elastik modül, sertlik, aşınma gibi fiziksel özelliklerinin incelenmesidir. Örneğin bir kaplamanın fiziksel özellikleri; elastik modül, genişleme katsayısı, sertlik, rezidüel stres, gerilme dayanımı ve Poisson's oranıdır. Bu özellikler gözeneklilik, reaksiyona girmemiş organikler, kalan OH, kimyasal yapı, kalınlık, ısı muamele süresi ve sıcaklığı ile kontrol edilmektedir.

Kaplama yöntemleri;

- Daldırma
- Spinning
- Spreyleme
- Fırçalama

Genişleme katsayısı ve elastik modülün kaplamanın performansı üzerinde etkili olduğu sonucuna varılmıştır.

Islak gözenekli jel ilk aşamada katı yapıdadır. Kurutma işlemi ile çözücü ve su uzaklaştırılır. Kurutulmuş jel daha da ısıtılarak kalan organiklerin, OH grupların ve gözeneklerin uzaklaştırılması sağlanır (Mackenzie ve Bescher, 2000).

Tekstillerde sol jel kaplamaları tekstil materyallerine renklendirme, UV koruma, biyolojik ya da medikal uygulamalar gibi birçok özellik kazandırmaktadır. Özellikle uzun alkil zincirleri ya da florlu gruplar içeren additifler kaplanmış tekstillerde yüksek derecede hidrofobik özellik sağlarlar. Etanol gibi organik çözücü kullanımı ise kısa kuruma süresi ve düşük kütleme sıcaklığı gibi avantajlar sağlar. Bu durumda daha az enerji tüketimi ve proses süresinin azaltılması sağlanır. Bu avantajlara karşılık olarak pratik uygulamalar için sulu ortamlar tercih edilir. Çünkü alev almaz özellikte ve daha çevresel korumaya uygundur. Bu nedenle hidrofobik kaplamalar için sulu sol jel sistemi kurmak daha mantıklıdır.

Mahltig, Audenaert ve Böttcher (2005) tarafından yürütülen çalışmada farklı tipte çözücüler, özellikle su ile hazırlanan hidrofobik kaplamaların hazırlanmasında sol jel sistemi araştırılmıştır. Hidrofobik additif olarak oktiltrietoksisilan ve perfloroktiltrietoksisilan kullanılmıştır. Tekstil üzerindeki hidrofobik özellikleri yüksektir. Hidrofobik kaplama için yüksek miktarda su ile hazırlanan sol jel sistemi iki durumu gerçekleştirmektedir;

1. Sulu sol jel sistemde hidrofobik additif kararlı yapıda olmalıdır.
2. Hidrofobik additif içeren sulu sol jel sistem su ve solün herhangi bir karışım oranında çözülür olmalıdır.

Çalışmada Tetraetoksisilan (TEOS) ve oktiltrietoksisilan, perfloroktiltrietoksisilan kullanılmıştır. Sol 1; HCl'de TEOS ve oktiltrietoksisilan hidrolizi ile hazırlanmıştır. Hidroliz için tüm bileşenler karışımı 24 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Sol 2; oktiltrietoksisilan yerine perfloroktiltrietoksisilan ile aynı şekilde hazırlanmıştır. Kaplama öncesi hazırlanan sollar su, etanol, aseton gibi farklı çözücüler ile ya da su ve di(propilen glikol) n-propil eter ile seyreltilmiştir. Üç farklı tekstil materyali kullanılmıştır. (PES, PA, PES/CO) Kaplama (Dip-coating) işlemi yapılmıştır. Hazırlanan örneklere temas açısı ölçümü yapılmıştır. Kaplanan tekstillerin su

iticiliğini ölçmek için iki tip test yürütülmüştür. İlk olarak, su ile tam temasta bulunan tekstilin su alımı test edilmiştir. İkinci olarak sprej testi uygulanmıştır. 250 ml su kaplanan tekstillere sprejlenmiştir. Tekstilin su alımı ölçülmüştür. Yüksek oranda seyreltme ve %1'den az katı içeren örneklerde yüksek su temas açıları gözlenmiştir. Hidrolizden kaynaklanan etanol buharlaştırılıp su ile yer değiştirmişse, solün su ile tekrar seyreltilmesi hidrofobik özelliğin azalmasına neden olmuştur. Sol konsantrasyonunun azaltılması ile tekstil tarafından alınan su artmıştır. Fakat bu miktar solün seyreltilmesi için kullanılan çözücü tipine bağlı olarak değişir. Etanol ya da aseton ile seyreltilmiş sol 1 kaplı örneklerde sprejleme ya da dip coating işleminden sonra daha az miktarda su alımı olduğu görülmüştür. Etanol ile seyreltilmiş sol 1 su ile seyreltilmiş sol 1'e göre daha fazla su iticilik özelliği göstermişlerdir. Hidrofobik etkinin PES ve PES/CO tekstillerde PA tekstile göre daha fazla olduğu görülmüştür. Eğer sollar etanol ya da aseton gibi organik çözücüler ile seyreltilirse su itici kaplamalar düşük sol konsantrasyonu ile hazırlanabilir. Su ile seyreltilen sollarde düşük su iticilik özellik görülmüştür.

Sol jel sistemler ile yapılan kaplamalarda çözücü seçiminin çok önemli olduğu görülmüştür. Diğer önemli parametreler sol konsantrasyonu, hidrofobik bileşikler ve tekstil materyalinin tipidir.

Etanol ile yapılan seyreltmelerde kaplama su ile yapılan seyreltmelere göre daha düzgündür. Organik çözücüler organik tekstil liflerinin şişmesine neden olmuş, silan bileşiklerinin lif yüzeyine yapışmasını sağlamıştır. Organik çözücülerin düşük yüzey gerilimine sahip olması yüzeyin ıslanmasına ve daha iyi film oluşumu ile yüzeysel bir kaplama oluşmuştur. Çatlaklar azalmıştır. Lifler tamamen kaplanmıştır ve korunmuştur. Sulu seyreltilmiş sollarde oluşan kaplamalarda çatlaklar oluşmuştur. Hidrofobik özellik azalmıştır (Mahltig, Audenaert ve Böttcher, 2005).

Mikron boyutlarda ya da nano boyutlu materyallerin üretiminde kullanılan sol jel teknolojisinde silika ve titanya bazlı nanotozlar ve ince filmler oluşturulmaktadır. Sol jel tekniğinin bir avantajı elde edilen materyalin inorganik, organik ya da biyolojik çok çeşitli maddeler ile doplanabilmesinin kolaylığıdır. Gümüş doplu silika tozları

antimikrobiyal özellik göstermektedirler. Ag iyonları ve Ag bazlı bileşikler mikroorganizmalara karşı toksik özelliktedir. E. Coli de dâhil olmak üzere 12 tip mikroorganizmaya karşı biyosidal etki gösterir. Ag nanopartiküllerin hibridleri amfilik hiperdallı makro molekülleri ile etkili antimikrobiyal yüzey kaplama ajanı oluştururlar. Bu şekilde ince filmler ile bakteriyostatik tekstiller oluşturulabilir.

Sol jel prosesinin sıvı faz adımında madde ilavesi yapılabilir. Basit bir karıştırma dopantın değişmeyen bir şekilde karışımını sağlar. Şelatlama işleminden sonra misafir moleküller katı evsahibi matriks tarafından yakalanır. Hidroliz, doplama ve şelatlama işlemleri normal koşullar altında yapılır. Sol jel doplu matrisler kserojel formundadır ve iç gözeneklere, boşluklara sahiptir.

Sol jel method toz materyaller üretmek için kullanılmaktadır. Mikron boyutlarda silika partiküller üretilir. Schmidt (2006) tarafından yapılan araştırmada, SEM ve AFM çalışmalarında silika partiküllerin düzgün ve küresel olduğu görülmüştür.

Sol jel kaplamayı etkileyen faktörler;

- Prekürser tipi
- Çözücü tipi
- Katalist
- Süre
- Su-alkoksit molar oranı
- Yüzey alanı (Schmidt, 2006).

Sol jel işleminin hidroliz adımında su ilave edilmesi, OR gruplar ile OH grupların yer değiştirmesini sağlar. Hidroliz, HCl ya da NH₃ gibi katalizlerin ilavesiyle hızlandırılabilir. Hidroliz tüm alkoksil grupların hidroksil gruplar ile yer değiştirmesi bitene kadar devam eder. Kondenzasyon reaksiyonu silanol gruplardan (Si-OH) siloksan bağlarının (Si-O-Si), alkol ve suyun oluşumunu içerir. Siloksan bağların oluşumu su veya alkol bırakılması ile polimerizasyon işlemidir. Kondenzasyon monomer, dimer, halkalı tetramer gibi yapıları oluşturur. Hidroliz oranı pH, konsantrasyon, H₂O/Si molar oranı tarafından etkilenir. Yaşlandırma ve kurutma

işlemleri de önemlidir. Bu parametrelerin kontrolü ile yapı değiştirilebilir ve özellikler geliştirilebilir. Siloksan bağların sayısı arttırılırsa moleküller çözültide agregat oluşturur. Network oluşur. Elde edilen yapı kurutma ile daha da güçlendirilir. Su ve alkol uzaklaştırıldığında elde edilen yapı büzülür. Yapılan çalışmada Ph 7'den büyük olduğunda ve H₂O/Si oranı 7-5 arasında ise küresel nanopartiküller oluşmuştur. Ph 7 üzerinde ise silikanın daha çözünür olduğu ve boyut olarak daha büyük olduğu görülmüştür (Gaishun, Kosenok, Kovalenko ve Senchenko, 2008).

Mackenzie ve Bescher (2003) tarafından gerçekleştirilen araştırmada sol jel bazlı organik-inorganik hibrid materyal ile polimerik materyalin kaplanmasındaki faktörler üzerinde çalışılmıştır. Sol jel prosesinde kaplama ile kaplanacak materyal arasındaki adhezyonda ana mekanizma hidroksil grupların kondenzasyonudur. Sol jel çözültisinin ve prekürser tipinin proses üzerindeki etkisi büyüktür. Organik ve inorganik gruplar kovalent bağlı ise tip I hibridler oluşur, van der waals ve hidrojen bağlı ise tip II hibridler oluşur (Mackenzie ve Bescher, 2003).

Katı yüzeylerin ıslanabilirliği materyallerde önemli bir özelliktir. Yüzeyin kimyasal bileşimi ve geometrisi ile kontrol edilebilir. Florkimyasallar düşük serbest yüzey enerjileri ile tanınırlar, su ve yağ itici bitim işlemlerinde en çok kullanılan kimyasallardır. Katıların ıslanma davranışlarının tanımlanmasında yüzey pürüzlüğü önemli rol oynar. Hidrofobik materyallerin yüzey pürüzlüğünü arttırmak yüzey su itici özelliği yükseltir. Yüzey pürüzlülüğü altın demetlerinin (cluster) biriktirilmesi, polimer yüzeyin plazma ile işlem görmesi, karbon nanotüp kullanımı, polimer karışımların faz ayrımı gibi çeşitli prosesler ile kontrol edilmektedir. Sol jel tekniği de yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için kullanılan diğer bir yöntemdir.

Sol jel tekniği ile tekstil modifikasyonu antimikrobiyal kaplama, pamuklu kumaşların dayanıklılık bitim işlemi, su iticilik gibi çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır.

Yu, Gu, Meng ve Qing (2007) tarafından gerçekleştirilen çalışmada sol jel tekniği ile yüzey modifikasyonunu kullanarak pamuklu kumaşların yüzeyinde lotus etkisi

yaratılması amaçlanmıştır. Pamuklu kumaşlar uygun boyutta silika sol ile kaplanmıştır. Silika sol etanol ve su karışımında TEOS'un alkali hidrolizi ile hazırlanmıştır. 11,5 ml TEOS, 25 ml C₂H₅OH, 3,6 ml H₂O ve 0,5 ml NH₃ oda sıcaklığında 2 saat boyunca karıştırılarak hidroliz işlemi gerçekleştirilmiştir. Kumaş örnekleri silika sol içine daldırılmıştır, %70 ıslaklığa ulaşacak şekilde fularddan geçirilmiştir. 3 dakika 80 derece sıcaklıkta kurutulup, 3 dakika 160 derece sıcaklıkta kürlenmiştir. Sonuç olarak muamele edilmiş pamuklu kumaşların su ve yağ ıslanabilirliğinde çok düşük miktarda olduğu gözlenmiştir. (Yu, Gu, Meng ve Qing, 2007).

Malzbender ve De With (2000) tarafından yapılan bir çalışmada kaplama sıvısı ağırlıkça %30 katı komponentlerden (aynı miktarda metiltrimetoksisilan ve koloidal silika) ve %70 çözücülerden (%2 su, %32 metanol, %1 propanol, %35 glikol) oluşturulmuştur. Kaplamanın sertliğini arttırmak için ağırlıkça %1 TEOS ilave edilmiştir. Kaplama sıvısında reaksiyon oluşumu için 60-240 dak. süre verilmiştir. AFM sonuçları 20 nm boyutlarında koloidal silika partikülleri ile krater benzeri bir yapı göstermektedir (Malzbender ve De With, 2000).

Genel olarak, tekstillerin sağlamlığı ve fonksiyonelliği kaplamanın bulk ve yüzey özelliklerine bağlıdır. Li, Xing ve Ding (2008) tarafından yapılan çalışmada TEOS ve distile su ve HCl karıştırılmıştır ve 30 dakika boyunca sonikasyon işlemi yapılmıştır. Elde edilen karışım daha sonra 50 derece sıcaklıkta homojen bir çözelti elde edilinceye kadar karıştırılmıştır. Kumaş örnekleri, pamuk, keten, naylon, PET, sol içine daldırılmıştır ve sonikasyon işlemi yapılmıştır. Daha sonra kumaş örnekleri kurutulmuştur ve distile su ile durulanmıştır. Durulama işlemi ile fazla HCl uzaklaştırılmıştır. 105 derece sıcaklıkta 4-5 dakika kurutulmuştur. Silika jel ile muamele edilen ya da edilmeyen kumaş örnekleri sabit ağırlık değerine ulaşmak için 105 derece sıcaklıkta 1 saat kurutulmuştur. Örneklere eklenen silika miktarı hesaplanmıştır. Silika sollar su ve TEOS'un farklı oranlarında (R) hazırlanmıştır. R değeri arttığında silika solün konsantrasyonu azalmaktadır. Soldeki silika partiküllerin boyutları nano boyutlardadır. Elde edilen sonuçlara göre; dört farklı kumaş arasında en yüksek miktarda silika eklenen kumaş tipi PET'tir. Bu durum

silika kaplamanın oluşum mekanizması ile açıklanmaktadır. Kumaş silika sol ile kaplandığında, silika partiküldeki Si-OH inorganik cam tipi bir ağ yapı oluşturmuştur. Siloksan ve silanol gruplar içermektedir. Lifler bu gruplar ile termodinamik etkileşim sonucu bağlanmışlardır. (Dipolar-dipolar, hidrojen bağları) Dipolar-dipolar ve hidrojen bağların güçlendirilmesi ile kaplamanın adhesive miktarı artmıştır. PET lifinin kimyasal yapısı, polar zincir yapısı, dipolar-dipolar ve hidrojen bağların oluşmasını ve böylece yüksek miktarda eklenen silika %'ne sahip olmasını sağlamıştır. Selüloz liflerinin ve nylon 66 liflerinin de polar moleküler zincir yapısına sahip olmalarına rağmen, intermoleküler selüloz zincirleri arasında hidrojen bağları oluşmuştur, silika kserojel partiküllerin kumaşlara termodinamik eğilimi azalır. Keten üzerinde eklenen silika %'si, R değeri 100'den küçük olduğunda, pamuk kumaştaki eklenen silika %'nden daha yüksektir. Adhezyon silika kaplama ile kumaş arasındaki termodinamik eğilime bağlı olduğundan kullanılan kumaşın kimyasal yapısı adhezyon için çok önemlidir (Li, Xing ve Ding, 2008).

Sol jel sistemde prekürser ve çözücü seçimi en önemli parametrelerden biridir. Alkoksitler silika sentezinde en çok kullanılan prekürserlerdir. Tetrametoksisilan (TMOS) silikon alkoksittir. Dört hidrolize edilebilir metoksi grup içerir. Metoksi gruplar ile su reaksiyona girer. Hidroliz işlemi gerçekleşir. Silanoller oluşur. Silanol gruplar daha sonra intermoleküler kondenzasyon işleminden geçerler ve siloksan bağlar oluşur. Gözenekli, polimer tipi bir network oluşur.

Genel olarak, alkoller reaksiyon karışımına çözücü olarak eklenirler. Hidroliz reaksiyonunun ilk adımlarında sıvı-sıvı faz ayrımı oluşumunu engellerler. Prekürser ve silika fazların dispersiyonunu sağlarlar. Jelasyonun iyi bir şekilde kontrolü için gereklidir.

Bu çalışmada metanol/TMOS oranının ya da M değerinin jelasyon süresini, hidrofobikliği ve film optik transmisyonu etkilediği görülmüştür. Seyreltmenin artması ile çözelti viskozitesi düşer. Viskozite değişimi iki faktöre bağlıdır:

- a) Çözünen/çözücü kombinasyonuna bağlı olarak konsantrasyon
- b) networkün daha hızlı oluşmasını sağlayan kinetik etki.

Düşük M oranları daha viskoz çözeltiler ve kalın filmler oluşturmuştur. M değerinin artması ile viskozite ve film kalınlığı azalmıştır. Depozit çözeltide su miktarının etkisi araştırılmıştır. Soldeki su miktarı hidroliz hızını, polikondenzasyon reaksiyonunu ve son yapı özelliklerini etkiler. Su/TMOS molar oranı (H) 1,6 ile 4,1 arasında değiştirilmiştir. Film temas açısı 3,3 H değerinde maksimumdur. Değişmeyen saydam kaplamaların TMOS:MeOH:TMCS:Su 1:14,8:1,4:3,3 molar oranda gerçekleştiği görülmüştür. Baz katalizi olarak 4M amonyak çözeltisi kullanılmıştır (Nadargi, Gurav, El Hawi, Rao ve Koebel, 2010).

Wu, Soutar ve Zeng (2005) tarafından yapılan bir çalışmada asetik asit ve suda TEOS ve metiltrimetiletoksilane'nin hidrolizinden sol hazırlanmıştır. Koloidal silika Ph 4 olana kadar asitlendirilmiştir ve sole eklenmiştir. Ağırlıkça %14 oranında etanol ilave edilerek sol oluşturulmuştur. Kaplamanın kimyasal modifikasyonu için oktiltrietoksisilan farklı konsantrasyonlarda (%2, % 4, %5, %6, %10 ağırlıkça yüzde) sole ilave edilmiştir. 30 dakika karıştırılmıştır. Kaplamanın morfolojik modifikasyonu için silika filler (dolgunlaştırıcı) sole ilave edilmiştir. Kullanılan kaplama materyal alüminyum alaşımıdır (Wu, Soutar ve Zeng, 2005).

Li, Tian ve Dong (2000) tarafından gerçekleştirilen çalışmada katalist olarak oksalik asitli ve hexametilentetraminli fenolik reçine-SiO₂ hibrid jellerin sentezinde iki adımlı sol-jel prosesi geliştirilmiştir. Bu deneylerde kullanılan kimyasallar TEOS, OA, HMTA ve etanoldür. İlk adım prehidroliz adımdır. Bu adımda fenolik reçine çözeltisi, su, etanolde OA hazırlanmıştır. TEOS ilave edilmiştir ve karıştırılmıştır. OA/TEOS molar oran (R) 0,0025 ile 0,02 arasında değişmiştir. Elde edilen çözelti 20-60 derece sıcaklıkta prehidroliz işlemi için bekletilmiştir. İkinci adım jelasyon adımdır. 0,2 ml suda 0,11 gr HMTA çözeltisi prehidroliz çözeltisine eklenerek karıştırılmıştır. Elde edilen çözelti jelasyon için 20 derecede bekletilmiştir. Elde edilen jel 2 gün yaşlandırma için bekletilmiştir ve 150 derecede kurutulmuştur. Reçine HMTA ile kürlenmiştir. Eğer prehidroliz süresi yetersiz ise, HMTA ilave edildiğinde ikinci adımın başında jel dışı çökelti oluşmuştur. Jel oluşumu için gerekli prehidroliz süresi R değeri ile değişmektedir. R değerinin iki katına çıkması (0,01'den 0,02'ye çıkması) jel oluşumu için gerekli prehidroliz süresini

arttırmaktadır. Sıcaklığın artırılması reaksiyonu hızlandırır. Bu durumda jel oluşumu için gerekli prehidroliz süresini azaltır. Prehidroliz süresinin ya da sıcaklığının artırılması ya da R değerinin azaltılması HMTA ilavesinden sonra jelasyon süresini kısaltmaktadır. HMTA jelasyon süresini kısaltmaktadır. TEOS kullanılarak jel oluşumunda, Si-OC₂H₅ grupların hidrolizinden ilk olarak Si-OH grupları oluşur. Daha sonra Si-OH grupların arasında ya da Si-OH grup ile Si-OC₂H₅ grup arasındaki kondenzasyon reaksiyonu sonucu Si-O-Si zincirleri oluşur. Son olarak sıvı içinde zincirler birleşerek jeli oluşturur. TEOS'un hidroliz ve kondenzasyon oranı katalist ve pH değerine bağlıdır. pH değeri 7 altında ise pH azalması ile hidroliz hızı artar. Fakat kondenzasyon hızı azalır ve pH 2'de en düşük noktasına ulaşır. Bu çalışmada TEOS hidrolizini sürdürmek için ilk adımda OA kullanılmıştır. Ayrıca zayıf alkali HMTA ikinci adımda eklenerek kondenzasyon ve jelasyon yürütülmüştür. OA miktarının artması ile pH değeri düşer. Hidroliz ve kondenzasyon her iki adımda da gerçekleşir. İlk adımda jel oluşumu için önemli rol oynar. İlk adımda oluşan Si-O-Si zincirleri çok küçük ve az ise bu zincirlerin bağlanması oldukça zor olmaktadır. HMTA ilave edildiğinde çökelti oluşabilir. pH değeri silikanın isoelektrik noktasından uzaklaşarak artar. Prehidroliz süresinin yeterli olmamasından dolayı çökelti oluşma nedeni budur. Uzun prehidroliz süresi ve yüksek prehidroliz sıcaklığı ilk adımda reaksiyonların tamamlanmasını sağlar. İkinci adımda jelasyon süresini kısaltır. R değerinin artması ile kondenzasyon hızı her iki adımda da azalır, ikinci adımda jel oluşumu için daha fazla zaman gerekir. SEM analizleri mikroyapıların değişmeyen, 10 nm boyutlarında partiküllerden oluştuğunu göstermiştir. Prehidroliz şartlarının partikül boyutuna etkisi yoktur. İki adımlı sol-jel prosesi kullanılmıştır. Kataliz olarak HMTA ve OA kullanılmıştır. SiC prekürser kullanılarak SiO₂-Fenolik reçine hibrid jeli hazırlanmıştır. TEOS ve fenolik reçine başlatıcı materyallerdir. Elde edilen jeller saydam sarımsaklı katı yapılardır. 10 nm boyutlarda partiküllerden mikroyapı oluşur. QA miktarı ve prehidroliz süresi jel oluşumunu (çökeltisiz) belirlemiştir. Sıcaklık artışı sol-jel reaksiyonunu hızlandırmıştır (Li, Tian ve Dong, 2000).

Lan, Gnappi ve Montenero (1993) tarafından yapılan bir çalışmada EPOXS – TEOS – TPOT bazlı sol jel kaplanmış materyallerin yapısındaki termal değişimler

infrared spektroskopisi ile izlenmiştir. Düşük sıcaklıklı jellerde Si – O – Si networkü çok açıktır, çok sayıda organik yan gruplar ona bağlanmıştır. Yapının en önemli özelliği 4 katlı siloksan halkaların varlığıdır. TiO_2 , Ti – O – Si bağları ile networkün oluşmasında önemli rol oynar. Sistemde TiO_2 miktarının artırılması ile dört katlı siloksan halkaların oluşma eğilimi azalmıştır. Sıcaklığın artırılması ile organik yan gruplar kaybolur ve aynı zamanda siloksan halka yapısı parçalanır. Daha katı ve kondense Si – O – Si networkü oluşur. İnorganik materyallerin oluşturulması için kullanılan sol jel yöntemi yüksek saflık, homojenite, düşük proses sıcaklığı, ince film oluşturma kolaylığı gibi avantajlar sağlamaktadır (Lan, Gnappi ve Montenero, 1993).

Sol jel materyallerde Ag kolloidlerin oluşumu TEOS ya da TMOS kimyasalından hazırlanan sol içinde $AgNO_3$ çözdürülmesi ile sağlanır. Azalma, (Reduction) indirgen ajanları kullanarak sağlanmıştır. İndirgen ajanına formaldehit ya da Sn^{+2} örnek olarak verilebilir. Bu yöntemi kullanmak Ag kolloidlerin aglomerasyonunu ve geniş boyut dağılımını oda sıcaklığında bile engelleyememiştir. Ag içerikli SiO_2 kaplamalar oluşturmak için $AgNO_3$, metanol ve DIAMO ($AgNO_3$ DIAMO molar oran 1:1) karışımında çözdürülmüştür. GPTS (3-glycidoksipropil trimetoksisilan) ve TEOS'tan hazırlanan SiO_2 matriks solü etanolde çözdürülmüştür. Hidrolize edilmiş HNO_3 ilave edilmiştir. 15 dak. karıştırılmıştır. $AgNO_3$, gümüş için prekürser olarak seçilmiştir. Çünkü ısıtma işlemi sırasında nitratların parçalanması kolaydır. Yapılan çalışma sonucunda transparan, çatlaksız Ag içerikli kaplamalar oluşturulmuştur (Mennig, Schmitt ve Schmidt, 1997).

Titanyum dioksit ince filmleri sol jel tekniği ile hazırlanabilmektedir. Metal alkoksitler $Ti(OR)_4$ (R alkil grup) genellikle prekürser olarak kullanılır. Hidroliz çok sayıda oksit moleküller içeren cluster oluşturur. Daha sonra polimerizasyon üç boyutlu networkün oluşmasını sağlar. Prekürser seçimi son film özelliklerini etkilemektedir. Ti-isopropoksit ve Ti- Bütoksit en çok tercih edilenlerdendir. Elde edilen sonuçlara göre;

- Film yüzey özellikleri (morfoloji, düzgünlük, nanopartikül boyutu, boyut dağılımı) alkoksitin seçimine bağlıdır.
- Yüksek hidroliz oranları Ti-isopropoksit ile sağlanmıştır.

- Çok sayıda partikül boyutunun disperse olmasını sağlar.
- Film düzgünlüğü hidroliz oranının kontrolü ile sağlanır (Falaras ve Xagas, 2002).

Sol jel kaplamaları SiO_2 , $\text{SiO}_2 - \text{TiO}_2$, $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ gibi kimyasallardan hazırlanabilir. İnce (80-300 nm) ve kalın (2 mikrondan fazla) filmler daldırma (dip-coating) yöntemi ile oluşturur. Kaplanmış materyallerin kimyasal dayanıklılığı ISO standartlarına göre asidik ve bazik hücumu ile test edilmiştir. İnce SiO_2 kaplamalar kaplanan materyalin kimyasal direncini arttırmaktadır. SiO_2 filmler NaOH hücumuna karşı materyali korumamaktadır. Krzyzak, Frischat ve Hellmold (2007) tarafından bu çalışmada SiO_2 , $\text{SiO}_2 - \text{TiO}_2$, $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$, $\text{SiO}_2 - \text{TiO}_2 - \text{ZrO}_2$ kaplamalar hazırlanmıştır. Asidik ve bazik çözeltilerde davranışları incelenmiştir. İnce filmler için sol karışımı hazırlamada TEOS, Tetrabutyl orthotitanat ve Zirkonyum (IV) propoksit kullanılmıştır. SiO_2 film için başlangıç çözeltisinde TEOS, 2-propanol (kütle oranı 1:1), distile su, pH'ı 1-2'ye ayarlamak için 1N HNO_3 ya da 1N HCl ile karıştırılmıştır. $\text{SiO}_2 - \text{TiO}_2$ ve $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ kaplamalar için SiO_2 prekürser çözeltisi etilasetoasetat (1:1.5 molar oranda) stabilize edilmiş Zr ya da Ti prekürser ikinci çözelti ile 30 dak. karıştırılmıştır. Sol konsantrasyonu ağırlıkça %5 oksit içeriğine ulaşmak için çözücü olarak 2-propanol ilave edilmiştir. Kaplamalar sol içine substratların batırılması ve daha sonra kurutulması ile elde edilmiştir. Kalın filmlerin oluşturulması için metiletoksisilane TEOS ve H_2O ya da SiO_2 sol ile karıştırılmıştır. Konsantre HCl ya da HNO_3 pH'ı 1-2 yapmak için ilave edilmiştir. 5 dak. sonra sol buz banyosu ile soğutulmuştur. Kaplama işlemi sonrası kurutma yapılmıştır. Kurutma işlemi su ve organiklerin kaplamadan uzaklaşmasını sağlamıştır. Kaplamalardaki çatlaklar optik mikroskopta ve SEM'de gözlenmiştir. TEOS ve MTEOS'un dip çözeltisinde kullanımı değişmeyen, homojen, çatlaksız, makro gözeneklerin olmadığı kalın SiO_2 film oluşumunu göstermiştir. Bu filmler kimyasal direnci arttırmaktadır. $\text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2$ kaplamalar kimyasal stabiliteyi arttırmıştır. (Krzyzak, Frischat ve Hellmold, 2007).

Mahlitig ve Böttcher (2003) tarafından yapılan bir araştırmada; farklı silika sollar ile hazırlanan tekstil kaplamalarında sıvı iticilik üzerine çalışılmıştır. Saf silika sol

etanol ve su karışımında TEOS'un asidik hidrolizi ile hazırlanmıştır. TEOS, etanol (% 96) ve HCL 24 saat boyunca oda sıcaklığında karıştırılarak hidroliz işlemi gerçekleştirilmiştir. Modifiye silika sol ise TEOS, etanol (% 96), HCl ve GLYEO maddelerinin 24 saat boyunca oda sıcaklığında karışımı ile sağlanmıştır. Her iki solün hazırlanmasından sonra ilave maddeler (additive) % 0,1 – 4 (ağırlıkça) konsantrasyonlarında sıvı sollere eklenerek 30 dak. süre karıştırılmıştır. Hidrofobik özelliğin alkilsilane additif konsantrasyonunun ve alkil zincir uzunluğunun artması ile arttığı gözlenmiştir. (Mahltig ve Böttcher, 2003).

Diğer bir çalışmada farklı şekillerde gümüş ile doplanan tekstillerin antimikrobiyal aktivitesi araştırılmıştır. Üç farklı tekstil materyali hazırlanmıştır; Ag nanopartiküller ile doplanan tekstiller, koloidal gümüş ile doplanan tekstiller, gümüş silika SiO₂/Ag küreler ile doplanan tekstiller. Silika submikron kürelerin türleri biyolojik aktif gümüş için bir matris olarak sol jel metodu ile sentezlenmişlerdir. Elde edilen sonuçlara göre SiO₂/Ag küreler ile doplanan tekstillerin bakteriyostatik olarak aktif olduğu görülmüştür.

Bazı antimikrobiyal ajanların zararlı ve toksik olmasından dolayı güvenilir ve maliyeti düşük biyolojik materyallerin oluşturulmasına son zamanlarda önem verilmiştir. Bunlara örnek olarak gümüş iyonları verilebilir. Gümüş iyonlarının bakteriyel aktivitesi eski zamanlardan beri bilinmektedir.

Gümüş iyonları ve gümüş bazlı bileşikler mikroorganizmalara karşı yüksek toksik özellik göstermektedir. Gümüş iyonları oligodinamik (*Oligodinamik etki metal iyonlarının düşük konsantrasyonlarında bile hücre, spor, mantar, virus gibi canlılar üzerindeki toksik etkisi olarak tanımlanır. Bu antimikrobiyal etki Merkür, Gümüş, Bakır, Demir, Kurşun, Altın, Alüminyum iyonlarında görülür.*) olarak tanımlanırlar. Çünkü az konsantrasyonlarda bile bakteriyel etkisi yüksektir. Saf gümüş metali birçok çözücüde çözünmezdir. Metalik gümüşten daha fazla gümüş katyonları elde etmek için en iyi yol; bu metalin yüzey alanını arttırmak ve nanotoz şeklinde elde etmektir. Bu durumda oksidasyon prosesi daha hızlı oluşur. Fakat nano boyutlu metal partiküller agregat oluşturmaya meyillidir. İyi disperse olmuş gümüş nano tozlar elde etmek ve hazırlama, uygulama ve depolama boyunca agregasyonu önlemek için tercih edilen yol silika materyaller içinde onları dopant olarak kullanmaktır. Gümüş

doplu silika materyallerin konvansiyonel yöntemler ile hazırlanması zordur, ancak sol jel yöntemi ile hazırlamak kolaydır. Nano gümüşlü silika partiküller polimer içine applike edilir ve tekstil yüzeyinde biriktirilir. Mikrobiyolojik testler tekstil materyalleri üzerinde gerçekleştirilir ve iyi antimikrobiyal özellik gösterirler.

Submikron boyutlu silika partiküller alkolik ortamda TEOS'un baz katalizli polikondenzasyonundan sentezlenmiştir. Etanol (%99,6) sulu amonyak çözeltisi TEOS prekürser ile oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Karıştırma sırasında silika tozlar oluşmuştur. Filtreleme sonrası AgNO₃ sulu çözeltisi ile emdirilmiştir. Emdirilmiş silika tozlar 500 derecede hidrojen atmosferinde azaltılmıştır (Jasiorski, Leszkiewicz, Brzezinski, Bugla, Malinowska, Borak, Karbownik, Baszczuk, Streck ve Doroszkiewicz, 2009).

Mikroorganizma ve kana karşı bariyer özelliği sağlamak için; Lee, Cho ve Cho, (1999) yürüttükleri çalışmada, pamuklu dokuma kumaş ve spunlaced dokusuz kumaşa, pad-dry ve pad-cure methodlarını kullanarak kitosan ve floropolimer uygulamıştır. Antimikrobiyal aktivite, staphylococcus aureus kolonilerinin sayımı ile analiz edilmiştir. Kan iticilik sentetik kan kullanılarak darbe penetrasyon test ile ölçülmüştür. Dokusuz yüzey kumaşların kan iticiliğinin pamuklu dokuma kumaşa göre daha iyi olduğu gözlenmiştir. Kitosan çok sayıda antibiyotik maddelere dirençli staphylococcus aureus çoğalmasını engellemektedir. Nontoksik ve mikroorganizmalara karşı etkili olma özelliğinden dolayı kitosan medikal uygulamalarda etkili antimikrobiyal ajan olarak düşünülebilir. Cerrahi operasyon örtüleri, önlükler, maskeler, yastık ve yatak kılıfı gibi medikal giysiler çapraz enfeksiyon oluşumunda ana kaynaklardır. Bu nedenle hastanelerde kullanılan tüm tekstil materyalleri enfeksiyon ve hastalık yapıcı mikroorganizmaların girişini engellemeli ya da minimum seviyeye getirmelidir. Cerrahi önlük materyalleri hem antimikrobiyal bariyer özellikli hem de kan bariyer özellikli olmalıdır. Kitosan ve floropolimer mikroorganizma ve kan girişini önleyebilecek en uygun bitim ajanları olarak görülmektedir. Şimdiye kadar yapılan çalışmalarda ikisi birlikte, kombinasyon halinde kullanılmamıştır. Kan iticiliği ve antimikrobiyal aktiviteyi sağlamak için bu ajanların uygun konsantrasyonları denenmiştir. Medikal ürünlerin çoğu kullanım amacından dolayı insan derisine yakındır, bu nedenle bu materyallerin hava girişi

oldukça önemlidir. Bu çalışmada hava geçişi ve mekanik özellikler de incelenmiştir. Kitosan ve floropolimerin etkisi gözlenmiştir. Dokusuz yüzeyden yapılan tek kullanımlık önlükler son zamanlarda artan bir talep görmektedir. Çünkü dokusuz kumaşlar sıvı girişini engellemektedir. Shake flask metod ile antimikrobiyal aktivite ölçülmüştür. Kitosan konsantrasyonundan bağımsız olarak antimikrobiyal işlem görmüş pamuklu kumaşın koloni sayısında %97 azalma görülmüştür. %1,1 konsantrasyonda kitosan ile işlem görmüş dokusuz kumaşın koloni sayısında %98 azalma görülmüştür. Impact penetration test sonuçlarına göre kan iticilikte dokusuz yüzey pamuklu kumaşa göre daha uygundur (Lee, Cho ve Cho, 1999).

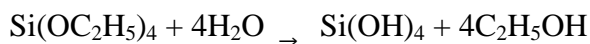
Park, Kang, Na, Lee ve Shin (2009) tarafından yürütülen bir çalışmada; koloidal silika/silan sol çözeltileri, farklı miktarlarda silan ve reaksiyon sürelerinde hazırlanmıştır. Sol çözeltileri koloidal silika/TMOS/MTMS kolloidalden sentezlenmiştir. Sol jel yöntemi kullanılmıştır. MTMS miktarının ve reaksiyon süresinin kaplama film oluşumundaki etkileri üzerine çalışılmıştır. Reaksiyon süresi arttığında kaplama film daha saydam hale gelmiştir. MTMS miktarının artırılması ile kaplama filmin temas açısı artmıştır. Reaksiyon süresinin artması ile kaplama filmin temas açısı azalmıştır. MTMS miktarının artırılması ile kaplama filmin yüzey serbest enerjisi azalmıştır. Reaksiyon süresi 6 saat olduğunda ve MTMS miktarı artırıldığında kaplama filmin yüzey pürüzlülüğü azalmıştır. Reaksiyon süresi 24 saat, 48 saat ve 72 saat olduğunda MTMS miktarının artırılması ile yüzey pürüzlülüğü başlangıçta azalmış, daha sonra daha da MTMS ilave edilmesi ile artmıştır. MTMS miktarının artırılması ile plastik sertlik artmıştır. Kaplama filmdeki ana faktör organik materyallerin inorganik partiküller ile kimyasal bağlanmasıdır. Organik ve inorganik maddeler arasındaki çekici güçlerin artırılması gereklidir. Park ve ark. (2009) tarafından yapılan bu çalışmada; ilk reaksiyon adımında TMOS ve etanol 30 ve 30'a 100 oranlarında koloidal silikaya ilave edilmiştir. Reaksiyon 5 saat 30 derecede sürdürülmüştür. İkinci reaksiyon adımında MTMS koloidal silika/TMOS/etanol çözeltisine 60, 80, 100 ve 120/160 oranlarında ilave edilmiştir. Elde edilen çözelti 300 rpm'de 30 derecede 6, 24, 48 ve 72 saat karıştırılmıştır. Temas açısı ölçülmüştür. Kaplama filmin yüzey serbest enerjisi ölçülmüştür. Plastik sertlik ve elastik kısım ölçülmüştür. Termal stabilite analiz edilmiştir. Film temas

açısı materyallerin yüzey enerjisine bağlıdır. Kolloidal silika sudan daha yüksek yüzey enerjisine sahiptir. Bu durum iyonik yüzeyinden kaynaklanmaktadır. Kolloidal silika silanlar ile network oluşturduğunda yüzey enerjisi azalmaktadır (Park, Kang, Na, Lee ve Shin, 2009).

Islanma birçok doğal ve teknolojik proseste önemli rol oynamaktadır. Sıvının yüzeyi ıslatabilirliği katı yüzeyin kimyasal özellikleri ve yüzey morfolojisi ile sağlanmaktadır. Silika kaplamayı hidrofobik yapmak için bir organik materyal inorganik porselene uygulanır. Dhare, Latthe, Kappenstein, Pajonk, Ganesan, Rao, Wagh ve Gupta (2010) tarafından gerçekleştirilen çalışmada saydam silika film eldesi için TEOS:MeOH:H₂O molar oranı 1:16,53:8.26 olacak şekilde çözelti hazırlanmıştır. 0,01 M NH₄F kullanılmıştır. İso-BTMS/TEOS (M) oranı 0 ile 0,965 arasında farklı oranlarda kullanılmıştır. Silika alkol ve iso-BTMS 30 dakika karıştırılmıştır. Hidrofobik sol jel kaplama eldesi için hidrofobik additifler sole eklenmiştir. Hidrofobik silika sollar iki yöntem ile oluşturulmaktadır. a) Co-prekürser yöntem b) yüzey türevlendirme yöntemi. Co-prekürser yöntemi bu çalışmada kullanılmıştır. TEOS bazlı silika filimin hidrofobik özelliğini arttırmak için iso-BTMS hidrofobik additif olarak kullanılmıştır.

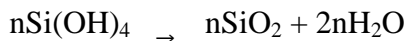
Sol jel prosesinde ilk olarak TEOS hidrolize olur ve kondense olur.

Hidroliz:

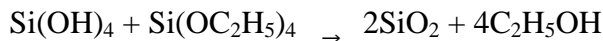


Kondenzasyon

Su Kondenzasyonu:



Alkol Kondenzasyonu:



Sol jel prosesinde iso-BTMS co-prekürser olarak kullanılmıştır. Silika filmin hidrofobitesi oksijen bağları boyunca SiO₂ partiküllerin yüzeyinin hidrolitik olarak kararlı $\Xi\text{Si-C}_4\text{H}_9$ gruplarına bağlanmasına bağlı olduğu görülmüştür. M değeri

arttığında silika filmin hidrofobik özelliğinin arttığı görülmüştür (Dhere, Latthe, Kappenstein, Pajonk, Ganesan, Rao, Wagh ve Gupta, 2010).

Sagheer ve Muslim (2010) tarafından yapılan çalışmada; kitosan-silika hibrid filmleri, prekürser olarak tetraetoksisilanın (TEOS) kullanımı ve sol jel prosesi ile elde edilmiştir. Elde edilen hibridin yapısı FTIR ile analiz edilmiştir. SiO₂ nanopartikülleri 2-7 nm çapındadır ve polimer matriste değişmeyen olarak dağılmıştır. Kitosan kitinin türevi olan bir biopolimerdir. Doğada bulunan bir polisakkarittir. Yengeç, karides, istakoz gibi kabuklu hayvanların dış iskeletlerinde bulunur. Kitosan biomedikal özelliklere sahiptir. Biyolojik olarak parçalanabilir, biyolojik olarak uyumludur. Toksik değildir. Isıya karşı dirençlidir. Sahip olduğu hidroksil amin fonksiyonel gruplar ile diğer gruplar ile bağ oluşturabilir. Bu çalışmada kitosanın %2 asetik asit sulu çözeltisi hazırlanmıştır. Ağırlıkça %2 oranında kitosan çözeltisi oluşturulmuştur. Homojen bir karışım elde etmek için çözelti 48 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Çözeltiden 50 ml alınarak belirli miktarda TEOS ilave edilmiştir. 1 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Eşit miktarda etanol ve su karışımı ilave edilmiş, 18 saat oda sıcaklığında karıştırılmıştır. Kitosan polimer matris ile silika network oluşumunda fiziksel bağları incelemek amacıyla FTIR analizi yapılmıştır. Kitosan ve TEOS arasındaki etkileşim kitosanın amid grupları ile silanol gruplar arasında hidrojen bağ oluşumunu, kitosan amino gruplar ile silanol gruplar arasında iyonik bağ oluşumunu, silika networkün silanol grupları üzerinde kitosan hidroksil grupların esterifikasyonuna bağlı olarak kovalent bağları içerir. SiO₂ konsantrasyonu arttırıldığında daha değişmeyen yapı elde edildiği görülmüştür (Sagheer ve Muslim, 2010).

Dörtlü (quaternary) amonyum bileşiği içeren organik-inorganik hibrid kaplamalar sol jel prosesi ile organik-inorganik ağa bağlanır. Marini, Bondi, Iseppi, Toselli ve Pilati (2005) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada kaplamaların antibakteriyel etkisi gram pozitif (S. Aureus) ve gram negatif (E. Coli) bakteriler kullanılarak test edilmiştir. Sol jel prosesi ile hazırlanan hibrid materyaller geniş uygulamalara sahiptir, uygun reaktanlar kullanılarak uygun reaksiyonlar gerçekleştiğinde multifonksiyonel kaplama olarak davranırlar. Antibakteriyel aktiviteye ek olarak

kontrollü ıslanabilirlik, aleve karşı dayanıklılık gibi özelliklere de sahip olabilirler. Bu çalışmada, organik-inorganik ağa kovalent bağlar ile bağlanmış, quaternary amonyum tuzu içeren antibakteriyel hibrid kaplamalar hazırlanması ele alınmıştır. Antibakteriyel teste TSA ve TSB besiyerleri kullanılmıştır. Öncelikli olarak PE-PEG-Si kopolimeri hazırlanmıştır. PE-PEG-Si polimerik substrata iyi bir adhezyon sağlamak için gereklidir. QAS-Si ve TEOS %30w/vol konsantrasyonda THF'de çözdürülmüştür. Daha sonra hidroliz reaksiyonu için su, homojen bir sistem elde etmek için EtOH ve katalist olarak da HCl ilave edilmiştir. Oran: EtO:H₂O:EtOH:HCl = 1:1:1:0,05. Amonyum tuzu, PE-PEG-Si ve TEOS, tetrahidrofurana ilave edilmiştir. Homojen bir çözelti elde edilinceye kadar karıştırılmıştır. 1:1:0,05 oranında EtOH, su ve HCl içeren 1,58 gr karışım karıştırma sırasında ilave edilmiştir. 60 derecede 2 saat reaksiyona girmesi için kapalı olarak bekletilmiştir. Dörtlü (quaternary) amonyum tuzunun farklı konsantrasyonlarında da test edilmiştir. En iyi antibakteriyel aktivite en yüksek konsantrasyonda QAS ile hazırlanan kaplamada görülmüştür. Antibakteriyel özelliğe ek olarak kaplanan filmlerin analiz edilen diğer özellikleri (Marini, Bondi, Iseppi, Toselli ve Pilati, 2005);

- Yüksek saydamlık, kaplanmayan film ile aynı görünümde olması, organik inorganik domainlerin nano boyutlarından kaynaklanması,
- PE malzemeye iyi adhezyon (malzemeye kaplama öncesi bir muamele yapılmamıştır.)
- Islanabilirlikte yüksek artış

Diğer bir çalışmada, düşük sıcaklıkta gümüş doplu feniltrietoksisilan sol jel kaplama kullanılarak oluşturulan biofilm üzerine araştırma yapılmıştır. İyon halindeki gümüş gram pozitif ve gram negatif bakterilere karşı etkilidir. Gümüş doplu PhTEOS kaplamalar şu şekilde hazırlanmıştır: 85 mg gümüş nitrat 5,84 ml etanolde sonikasyon işlemi ile çözdürülmüştür. Bu çözelti 9,65 ml PhTEOS'a eklenecek karıştırılmıştır. Daha sonra yavaş yavaş 2,6 ml deiyonize su ilave edilmiştir. 1ml nitrik asit ilave edilmiştir. Son molar oran: PhTEOS:AgNO₃:EtOH:su= 1:0,01:25:2,5:4. Çözelti 24 saat karıştırılmıştır. Kullanım öncesi nitrojen ile degaze edilmiştir. Malzemeye uygulanmış ve 100 derecede tüm gece

kurutulmuştur (Stobie, Duffy, McCormack, Colreavy, Hidalgo, McHale ve Hinder, 2008).

Jeon, Yi ve Oh (2003) tarafından yürütülen bir çalışmada gümüş doplu silika ince filmler antibakteriyel materyaller elde etmek için sol jel metodu uygulanmıştır. Başlangıç çözeltisi 1:0,24: 3,75: 2,2 molar oranlarda $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{H}_5)_4$: AgNO_3 :Su: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ile hazırlanmıştır. 0,5N HNO_3 çözeltisi ile pH ayarlanmıştır. Ağır metaller enzimlerin –SH gruplarını bularak proteinler ile reaksiyona girerler. Bu durum proteinlerin inaktivasyonuna sebep olur. Gümüş iyonları DNA moleküllerini etkilemektedir. DNA molekülleri çoğalma özelliklerini kaybederler ve gümüş iyonları proteinin tiyol grupları ile reaksiyona girerler ve bakterial proteinin inaktivasyonunu sağlarlar. Gümüş doplu materyaller kimyasal olarak dayanıklıdır ve uzun bir süre gümüş iyonlarını salarlar. Gümüş doplu silika kaplama filmleri sol jel metodu ile hazırlanmıştır. İlk adımda, TEOS, 2-ethoxyetanol ve distile su oda sıcaklığında karıştırılmıştır. 0,5N HNO_3 hidroliz katalizi olarak kullanılmıştır. 2-ethoxyetanol düşük buharlaşma oranına sahiptir ve değişmeyen film kalınlığı elde etmek için ilave edilmiştir. 4 saatlik reaksiyondan sonra AgNO_3 ilave edilmiştir. Sol 2 saat karıştırılmıştır. Gümüş için AgNO_3 prekürser olarak seçilmiştir, çünkü ısıtma boyunca nitratların parçalanması kolay olur. Kaplanan materyaller 100 derecede 30 dakika kurutulmuştur. Çalışma sonucunda değişmeyen, çatlaksız ve saydam filmler elde edilmiştir. Ag-SiO_2 ince film oluşumunda Si-O grupları kation exchange prosesi ile Si-O-Ag ağına dönüşür. Bu Ag^+ iyonlarına bağlıdır. Sıcaklık arttırıldığında Si-OH için absorpsiyon bandları, Si-O-Si simetrik esneme ve bükülme vibrasyonları yüksek dalgalara dönüştüğü görülmüştür (Jeon, Yi ve Oh, 2003).

Kullanım ya da depolama boyunca mikroorganizmaların tekstil materyali üzerinde büyümesi giyeni ya da kullanıma da negatif yönde etkilemektedir. Detrimental (zararlı) etkiler biositlerin kullanımı ya da biyositlerin ekstraksiyon öncesi sentetik liflere applike edilmesi ile tekstil materyallerine uygulanan antimikrobiyal bitim işlemleri sayesinde kontrol altına alınabilir. Kullanılabilen antimikrobiyal ajanlar gümüş, quaternary amonyum tuzları, polihekzametilen biguanit, triklosan, kitosan, boyalar ve rejenere N-halamin bileşikleridir (Gao ve Cranston, 2008).

Silanoller bir ya da daha fazla SiOH grup içerirler. Bu fonksiyonel gruplara doğada sık rastlanır. Örnek Silisik asit, $\text{Si}(\text{OH})_4$. Silanol gruplar silikon üretiminde, sol jel işlemlerde, yüzeyin fonksiyonelliği için silan bağlama ajanları gibi çeşitli endüstriyel alanlarda kullanılır. Silanolün en önemli özelliği yüksek asiditeye sahip olmasıdır. Birbirleriyle ya da organik moleküller ile güçlü hidrojen bağlar oluşturabilirler. Silanol self kondenzasyon reaksiyonuna girmede yüksek eğilime sahiptir. Böylece siloksan bileşikleri verir. Silikon endüstrisinde silanollerin polikondenzasyonu silikon oluşumunu sağlar. Alkoksil silanların hidrolizi silanollerin sol jel işlemlerinde ara madde olarak kullanımını sağlar (Baxter, Cother, Dupuy, Lickiss, White ve Williams, 2006).

Roe ve Zhang (2009) tarafından gerçekleştirilen bir çalışma, sağlam hidrofobik kumaşlar elde etmek için kullanılan florpolimer kimyasalları yerine alternatif olabilecek silika nanopartiküller ve silanlar ile yüzey işlemini içermektedir. Silika nanopartiküller yüksek miktarda hidroksil grup içermektedir ve $-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-$ ya da $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{Si}-\text{O}-$ grupları boyunca kumaş yüzeyine silanlar kovalent bağlar ile bağlanırlar. Silika nanopartiküller eklenen alkiltrialkoksilan miktarını arttırarak su iticilik özelliğini geliştirir. Çünkü silika nanopartiküller yüksek miktarda hidroksil gruba sahiptir. Buna ek olarak, kumaş yüzeyindeki silika nanopartiküllerin yüzeyde pürüzlülüğü arttırır ve böylece yıkamaya ve çekmeye karşı bitim işlemini geliştirir. Pürüzlülük lotus etkisine bağlı olarak hidrofobikliğini arttırır. Hidrofobik alkiltrialkoksilanlar gibi silan hidrofoblar silanın alkil zincir uzunluğunu kontrol ederek yüzey hidrofobitesini sağlar. Yüzey hidrofobikliğini zincir uzunluğunun artması ile artar. Silika nanopartikül, silan hidrofoblar ve silan çapraz bağlayıcıların bileşimi kumaş yüzeyinde yüksek derecede hidrofobiklik ve yüksek sağlamlık sağlar. Silanların içine silika nanopartikül ilave edilmesi temas açısının artmasına neden olur. Bu çalışmada silika nanopartiküller ve silan karışımı ile pamuklu kumaşta yüzey işlemi anlatılmıştır. Silan hidrofoblar n-oktiltrietoksisilan (OTMS) ve n-desiltrioksisilandır (DTES). Silan çapraz bağlayıcılar bistrietoksisilan (BTEOSE), tetrametoksisilan (TMOS) ve tetraetoksisilandır (TEOS). Bu çalışmanın amacı; silika nanopartiküllerden ve silanlardan oluşan uygun bileşimi elde ederek dayanıklı

hidrofobik pamuklu kumaşlar oluşturmaktır. Silika nanopartikül kullanımının kumaşlarda hidrofobikliği sağlamanın etkisi büyüktür. Yıkama, artık yüzey aktif maddeleri gibi safsızlıkların silanlar tarafından oluşturulan bağlara zarar vermesiyle kumaş yüzeyindeki hidrofobik özelliği azaltır. Isıtma-kurutma adımı kalan nemin uzaklaştırılmasını ve kumaş yüzeyindeki uzun zincir alkil gruplarının tekrar kristallizasyonunu sağlar. Bu durum kumaşın su itme yeteneğini geliştirir. Ultrasonikasyon işlemi çözeltideki silika nanopartiküllerden oluşan aglomeratların parçalanmasını sağlar. Böylece yüzey alanı artar ve çapraz bağlayıcılar ve kumaş yüzeyi arasında bağı oluşturan hidroksil grup sayıları artar. Yüzey hidrofobikliğin yıkama dayanımının geliştiği görülmüştür (Roe ve Zhang,2009).

Hızlı sol jel yöntemi organik olarak modifiye ve prekürser olarak alkoksitlerin bileşimini kullanarak son ürünü oluşturur. Son ürün silikon kauçuktan silika cama kadar değişen organik-inorganik hibridlerden oluşur.

Konvansiyonel sol jel prosesi silikon alkoksit gibi metal alkoksitler ya da metal alkoksit benzeri titanyum, alüminyum ve zirkonyum gibi prekürserlerin kimyasını içerir.

Çeşitli organik olarak modifiye alkoksit prekürserler;

- Metiltrimetoksisilan (MTMS)
- Dimetildimetilsilan (DMDMS)
- Metakrilatpropiltrimetoksisilan (MAT-MS)
- 3-Glisidoksipropiltrimetoksisilan (GLYMO)

R. Gvishi tarafından yapılan bir çalışmada sol jel yöntemi kullanılarak çatlaksız sol jel bulk ya da film oluşumu sağlanmıştır. Organik içerik ağırlıkça %20 oranında, düşük miktardadır. FTIR analizi yapılmıştır. Spektrum iki absorpsiyon aralığına bölünmüştür; 400-1800 cm^{-1} ve 2500-4000 cm^{-1} . 3400 cm^{-1} ve 900 cm^{-1} 'deki azalma OH ve Si-OH grupları göstermektedir. Bu azalma polimerizasyon prosesinin oluştuğunu doğrulamaktadır. Hızlı sol jel yöntemi ile elde edilen örnekler TGA analizi yapılmıştır. Kalan çözücünün evaporasyonu sonrası ağırlık kaybı incelenmiştir (Gvishi, 2009).

Kitosan, kitinin deasetilasyonundan elde edilir. Kitosan antimikrobiyal özelliğe sahiptir. Çoğu antibiyotik maddeye karşı dirençli olan *Staphylococcus Aureus*'un çoğalmasını engeller. Kitosan çözeltisi kitosanın %1 asetik asitin farklı konsantrasyonlarında (% 0,5, %0,8, %1,1) çözülmesi ile elde edilir. Kitosan yapısı selüloza benzemektedir. Oksijence zengin doğal karbonhidrat (polisakkarid) anhidroglukoz birimlerden oluşur. Doğrusal moleküler zincir oluşur (Lee, Cho ve Cho, 1999).

Hibrid materyallerin hazırlanması için tri-fonksiyonel $R'_2Si(OR)_3$ ya da di-fonksiyonel alkoksisilan $R'_2Si(OR)_2$, R ve R' organik grupları göstermektedir, prekürser olarak kullanılır.

Oligomerlerin halka tipleri sol jel reaksiyonlarında dört ya da altı siloksan halkalarını oluşturur. Bu halkaların oluşması jelasyon davranışını büyük ölçüde etkiler.

Wu, Wu, Xu ve Yang (2006) tarafından gerçekleştirilen çalışmada PAMS (Fenilaminometil trietoksisilan) prekürser olarak seçilmiştir. PAMS fonksiyonel fenil amin gruplar içerir ve sol jel sonucu oluşan ürün birçok alanda kullanılabilir. PAMS hidroliz ve kondenzasyonu TEOS'tan farklıdır, çünkü fenilaminometil gruplar yüksek steric hindrance'a sahiptir. Tg, jelasyon süresi, reaksiyonun başlamasından sıvı kalmayana kadar geçen süredir. Daha önceki çalışmalarda su ve etanolün Si birimlere molar oranı 3-4 arası ayarlanmıştır. Bu çalışmada da oran 3,5 ve 3,8 seçilmiştir. PAMS'ın TEOS'a molar oranı 1:10, 1:8, 1:6,5, 1:4,5, 1:3, 1:2, 1:1 olacak şekilde çalışılmıştır. TEOS hidrolizi asidik durumda ilk dakikalarda tamamlanmaktadır. Çözeltide H_3O^+ bulunması alkoksisilan hidrolizini hızlandırır. OH^- iyonları kondenzasyon reaksiyonlarını hızlandırır.

Sol jel reaksiyonu boyunca silanol (Si-OH) ve/veya alkoksisilan (Si-OR) gruplar polikondenzasyon reaksiyonunda katılarak Si – O – Si bağlarından üç boyutlu silika networkün oluşumunu sağlar.

Polikondenzasyon reaksiyonu hidroliz tamamlanmadan başlamaktadır. Bu nedenle hidrolize olmamış prekürser ve polikondenzasyon ürünleri bulunmaktadır.

FTIR analizi yapılmıştır. PAMS içeriği artırıldığında jelasyon süresinin ilk önce düştüğü görülmüştür. PAMS bileşiminin artırılmasına devam edilirse jelasyon süresi artar ve sonuçta homojen olmayan çökelme oluşur. FTIR analize göre PAMS içeren örneklerin hidrolizi TEOS içerenlere göre daha yavaştır (Wu ve ark., 2006).

Sol jel prosesi kolloidal suspensiyondan inorganik network oluşumunu içerir ve solün jelasyonu ile network oluşur. Kolloidlerin sentezi için kullanılan prekürserler reaktif ligandlı metal ya da metaloid elementlerden oluşur. Metal alkoksitler en popüler olanıdır, çünkü su ile reaksiyona girebilirler. En çok kullanılan metal alkoksit tetrametoksisilan, tetraetoksisilan gibi alkoksisilanlardır. Diğer metal alkoksitler aluminatlar, titanatlar ya da alkil boratlar gibi metalloid alkoksitlerdir.

Mikroorganizmalar sağlık üzerinde neden oldukları olumsuz etkilerin yanında tekstil yapılarında istenmeyen koku oluşumuna, renk bozulmasına, lekelenmelere ve kumaş mukavemetinde azalmalara neden olmaktadır. Tekstil yapılarının aralarına yerleşen mikroorganizmalar tekstil ürününün kendisine ve kullanıcıya zarar verebilmektedir. Antimikrobiyal özellik kazandırılan tekstil ürünleri mikroorganizmaların neden olduğu olumsuzlukları azaltmaya ve ortadan kaldırmaya yardımcı olmaktadır. Bu ürün grupları mikroorganizmaların enfekte olmalarının önüne geçilmesi ve kalite kaybının engellenmesi amacıyla kullanılmaktadır.

Mikroorganizmaların kumaş yüzeyleri üzerine tutunması (adhezyon) sonucunda tekstil materyalleri taşıyıcı olabilmektedir. Bu amaçlardan dolayı tıbbi amaçlı kullanılan malzemeler cerrahi elbiseler, hastane perdeleri, hemşire elbiseleri, yer kaplama ve yatak malzemeleri, havlular ve işçi uniformaları gibi giysilerin antimikrobiyal özellikte olmaları son derece faydalıdır.

Mikroorganizmalar genel olarak polisakkarid içerikli dış duvar, hemen altında bulunan bir zar katmanı ve en iç kısımda organeller ile enzim ve nükleik asit bulunan

hücresel yapılı canlılardır. Hücre içindeki enzimler hücre yaşamı için gerekli olan kimyasal reaksiyonların gerçekleşmesinden, nükleik asitler ise genetik bilginin depolanmasından sorumlu bileşenlerdir. Bu canlıların yaşamlarının sona erdirilmesi için “bakteriostatik ajanlar” veya çoğalmalarının durdurulması için “bakteriocidal ajanlar” kullanılmaktadır. Tekstil ürünlerinde kullanılmakta olan ticari antimikrobiyal etken kimyasalların çoğu (triklosan, gümüş, polihekzametilen biguanid – PHMB, kuarter amonyum bileşikleri) bakteriocidal özelliğindedir.

Antimikrobiyal maddelerin mikroorganizmaları öldürmek ve çoğalmalarını engelleme mekanizmaları çeşitlidir. Bu mekanizmalar;

- Mikroorganizmaların hücre duvarlarına zarar vermek,
- Hücre duvarı sentezine engel olmak,
- Hücre duvarının kalıcı olarak tahrip edilmesi,
- Protein ve nükleik asit sentezlerinin engellenmesi,
- Enzim hareketlerinin engellenmesi yöntemleri ile çalışmaktadır.

Tekstil ürünlerinin antimikrobiyal etkinliğinin belirlenmesi için çok çeşitli test standartları kullanılmaktadır. Mikrobiyolojik temelli testler olan bu testlerde antimikrobiyal etkinliğin belirlenmesi için difüzyon agar yöntemi (yarı kantitatif), kantitatif yöntem ve bozulma yöntemi kullanılmaktadır. Yaygın olarak kullanılan yöntemler AATCC 147 difüzyon agar yöntemi ve AATCC 100 kantitatif analiz yöntemidir. Uluslar arası alanda tekstil ürünlerinde antimikrobiyal etkinliğin belirlenmesi için kabul görmüş olan standart ISO 20743 standardıdır.

AATCC 147 agar difüzyon test yönteminde, besi yeri içine önceden hazırlanmış olan bakteri konsantrasyonları dökülür ve daha sonra 25 mm çapında numune kumaşlar yerleştirilir. Numune kumaşlar 37 derece sıcaklıkta 24 saat bekletildikten sonra kumaş etrafında oluşan çap ölçülerek (inhibisyon alan çapı) numune kumaşın etkinliği mm cinsinden belirlenir.

AATCC 100 Test metodunda tekstil numunelerinde bulunan antimikrobiyal maddenin aktivite derecesini kantitatif olarak tayin etmek için uygulanmaktadır.

Kantitatif değerlendirme tekstil ürünlerinde kullanılan antibakteriyel maddenin bakteriler üzerinde etkili olup olmadığı hakkında önemli bilgiler vermektedir. Aynı ölçülerde hazırlanan kumaş numuneleri 121 derece sıcaklık ve 1,5 atm. basınçta 15 dakika süre bekletilerek steril hale getirilir. Test numunesi ile beraber işlem görmemiş numune antimikrobiyal aktivitesinde emin olunan bir kontrol numunesi beraber çalışılmalıdır. Ekimi yapılan numuneler 37 derecede 48 saat bekletilir. Numune içeriğinden 10^5 /ml yoğunlukta mikroorganizma bulunan 1ml çözelti ile ıslatılır. Islatılan numune daha sonra nötralizasyon çözeltisi içine atılır, iyice karıştırılır. Nötralizasyon çözeltisi belli dilüsyonlara seyreltilerek katı besi yeri üzerine ekim yapılır. Bu işlemin amacı bakteri sayısını sayılabilecek düzeye indirmektir. Ekim yapılan tüm petriler 37 derecede 48 saat etüvde bekletilir. 48 saat sonra sayım yapılır ve değerlendirilir. İlgili dilüsyonlardaki üreme miktarları üreyen koloni sayısının dilüsyon oranı ile çarpılması sonucu elde edilmiştir.

Antimikrobiyal işlemlerde % azalma formülü;

$$R(\%) = 100(B-A)/B$$

R: Oransal azalma

B: Başlangıç anında numune ile temas etmiş olan çözeltideki organizma sayısı

A: Numune ile temas etmiş olan nötralizasyon çözeltisi içinde bulunan organizma sayısı.

ASTM E2149-01 standardına göre yapılan shake flask metodu nitel sonuç veren bir test yöntemidir. Bu test yöntemi migrasyona uğramayan antimikrobiyal ürünler ile işlem görmüş kumaşın dinamik koşullar altında mikropların büyümesine karşı gösterdikleri dirençleri ölçmek için dizayn edilmiştir. Bu testte içinde numune kumaş bulunan solüsyonda başlangıç anında bakteri sayısı ile bir saatlik çalkalama sonucu bakteri sayıları oranlanır. Elde edilen oranın azalma yönünde olması numune kumaş ile yapılan çalkalama işleminin solüsyon içindeki ortalama bakteri sayısında azalmaya neden olduğunu göstermektedir. Ekim yapıldıktan sonraki 1 saat ve 24 saat sonunda ortamdaki canlı organizma sayılarındaki değişimin azalma yönünde olduğu anlaşılmaktadır.

Antimikrobiyal etken maddeler arasında etkinliğin kalıcılığı ve yıkamaya dayanımı ile ilgili farklılıklar olduğu bilinmektedir (Palamutçu, Keskin, Devrent, Sengül ve Hasçelik, 2009).

Özellikle AIDS virüsünün keşfedilmesinden sonra, cerrahi bir operasyon sırasında doktor ve hemşirelerin hastanın kanı ile temasta bulunmaması, kan sıçramasına karşı önlem almaları gerçeği de ortaya çıkmıştır. Hem steril bir ortam yaratmak hem bakteriyel kontaminasyona karşı korunmak amacıyla hasta da dahil operasyonda bulunan tüm kişiler cerrahi koruyucu medikal ürünler kullanmaktadır. Medikal ürünler olarak ifade edilen malzemeler cerrahi önlük, örtü, koruyucu kılıflar, maskeler, ...vb. Vücudu koruma amaçlı cerrahi önlüklerin mikroorganizmalara ve kana karşı bariyer özellikli olması, aynı zamanda kullanım boyunca konforu sağlaması istenmektedir. Amerika'da %80 oranında pamuklu yerine dokusuz yüzeyden elde edilen medikal koruyucu giysiler tercih edilmektedir. Dokusuz yüzeyden elde edilen medikal giysilerin en önemli özelliği tek kullanımlık olmasıdır. Koruyucu giysilerin riskli bölgeleri koruma seviyesini arttırmak amacıyla su geçirmez, nefes alabilir özellikli filmler ile kaplanmaktadır. A. Mukhopadhyay ve ark. (2008) tarafından yapılan çalışma; medikal alanda kullanılan sıvı geçirmez, nefes alabilir kumaşların mühendislik tasarımını anlatmaktadır. Farklı şekillerde üretilen dokusuz kumaşların nefes alabilirliğini değerlendirmek amacıyla farklı koşullar altında çeşitli testler yapılmıştır.

Tomsic, Simoncic, Orel, Cerne, Tavcer, Zorko, Jerman, Vilcnik ve Kovac (2008) tarafından yürütülen çalışmada pamuk lifler için multifonksiyonel, su ve yağ itici ve antimikrobiyal bitim çözeltileri, floroalkilfonksiyonel su bazlı siloksan (FAS), nanoboyutlu gümüş (Ag) ve reaktif organik-inorganik yapıştırıcıdan (RB) hazırlanmıştır. İki farklı uygulama yapılmıştır. Biri FAS sol ile pamuklu kumaşa uygulanmıştır (i), Ag-RB-FAS prekürserlerin hepsi kullanılarak pamuklu kumaşa uygulanmıştır (ii). İkinci uygulamada pamuklu kumaşa önce Ag-RB sol ile daha sonra FAS sol ile muamele edilir (iii, 2S). Hidrofobik ve oleofobik özellikler temas açısı ölçümü, kızılötesi ve XPS spektroskopik ölçümler ile değerlendirilmiştir. 2S uygulaması sonucu ve i uygulama sonucu elde edilen pamuklu kumaşların oleofobik

özelliğinin 10 yıkama sonrası da aynı olduğu görülmüştür. Fakat 1S uygulama sonucu elde edilen pamuklu kumaşların oleofobik özelliği 2. yıkamadan sonra azalmıştır. Pamuklu kumaşların antibakteriyel özelliği AATCC 100-1999 standardı ve EN ISO 20743:2007 transfer yöntemi kullanılarak E. Coli ve S. Aureus bakterilerinin azalması ile test edilmiştir.

Konfor, estetik, sağlamlık, fonksiyonel ve güvenli tekstil ürünlerine talebin artması üretim ve tasarımda yeni ve çağdaş tekniklerin gelişmesini tetiklemektedir. Koruyucu tekstiller mekanik, fiziksel, kimyasal ve fizyolojik özelliklerini karşılamak amacıyla bir takım standartlara uymaktadırlar. Yağ ve su itici özelliğin antimikrobiyal özelliklerle kombinasyonu pratik uygulamalarda önemlidir. Çünkü yağ ve su iticilik pamuğun düşük yüzey enerjisine bağlı olarak bakteri adhezyonunu etkilediğinden antibakteriyel özelliği de dolaylı olarak etkilemektedir.

Bu çalışmanın amacı ilk olarak bakteriyel büyümenin azalmasına göre pamuklu kumaşa FAS uygulayarak elde edilen bitim işleminin düşük yüzey enerjisinin etkisini değerlendirmek, ikinci olarak da FAS varlığında ve yokluğunda nanoboyutlu gümüş partiküller ile muamele edilen pamuklu kumaşların antibakteriyel etkisini karşılaştırmaktır.

Halaminler, monometilol 5-5 dimetilhidantoin, Triklosan, dörtlü (quaternary) amonyum bileşikleri, katyonik boyalar, kitosan ve polihexametilen biguanide gibi katyonik polimerler, metalik gümüş ve bakır antimikrobiyal ajan olarak kullanılır. Gümüş, bakır gibi metaller iyi disperse olmuş nanopartikül halinde ve aglomere olmamış halde aktiftirler. Nanometalik ajanlar tekstil liflerine kimyasal olarak bağlanmazlar ve antimikrobiyal aktivite tekstilden çevreye salınır. Bakteri ve mantarlar için zehir görevi görür. Değişmeyen dispersiyon, gömülü, metalik nanopartikül gibi antimikrobiyal ajanların kontrollü salınımını sağlar. Hidrofobik grupları ve antibakteriyel aktif quaternary amonyum kısımları içeren kompleks silane prekürserleri iyi bir opsiyon gibi görünmektedir. Çünkü tek adımda tekstile uygulanırlar. Multifonksiyonel kimyasal özelliğine bağlı olarak tekstile adhezyonu

sağlar, antimikrobiyal özelliği ve hidrofobik özelliği sağlar. Aktif komponentlerin dışarı salınımını sağlar.

Kaplamaların yıkama haslığı tekrarlanan yıkamalardan sonra incelenmiştir. Pamuklu kumaşların yağ iticilik özelliği AATCC 118-1978 test metodu ile test edilmiştir. Temas açısı ölçümü yapılmıştır. Antibakteriyel aktivite AATCC 100 – 1999 standardına göre yapılmıştır. Morfolojik değişimlerin izlenmesi için SEM kullanılmıştır. FTIR analizi yapılmıştır. X-ray fotoelektron spektroskopisi uygulanmıştır. Buruşukluk ISO 2313 standardına göre analiz edilmiştir. Eğilme, bükülme analiz edilmiştir. Bükülme eğilimi sol uygulaması ile azalmıştır. Kopma mukavemeti ölçülmüştür. Hava geçirgenliği SIST EN ISO 9237:1999 Standardına göre yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre SEM ölçümleri muamele edilmiş pamuklularda muamele edilmemiş olanlara göre yüzeyin daha düzgün olduğunu göstermektedir.

Gümüşün antibakteriyel aktivitesi sülfür ve fosfora olan yüksek eğiliminden kaynaklanmaktadır. Bakteriyel hücre zarında sülfür içeren proteinlerin varlığı gümüş nanopartiküller sülfür içeren proteinler ile hücre zarının içinde ya da dışında reaksiyona girer. Ve hücre yaşama yeteneğini etkiler. Gümüş nanopartiküllerden salınan gümüş iyonları DNA'daki fosfor kısımlar ile reaksiyona girer, DNA çoğalmasını inaktif hale getirir. Enzim fonksiyonlarını engeller.

Mahltig, Haufe, Bottcher ve Mater (2005) tarafından gerçekleştirilen çalışmada nanopartiküller modifiye silika ve diğer metal oksit bazlı inorganik solların kullanımı ile elde edilen fonksiyonel tekstillerin yapısı incelenmiştir. İnorganik sol kaplamaların kullanımını destekleyen çok sayıda neden bulunmaktadır; modifiye silika ve diğer metal oksit bazlı 50nm'den daha küçük çaptaki sollar tekstil üzerinde iyi adhezyon özellikli saydam oksit tabakalar oluşturmaktadır. Bu oksit tabakalar ışık, ısı, kimyasal ve mikrobiyal zararlara karşı dayanıklıdır. Bu tabakalar tekstilin mekanik özelliklerini artırır. (Yüksek mekanik dayanım, giyim ve çekme direnci gibi.) Oksit kaplamalar organik ya da biyolojik bileşikler, inorganik partiküller ve polimerler gibi yapı içine gömülmüş fonksiyonel katkı maddeleri için taşıyıcı

özelliğindedir. Bu şekilde tabaka gözenekliliği ve gömülü bileşiklerin sabitliği kontrol altındadır. Kaplamalar konvensiyonel kaplama cihazları ile oda sıcaklığında ve normal basınçta hazırlanabilir. Spreylenme ya da daldırma işlemleri kullanılabilir. Nanopartikül inorganik sollar silikon ya da metalalkoksitlerin asit ya da alkali katalizli suda ya da herhangi bir suda çözünür organik çözücüde (etanol) hidrolizi ile hazırlanmıştır. Hazırlanan sollar 4-20% katı içerikli saydam, kararlı, nanoyapılı dispersiyonlardır. Nanosollerin partikül çapları 50 nm'den küçüktür. Bu şekilde hazırlanan nanosoller hidrolize prekürserden dolayı alkol içerirler. Alkol içerikli nanosoller yüksek depolama stabilitesine (uzun jel süresine), herhangi bir tekstil lifine iyi yapışma özelliğine ve düşük sıcaklıklarda hızlı kuruma süresine sahip olmaktadır (Mahltig, Haufe, Bottcher ve Mater, 2005).

Antimikrobiyal tekstiller sağlık ve hijyen ürünleri (deri ile direk temasta bulunan önlükler, enfeksiyon kontrolü ve bariyer materyaller gibi çeşitli medikal uygulamalar) gibi geniş bir alanda fonksiyonellik sağlarlar. Antimikrobiyal ajanlar: triklosan, metal ve tuzları, organometaller, fenoller ve dördü (quaternary) amonyum bileşikler. Kitosan ve doğal boyarmaddelerin tekstil materyallerinde antimikrobiyal bitim işlemlerinde kullanımı görülmektedir. Kitosan ve onun türevleri tekstil materyallerinde antimikrobiyal ajan olarak kullanılabilir. Glutarik di-aldehit ve polikarboksilik asit gibi çapraz bağlama ajanlarının kullanımı ile kitosan pamuklu kumaşa kimyasal olarak applike edilebilir. Kitosan ve sitrik asit karışımı ile pamuklu kumaş fularlama işlemine sokulur. Daha sonra yüksek sıcaklıkta kürlenme işlemi yapılır (Hayes ve White, 2009).

Tekstiller bakteri ve mantarlar için taşıyıcıdır. Kumaş üzerinde bakteriyel büyümeyi kontrol etmek için uygulanan yöntemler;

- Reçine kullanımı ile antibakteriyel ajanların tekstil yüzeyine applike edilmesi
- Antimikrobiyal ajanların selülozik zincire aşılması

Antibakteriyel aktivite kir itici ve kir önleyici ile yakından ilişkilidir. Florpolimerler anti-kir bitim işlemlerinde genellikle kullanılır. Perflorin hidrokarbon birimlerinden ve florin serbest polimer yapılarından oluşur. Bu halkalar

bifonksiyonel polimer zincirleri olarak rol oynarlar ve doymamış gruplar nedeniyle polimerize ve ko-polimerize olurlar (Hatch ve Alberti, 2003).

Tek kullanımlık koruyucu giysiler için dokusuz yüzeylerin kullanımı düşük maliyetli, hafif ve etkili koruma özelliğinden dolayı giderek artmaktadır. Koruyucu giysiler için kullanılan dokusuz yüzeyler yapılarına ve lif tiplerine bağlı olarak yüksek ölçüde bariyer performansı ve termal konfor gösterirler. Gözenekli spunbond dokusuz yüzey yüksek hava geçirgenliği ile düşük bariyer performansı gösterir. Polietilen spunbond dokusuz yüzey yüksek seviyede koruma ancak düşük termal konfor gösterir. Mikro-gözenekli membranlar ve lamine edilmiş kumaşlar koruyucu giysiler için bariyer materyali olarak kullanılmaktadır. Yüksek seviyede koruma, düşük hava geçirgenliği sağlarlar. Monolitik polimer filmleri yüksek toksik kimyasallar için geçirimsiz polimerik giysilerde kullanılır ve yüksek seviyede koruma sağlarlar. Bariyer özelliği ve termal konfor koruyucu giysilerde aranılan iki önemli özelliktir (Lee ve Obendorf, 2007).

Dokusuz poliester kumaşlar farklı birçok uygulamada kullanılmaktadır. Bu kumaşlar zayıf ıslatma özelliğine sahiptir. Xiao, Chen, Wei ve Wu (2009) tarafından yürütülen çalışmada dokusuz poliester kumaş kararlı alumina sol ile emdirilmiştir. Alumina sol, sol-jel tekniği kullanılarak alüminyum isopropoksitin hidrolizi ile hazırlanmıştır. Al_2O_3 partikülleri dokusuz poliester kumaş üzerine kurutma işleminden sonra kaplanmıştır. Modifiye edilmiş dokusuz poliester kumaşın yüzey morfolojisi SEM, AFM analizleri ile değerlendirilmiştir. SEM ve AFM analizleri lif yüzeyindeki Al_2O_3 partiküllerinin oluşumunu göstermiştir. Al_2O_3 kaplama FTIR analizi ile de doğrulanmıştır. Kaplanmış dokusuz poliester kumaşın mekanik özellikleri yüzey sol-jel kaplamasından sonra artmıştır. Islanma özelliği üzerinde Al_2O_3 etkisi yüksektir.

Antibakteriyel dezenfeksiyon ve bitim teknikleri birçok tekstil yapısında uygulanmaktadır. Bu uygulamalardan biri pamuklu ve poliester kumaşların nano yapılı gümüş, titanyum dioksit ve zink oksit kolloidal çözeltileri ile emdirilmesidir. Metalik iyonlar ve metalik bileşiklerin yüksek derecede sterilizasyon etkisi

bulunmaktadır. Havada ya da sudaki oksijenin bir kısmı metalik iyonların fotokatalizi ile aktif oksijene dönüşerek sterilizasyon etkisi sağlar. Nano yapılı partiküllerin kullanımı ile birim alanda kullanılan partikül sayısının artması ile antibakteriyel etki maksimuma yükseltilir. Nano-gümüş partiküller geniş yüzey alanına sahiptir, dolayısıyla bakteri ya da mantarlar ile teması artar. Nano-gümüş proteinler ile reaksiyona girer. Nano-gümüşler bakteri ve mantarlar ile temasta olduğunda hücresel metabolizmaları ve hücre büyüme oranları etkilenir. Nano-gümüşler medikal alanda kullanılan ürünlerde de kullanılabilir (Gopalakrishnan ve Mythili).

Wang, Wei, Wang, Gao ve Zhao (2008) tarafından yürütülen çalışmada nanoyapıdaki gümüş film ile dokusuz yüzey üzerine yapılan kaplamannın kalınlığının antibakteriyel özelliğe etkisi incelenmiştir. Medikal giysilerin antibakteriyel özelliği shake flask test yöntemi ile ölçülmüştür. Nano yapılı gümüşün normal gümüşe göre antibakteriyel etkisi daha fazladır. Lif modifikasyonu, yüzey kaplama, emdirme nano yapılı gümüş antibakteriyel özellikli tekstil materyalleri oluşturulmasında kullanılan yöntemlerden biridir. Bu çalışmada antimikrobiyal özellik elde etmek için polilaktik asit dokusuz yüzeylerde nano yapılı gümüş film üzerine magnetron sputterin uygulanmıştır. Antibakteriyel performans shake flask testi ile ölçülmüştür. Test mikroorganizması Staphylococcus aureus ve Escherichia colidir (Wang, Wei, Wang, Gao ve Zhao, 2008).

Son zamanlarda yapılan çalışmalarda; antibakteriyel etkinin oluşturulması için kullanılan gümüş nanopartiküllerin sentezinde mikroemülsiyon yöntem kullanılmaktadır. Zhang, Qiao ve Chen (2007) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada; mikroemülsiyon yöntem ile elde edilen nanopartiküllerin oluşumunda sürekli faz tipi, su/yüzey aktif madde molar oranı (W) ve prekürser konsantrasyonunun etkisi araştırılmıştır. Nanomateryaller, küçük boyutlarına bağlı olarak bulk durumlarına göre daha fazla özellik gösterebilirler; mikroelektronik materyal, bakteriostatik materyal, katalitik materyal ya da manyetik kayıt materyali olarak kullanılabilirler. Özellikle gümüş nanopartiküllerin katalitik aktivitesi gümüşün boyut, şekil, dağılım ve yapısına bağlıdır. Genel olarak; gümüş

partiküllerin şekli, boyutu ve boyut dağılımı azaltma ajanı, stabilizatör kullanımı, reaksiyon koşulları ayarlanarak kontrol altına alınmaktadır. Gümüş nanopartiküller agregat oluşturmaya meyilli olmaktadır. Nanopartiküllerin birleşimi karakteristik özelliklerinin azalmasına neden olmaktadır. Sentez işleminde en önemli nokta gümüş nanopartiküllerin aglomerasyonunu önlemektir. Bu işlem için genellikle yüzey aktif maddeleri, polimer, stabilizatör gibi özel organik bileşikler kullanılarak partiküllerin aglomerasyonu önlenir. Organik bileşikler nanopartiküllerin bileşimini engeller, izole edilmiş nanopartiküller oluşumunu sağlar (Zhang ve ark. 2007).

Partikül aglomerasyonunu önlemek için kullanılan yöntemlerden biri mikroemülsiyon yöntemidir. Mikroemülsiyon yönteminde partikül boyutunu kontrol etmek için kullanılan yüzey aktif maddeleri; cetyltrimetil amonyum bromid (CTAB), bis(2-etilhexil)sulfocucconite (AOT), sodyum dodesil benzen sulfonat (SDBS), lauril sodyum sulfat (SDS), Triton x-100. İndirgeme ajanı olarak hidrazin kullanılmaktadır. Zhang, Qiao ve Chen (2006) tarafından gerçekleştirilen çalışmada; mikroemülsiyon yöntemi ile kolodyal gümüş nanopartiküller sentezlenmiştir. Gümüş iyonları eldesi için gümüş nitrat, indirgeme ajanı olarak hidrazin, yüzey aktif maddesi olarak bis(2-etilhexil)sulfocucconite (AOT) kullanılmıştır. UV-vis absorpsiyon ve TEM analizi yapılmıştır. Küre şekilli nanopartiküller elde edilmiştir. IR sonuçları, yüzey aktif madde moleküllerinin gümüş partiküller tarafından güçlü bir şekilde adsorbe edildiğini göstermiştir. Değişmeyen ve nano boyutlarda elde edilen gümüş partiküllerin antibakteriyel alanlarda kullanıma uygun olduğu sonucuna varılmıştır.

Zhang, Qiao ve Chen (2008) tarafından gerçekleştirilen diğer bir çalışmada boyut ve şekil kontrollü gümüş nanopartiküller sodyum dodesil sulfat (SDS) mikroemülsiyon sistemde sentezlenmiştir. Nanopartiküllerin morfolojisi ve yapısı UV-Vis spektrum, TEM ve SEM ile karakterize edilmiştir. Elde edilen sonuçlar, SDS kullanımı partikül üzerinde koruyucu tabaka oluşturarak hem partikül aglomerasyonunu önlediğini göstermektedir.

Mahlting, Gutmann, Reibold, Meyer ve Böttcher (2009) gerçekleştirdikleri çalışmada konvensiyonel termal ve mikrodalga ısıtma ile nanokristal gümüş partikülleri içeren Ag ve Ag/SiO₂ sollar hazırlamıştır. Gümüş tuzlarının indirgenmesi 120°C sıcaklık üzerinde polivinilpirolidone (PVP) ve etanol ile sağlanmıştır. Gümüş tuzlarının alkoksilan ile hidrolizinden Ag/SiO₂ kompozit sollar hazırlanmıştır. Bu şekilde oluşturulan gümüş nanopartiküllerin tekstil kumaşlarına aktarılacak antibakteriyel maddeler olarak kullanımı belirtilmiştir. Gümüş partiküllerin sentezinde AgCl çökelme yöntemi, ya da AgNO₃ ile indirgen ajanın bileşim yöntemi kullanılabilir. İndirgen ajanlara örnek; NaBH₄, ascorbic asit, hidrazin. Stabilizatör ajan olarak sodyum dodesil sulfat ya da sitrat önerilmektedir. İndirgen ajan ve polimerik stabilizatör bileşimi olarak etkisi olan polivinilpirolidon (PVP) kullanımı da avantajlıdır.

BÖLÜM DÖRT

MATERYAL VE YÖNTEM

4.1 Materyal

Önceki bölümlerde de belirtildiği gibi, medikal tekstillerde tek kullanımlık medikal ürünlerde spunlace, SMS, spunbond, SONTARA dokusuz yüzey kumaşlar kullanılmaktadır. Bu amaçla, tez çalışmasının deneysel bölümünde kullanılan tek kullanımlık, SMS ve SONTARA dokusuz yüzeyler, pamuklu dokuma kumaşlar Türkiye’de medikal ürün üretiminde önemli paya sahip olan Seta Tıbbi Cihazlar İth. İhr. Paz. Tic. ve San. A.Ş. Firması’ndan temin edilmiştir. Dokusuz ve dokuma kumaşlar ile yapılan tüm deneyler Dokuz Eylül Üniversitesi Tekstil Mühendisliği ve İzmir Yüksek Teknoloji Üniversitesi Laboratuvarları’nda gerçekleştirilmiştir.

Dokusuz yüzey numuneleri 2 ayrı türdedir. Çalışmada kullanılan dokusuz yüzey kumaşlar ile ilgili teknik özellikler aşağıdaki verilmiştir (Tablo 4.1). SMS dokusuz yüzey %100 polipropilen polimerden üretilmiştir. Üç tabakadan oluşmaktadır. Kumaş temizliği (lif/partikül bırakma), havlanma dayanımı, sıvı penetrasyonuna karşı direnç, gerilme dayanımı, patlama mukavemeti, yırtılma dayanımı açısından EN 13795 Standardı gerekliliklerini karşılayacak şekilde üretilmiştir. SONTARA dokusuz yüzey; %55 doğal selüloz elyafı ve %45 poliester bileşiminden oluşmaktadır. Kumaş temizliği (lif/partikül bırakma), havlanma dayanımı, sıvı penetrasyonuna karşı direnç, alkol iticiliği, nefes alma, gerilme dayanımı, patlama mukavemeti, yırtılma dayanımı açısından EN 13795 Standardı gerekliliklerini karşılayacak şekilde üretilmiştir. Deneylerde kullanılan pamuklu dokuma kumaş; 37tel/cm çözgü,26 tel/cm atkı bileşiminde, 123,5 gr/m² gramajdadır.

Tablo 4.1 Kullanılan dokusuz yüzey kumaşların boyutsal ölçüleri

No	Kumaş Türü	En x Boy (cm)	Gramaj (g/m ²)
1	SMS Dokusuz Yüzey Kumaş	20 x 20	40,50
2	SONTARA Dokusuz Yüzey Kumaş	20 x 20	81,25
3	Pamuklu Dokuma Kumaş	20 x 20	123,5

Sol jel çözeltilerinde çözücü olarak IPA (Isopropanol, C_3H_8O , Emir Kimya) ve distile su kullanılmıştır. Isopropanol kimyası ve özellikleri ile etil alkole benzemektedir. Renksiz, akışkan, keskin ve hoş olmayan bir kokuya sahiptir.

Asidik hidroliz için pH ayarlayıcısı olarak 0,01N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Germany), bazik hidroliz için NaOH çözeltisi kullanılmıştır.

Sol çözeltilerinde antimikrobiyal etki elde etmek için $AgNO_3$ (Smyras, \geq %99,8 pure) ve TIP (Titanyum Isoproksit, $C_{12}H_{28}O_4Ti$, \geq %99,99 metal basis, Sigma Aldrich) kullanılmıştır. $AgNO_3$, gümüş esaslı başlatıcı maddedir. TIP, titanyum esaslı başlatıcı maddedir. Antibakteriyel etkinin güçlenmesini sağlar. Gümüşün antibakteriyel aktivitesi sülfür ve fosfora olan yüksek eğiliminden kaynaklanmaktadır. Bakteriyel hücre zarında sülfür içeren proteinlerin varlığı gümüş nanopartiküller sülfür içeren proteinler ile hücre zarının içinde ya da dışında reaksiyona girer ve hücre yaşama yeteneğini etkiler. Gümüş nanopartiküllerden salınan gümüş iyonları DNA'daki fosfor kısımlar ile reaksiyona girer, DNA çoğalmasını inaktif hale getirir. Enzim fonksiyonlarını engeller.

TIP'in su ile reaksiyonu sonucunda titanyum dioksit (TiO_2) oluşur. Nano boyutta TiO_2 emdirilmiş tekstillerin Staphylococcus aureus ve Klebsiella pneumoniae bakterilerine karşı yüksek derecede antibakteriyel aktivite gösterdikleri bilinmektedir.

Asidik hidroliz için GAA (Glasial Asetik Asit, Demirler Medikal), bazik hidroliz için 0,01N NaOH, pH kontrol edilerek damla damla ilave edilmiştir.

3, 4 ve 5. Çözeltilerde kullanılan kimyasallar; HDTA (Hekzametiletildiamintetraasetik asit, $C_{14}H_{24}N_2O_8$), SDS (Sodyum Dodesil Sülfat, $NaC_{12}H_{25}SO_4$, \geq %98, Fluka Biochemika), Triton X-100 (polietilen glikol p-(1,1,3,3-tetrametilbutil)-fenil eter, $(C_{14}H_{22}O(C_2H_4O)_n)$) ve Hidrazindir (N_2H_4 , ağırlıkça %35'lik çözelti).

HDTA, Triton x-100, SDS maddeleri çözeltilerde yüzey aktif madde olarak kullanılmıştır. Yüzey aktif madde kullanımı gümüş iyonlarının TiO_2 üzerine adsorbe olmasını sağlamaktadır.

Hidrazin, Ag^{+1} iyonlarını indirgemek için kullanılmıştır.

Denemeler üç tekrarlı olarak yapılmıştır.

4.2 Yöntem

Sol jel çözeltilerinin hazırlanmasında kullanılan kimyasal maddeler; çözücü olarak isopropanol (IPA) ve distile su kullanılmıştır. Asidik hidroliz için pH ayarlayıcısı olarak 0,01N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Germany), bazik hidroliz için NaOH çözeltisi kullanılmıştır.

Asidik antimikrobiyal çözeltilerde IPA içerisine sırasıyla $AgNO_3$ ve TIP (Titanyum Isoproksit) ilave edilmiştir. Asidik hidroliz için GAA (Glasal Asetik Asit) pH kontrol edilerek damla damla ilave edilmiştir.

Bazik antimikrobiyal çözeltiler için; IPA içerisine sırasıyla $AgNO_3$ ve TIP (Titanyum Isoproksit) ilave edilmiştir. Bazik hidroliz için 0,01N NaOH, pH kontrol edilerek damla damla ilave edilmiştir.

Üçüncü çözelti için HDTA, $AgNO_3$ ve Hidrazin'in her biri ayrı ayrı distile su içinde çözülür. Ayrı olarak hazırlanan TIP, IPA ve GAA hazırlanan çözeltilere ilave edilmiştir.

Dördüncü çözelti için SDS, $AgNO_3$ ve Hidrazin'in her biri ayrı ayrı distile su içinde çözülür. Ayrı olarak hazırlanan TIP, IPA ve GAA hazırlanan çözeltilere ilave edilir.

Beşinci tip çözelti için Triton X-100, $AgNO_3$ ve Hidrazin'in her biri ayrı ayrı distile su içinde çözülür. Ayrı olarak hazırlanan TIP, IPA ve GAA hazırlanan çözeltilere ilave edilir.

Çözeltilerin pH'ı pHmetre (HANNA H1221) kullanılarak ölçülmüştür. pH 2-3 arası asidik çözeltiler ile ve 2. çözeltide bazik çözelti (pH: 10,05) ile çalışılmıştır.

Tablo 4.2 Hazırlanan çözeltilerin bileşimi, pH değerleri, kaplanan SONTARA dokusuz yüzey kumaşın kütleli artış değerleri

Kimyasal Madde	1.ÇÖZELTİ (ASİDİK)	2.ÇÖZELTİ (BAZİK)	3.ÇÖZELTİ (SDS)	4.ÇÖZELTİ (HDTA)	5. ÇÖZELTİ (TRİ. X-100)
AgNO ₃ (gr)	0,17	0,17	0,10	0,10	0,10
IPA (ml)	32	32	13	13	13
TIP (ml)	0,57	0,57	0,81	0,81	0,81
GAA (ml)	0,20		0,50	0,50	0,50
NaOH (0,1N)		0,60			
HDTA			0,72		
SDS (gr)				0,58	
Triton X-100					1,25
NH ₄ OH sol.					
Hidrazin			0,14	0,14	0,14
H ₂ O (ml)			30	30	30
Ph	2,68	10,05	4,10	3,68	3,64
AF %	80	80	80	80	80
Kütleli Artış (%)	6,38	3,39	4,71	3,94	5,67
Kurutma	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.
Fiksaj	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.
Emdirme	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere

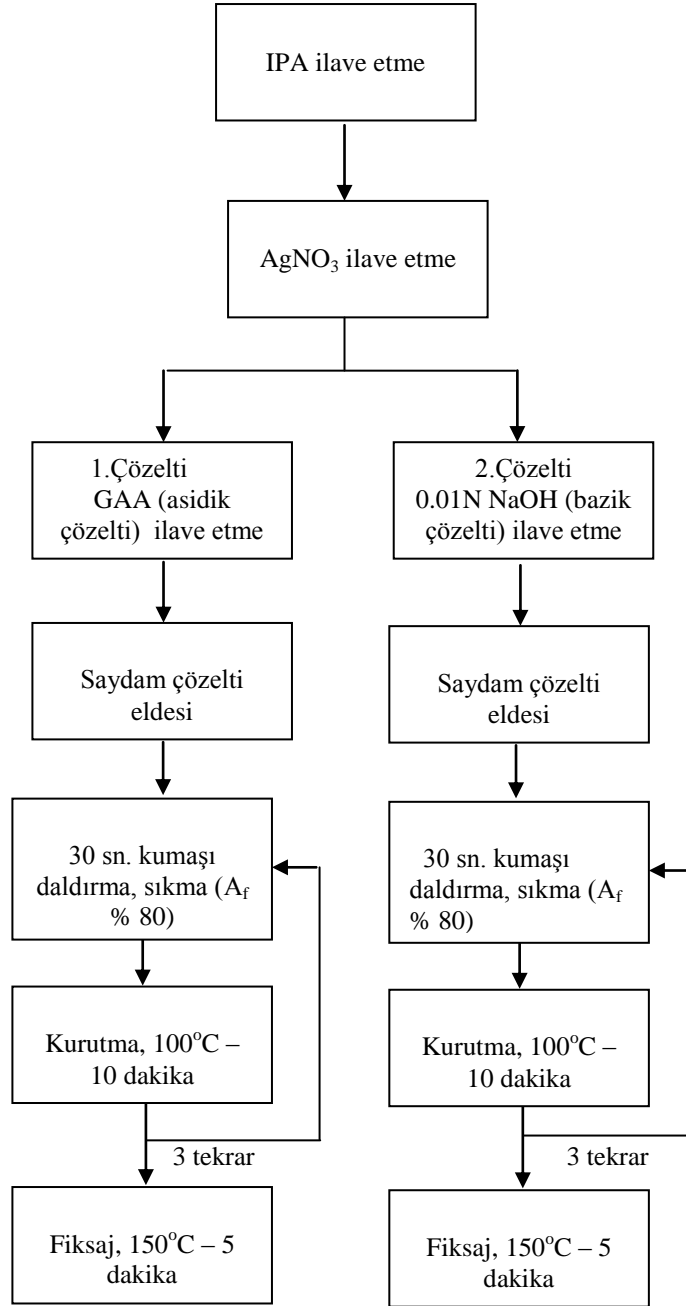
Tablo 4.3 Hazırlanan çözeltilerin bileşimi, pH değerleri, kaplanan SMS dokusuz yüzey kumaşın kütleli artış değerleri

Kimyasal Madde	1.ÇÖZELTİ (ASİDİK)	2.ÇÖZELTİ (BAZİK)	3.ÇÖZELTİ (SDS)	4.ÇÖZELTİ (HDTA)	5. ÇÖZELTİ (TRİ. X-100)
AgNO ₃ (gr)	0,17	0,17	0,10	0,10	0,10
IPA (ml)	32	32	13	13	13
TIP (ml)	0,57	0,57	0,81	0,81	0,81
GAA (ml)	0,20		0,50	0,50	0,50
NaOH (0,1N)		0,60			
HDTA			0,72		
SDS (gr)				0,58	
Triton X-100					1,25
NH ₄ OH sol.					
Hidrazin			0,14	0,14	0,14
H ₂ O (ml)			30	30	30
Ph	2,48	10,11	4,10	3,68	3,64
AF %	80	80	80	80	80
Kütleli Artış (%)	2,52	5,51	7,50	6,34	9,88
Kurutma	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.	100°C, 10 dak.
Fiksaj	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.	150°C, 5 dak.
Emdirme	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere

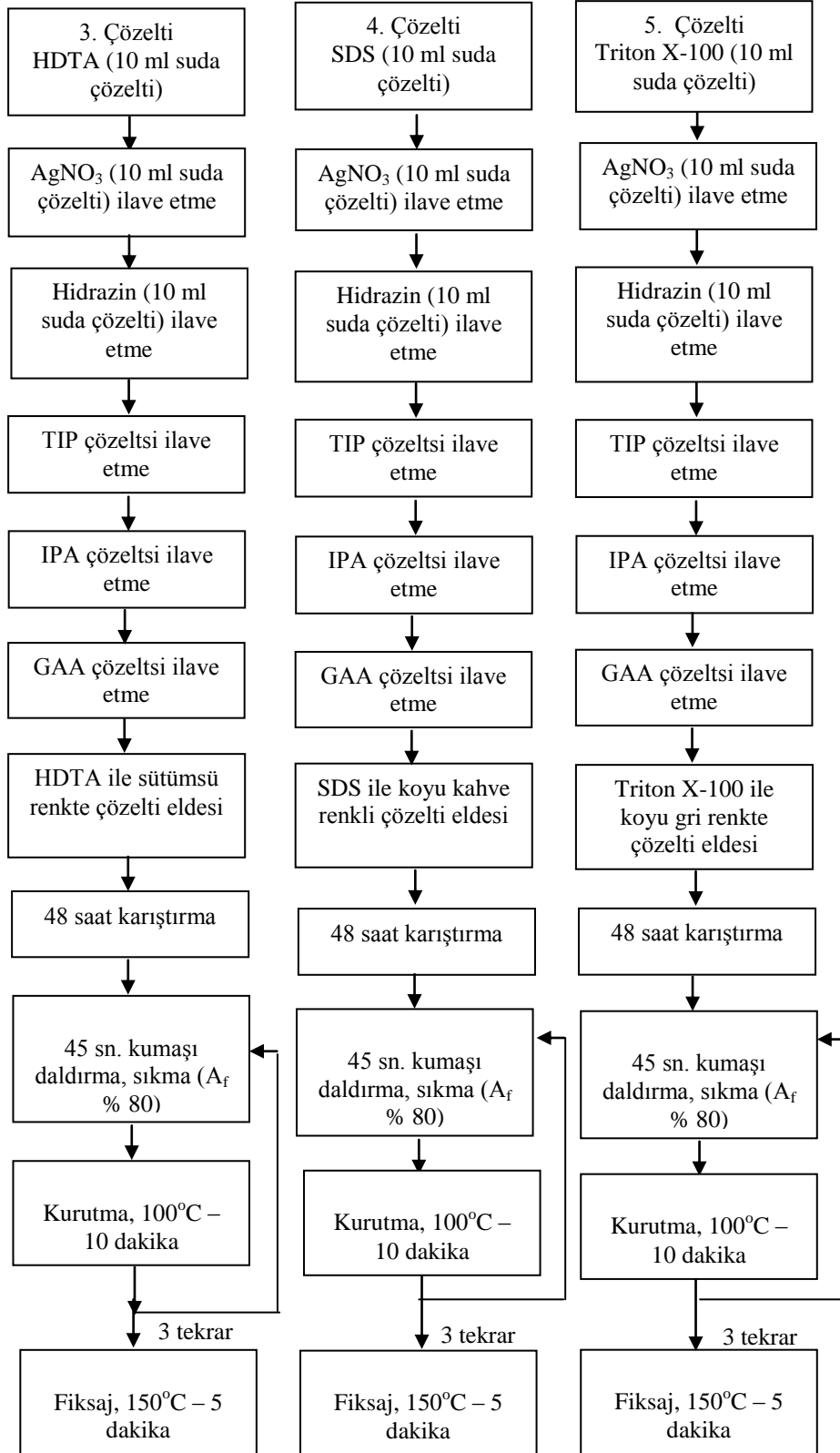
Tablo 4.4 Hazırlanan çözeltilerin bileşimi, pH değerleri, kaplanan pamuklu dokuma kumaşın kütleli artış değerleri

Kimyasal maddeler	1.ÇÖZELTİ (ASİDİK)	2.ÇÖZELTİ (BAZİK)	3.ÇÖZELTİ (SDS)	4.ÇÖZELTİ (HDTA)	5. ÇÖZELTİ (TRİ. X-100)
AgNO ₃ (gr)	0,17	0,17	0,1	0,1	0,1
IP (ml)	32	32	13	13	13
TIP (ml)	0,57	0,57	0,81	0,81	0,81
GAA (ml)	0,2		0,5	0,5	0,5
NaOH (0,1N)		0,6			
HTDA			0,72		
SDS (gr)				0,58	
Triton-x100					1,25
NH ₄ OH sol.					
Hidrazin			0,14	0,14	0,14
H ₂ O (ml)			30	30	30
pH	2,68	10,05			
AF%	80	80	80	80	80
Kütleli artış (%)	3,15	1,9	4,55	3,75	6,21
Kurutma	100°C, 10dk.	100°C, 10dk.	100°C, 10dk.	100°C, 10dk.	100°C, 10dk.
Fiksaj	150 °C, 5 dk.	150 °C, 5 dk.	150 °C , 5 dk.	150 °C , 5 dak.	150 0C, 5 dak
Emdirme	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere

Kaplama işleminden önce kumaşlar sabit ağırlığa getirilmiş ve ağırlıklar ölçülmüştür. Kumaş örnekleri 25°C'de 30 sn için hazırlanan nanosol çözeltilerine daldırılmıştır. Emdirilen kumaşlar bir fulard (H-TS-3 Model, Rapid, Labortex Co., Ltd., Taipei, Taiwan) ile % 80 A_F ile (fulard basıncı:2,2 kg/cm²) sıkılmıştır. Emdirilen ve sıkılan kumaşlar laboratuvar tipi etüvde (KD400 Model, Nüve[®], Türkiye) 100°C'de 10 dakika kurutulmuş ve çözeltiler 150°C'de 5 dakika laboratuvar tipi ramözde (H-TS-3, Rapid Labortex Co., Ltd., Taipei, Taiwan) fikse edilmiştir. İşlem sonrasında kütle değişimini hesaplamak amacıyla tekrar sabit ağırlığa getirilmiş ve ölçülmüştür.



Şekil 4.1 1. ve 2. sol jel çözeltileri işlem akışı



Şekil 4.2 3., 4. ve 5. sol jel çözeltileri işlem akışı

BÖLÜM BEŞ KARAKTERİZASYON

5.1 Uygulanan Testler

Kaplanan kumaşlar 105°C’ de 6 saat etüvde (KD400 Model, Nüve® , Türkiye) bekletilip, desikatörde 2 saat bekletilerek sabit ağırlığa getirildikten sonra hassas terazi (Explorer® Pro, EP 214C OHAUS, USA) ile tartım yapılmış ve ilk ağırlıklarına göre (Formül 1) kütleli artış deęerleri tespit edilmiştir. Elde edilen kütleli artış deęerleri Tablo 4.2 ve Tablo 4.3’de gösterilmiştir.

$$\text{Formül 1: } W_{\text{artış}}(\%) = [(W_2 - W_1) / W_1] \times 100 \quad (1)$$

$$\text{Formül 2: } W = (T - D) / 2 \quad (2)$$

$$\text{Formül 3: } \% = (0 - 1) / 0 \times 100 \quad (3)$$

$W_{\text{artış}}$: Kumaşların kütleli artış deęerleri.

W_1 : İşlem öncesi ölçülen miktar.

W_2 : İşlem sonrası ölçülen miktar.

W : Oluşan alanın mm olarak ölçüsü.

T : Toplam olarak ölçülen temiz alan (kumaş genişliği ve oluşan alan).

D : Oluşan alan.

0: 0 zamanlı bakterilerin koloni sayısı.

1: “1” zamanlı büyüyen bakterilerin koloni sayısı.

“0” temas zamanlı bakterilerin koloni sayısı; 24 saat sonunda numune ile temas etmiş olan çözeltideki organizma sayısıdır. “1” temas zamanlı bakterilerin koloni sayısı; 48 saat sonunda numune ile temas etmiş olan çözeltideki organizma sayısıdır. “1” temas zamanlı bakteri koloni sayısının “0” temas zamanlı bakteri koloni sayısına oranından hareketle bakterilerdeki azalma miktarı % deęer olarak hesaplanır.

Sol-jel ile işlem görmüş ve görmemiş olan SONTARA ve SMS dokusuz yüzey kumaşların, pamuklu dokuma kumaşların antibakteriyel testleri AATCC 100 ve AATCC 147 standartlarına göre yapılmıştır. Kaplanmış tekstil yüzeylerinin bakteriler karşısındaki aktivasyonları tespit edilmiştir. Testlerde kullanılan bakteriler Staphylococcus Aureus gram (+), Escherichia Coli gram (-) olarak seçilmiştir. Bu testin sonuçları Tablo 6.1, Tablo 6.2, Tablo 6.3 ve Tablo 6.4’de gösterilmiştir.

Kontrol kumaş üzerinde sayısız bakteri ürerken, sol-jel ile işlem görmüş kumaşlarda bakteri ürememiştir. Ayrıca Asidik ve HDTA ile işlem görmüş kumaşlarda ise alan oluşmuştur.

5.2 Antibakteriyel Ölçümler

Tekstil yüzeylerinin bakteriler karşısındaki aktivasyonlarını tespit etmek için hazırlanan sol-jel çözeltisi, SONTARA dokusuz kumaş, SMS dokusuz kumaş ve pamuklu dokuma kumaşa uygulanmıştır. Testlerde kullanılan bakteriler Staphylococcus Aureus (+) ve Escherichia Coli gram (-) olarak seçilmiştir. Bu bakterilerin mikroskop altında gözlemlenebilmesi için gram boyama yapılmıştır. Gram boyamanın amacı; kullanılan bakterilerin doğruluğunun gözlemlenmesidir.

Gram-pozitif bakterilerin kristal viyole/iyot kompleksini tutma özelliğine sahip peptidoglikan yapıda hücre duvarları vardır. Hücre duvarlarının ağı ve kat kat peptidoglikandan oluşan yapısı boya parçacıklarını tutar. Gram-negatif bakterilerin hücre duvarı ise sadece ince bir peptidoglikan katmanında oluşur ve boyaları tutamaz. Gram negatif bakterilerde aynı zamanda lipid yapıda bir dış zar duvardır.

Alkol, gram-pozitif hücre duvarının su kaybedip büzüşmesine neden olur. Bu nedenle boya tanecikleri moleküllerin arasına sıkışır. Gram-negatif bakterilerdeki ince olan peptidoglikan katman boya parçalarını tutmaz. Alkol dış zardaki lipitleri çözünce boya dağılır, hücrenin rengi açılır. Renk açılması adımı önemlidir. Çünkü gram-pozitif olma kesin bir sonuç vermemektedir. Renk açılmasından sonra birinciden farklı ikinci bir boya safranin uygulanır. Bu boya rengi açılmış hücreleri boyayarak onların görünmelerini sağlar. Gram-pozitifler birinci boya ile mor renge

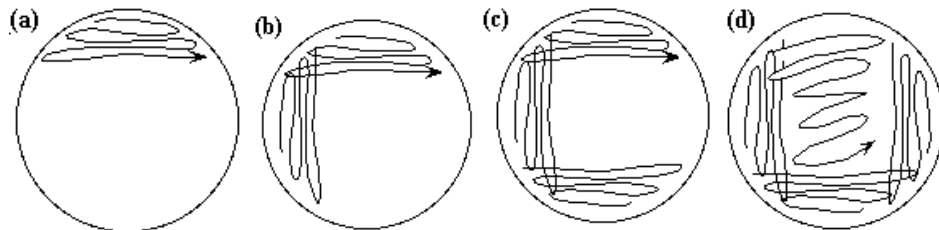
boyandıkları için ikinci boya onların rengini etkilememektedir. Ancak gram-negatif olanlar pembe-kırmızı olurlar.

Gram boyama yapmak için hazırlanmış preparatın üzerine kristal viyole boyası damlatılıp 1 dakika beklenir ve iyot çözeltisi ile yıkanarak kristal viyole uzaklaştırılır. Preparata tekrar iyot çözeltisi damlatılarak 1 dakika bekletilip, distile su ile yıkanarak kristal viyole uzaklaştırılır. Preparatın üzerine %95'lik etil alkol çözeltisi damlatılarak 10-15 sn. beklenir, distile su ile yıkanır ve karşıt boya olarak safranin damlatılır. 40-50 sn. bekletilir. Preparat distile su ile yıkanarak havada kendi halinde kurumaya bırakılır, preparata immersiyon yağı damlatılır ve 100'lük objektif ile incelenir.

Mor renkli bakteriler gram-pozitif, pembe-kırmızı renkli bakteriler ise gram-negatif olarak değerlendirilir.

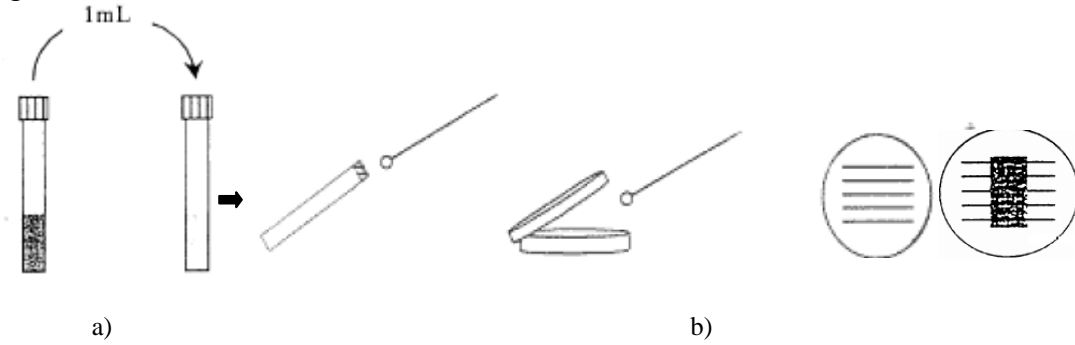
Antibakteriyel aktivitesi araştırılan dokusuz kumaşlara ilk olarak işlem görmeden AATCC 147 ve AATCC 100 Standartlarına göre antibakteriyel testler yapılmıştır.

Antibakteriyel testlere başlamadan önce kullanılacak bakterilerin CFU/ml değerleri hesaplanmıştır. Kullanılacak bakteri suşusundan göze yardımıyla alınan bakteriler Şekil 5.1'deki gibi sırasıyla (a, b, c, d) yönünde petriye ekilir. 24 saat sonra büyüyen bakteri koloniler swab yardımıyla alınır ve nutrient brothlara bırakılır. Mc Farland ile (Den-1 Mc Farland Densiyometre) 0,5 olacak şekilde bakteri koloni sayısı ayarlanır. S. Aureus için; $7,8 \times 10^7$ CFU/ml, E.Coli için; $2,9 \times 10^7$ CFU/ml olarak bakteri sayımı yapılmıştır.

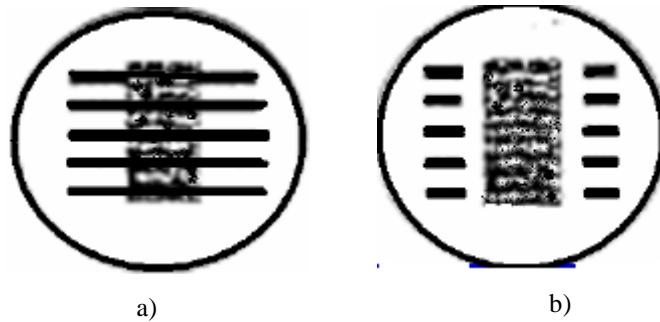


Şekil 5.1 Bakterilerin petriye ekilme yönü

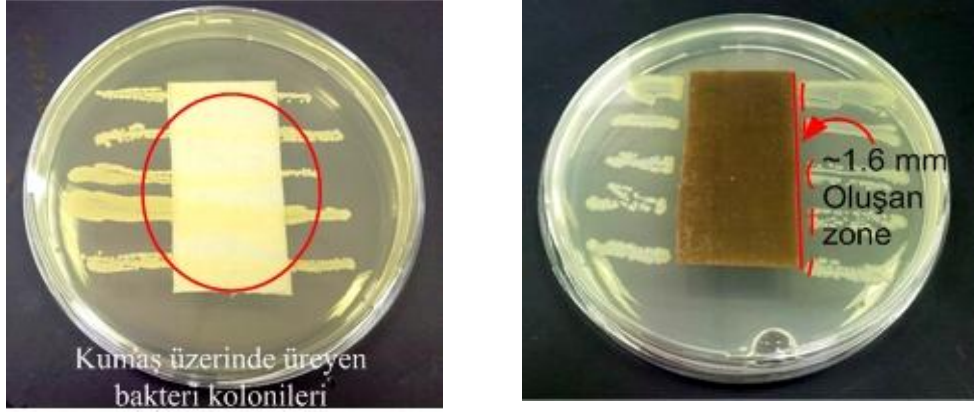
AATCC 147 testi kantitatif amaçlı yapılan test yöntemidir. Bu test metodu ile mevcut kumaşın antibakteriyel etki gösterip göstermediği belirlenmektedir. Test sonucunda antibakteriyel özelliği olan kumaşlarda bu özelliği temiz alan oluşumu şeklinde gözlemlenir. Bu test yöntemi için Nutrient Broth, E. Coli için Tryptic Soy Broth hazırlanmıştır. 24 saat sonra besiyerlere ekilen bakterilerden 1ml alınmış ve 9 ml distile su içine konulmuştur. Steril İnokülasyon Loop yardımıyla petrilere ekilmiştir. Bakteriler petri içerisine 6 cm boyutunda 1 cm aralıklı 5 adet çizgiden oluşacak şekilde ekilmiştir. Ekim işleminden sonra laminar kabin içinde steril olan kumaş numunesi çizgilere dik olacak şekilde petrilere yerleştirilmiştir. Hazırlanan petriyerler inkübatörde 37°C'de 24 saat bekletilmiştir. Kumaş numunesi etrafında oluşan alan ölçümleri yapılmıştır. 24 saatlik sürenin ardından, bakteriler kumaş üzerinde bulunmuyorsa; tekstil yüzeyinin antibakteriyel etkinlik gösterdiği anlamına gelmektedir. AATCC 147 test yöntemi uygulama akış şeması Şekil 5.2'de gösterilmektedir.



Şekil 5.2 AATCC 147 test yöntemi uygulama akış şeması a) Hazırlanan Nutrient Broth ve Tryptic Soy Broth çözeltilerin distile suya aktarılması b) 1 cm aralıklı 5 adet çizgi oluşturulacak şekilde çözeltilerin petriye yerleştirilmesi, test edilecek kumaş numunesinin çizgilere dik olacak şekilde petriye yerleştirilmesi



Şekil 5.3 Kumaşın antibakteriyel etkinliği. a) Antibakteriyel olmayan kumaş. b) Antibakteriyel olan kumaş



Şekil 5.4 a) Kumaş üzerinde üreyen bakteri kolonileri b) Oluşan alan

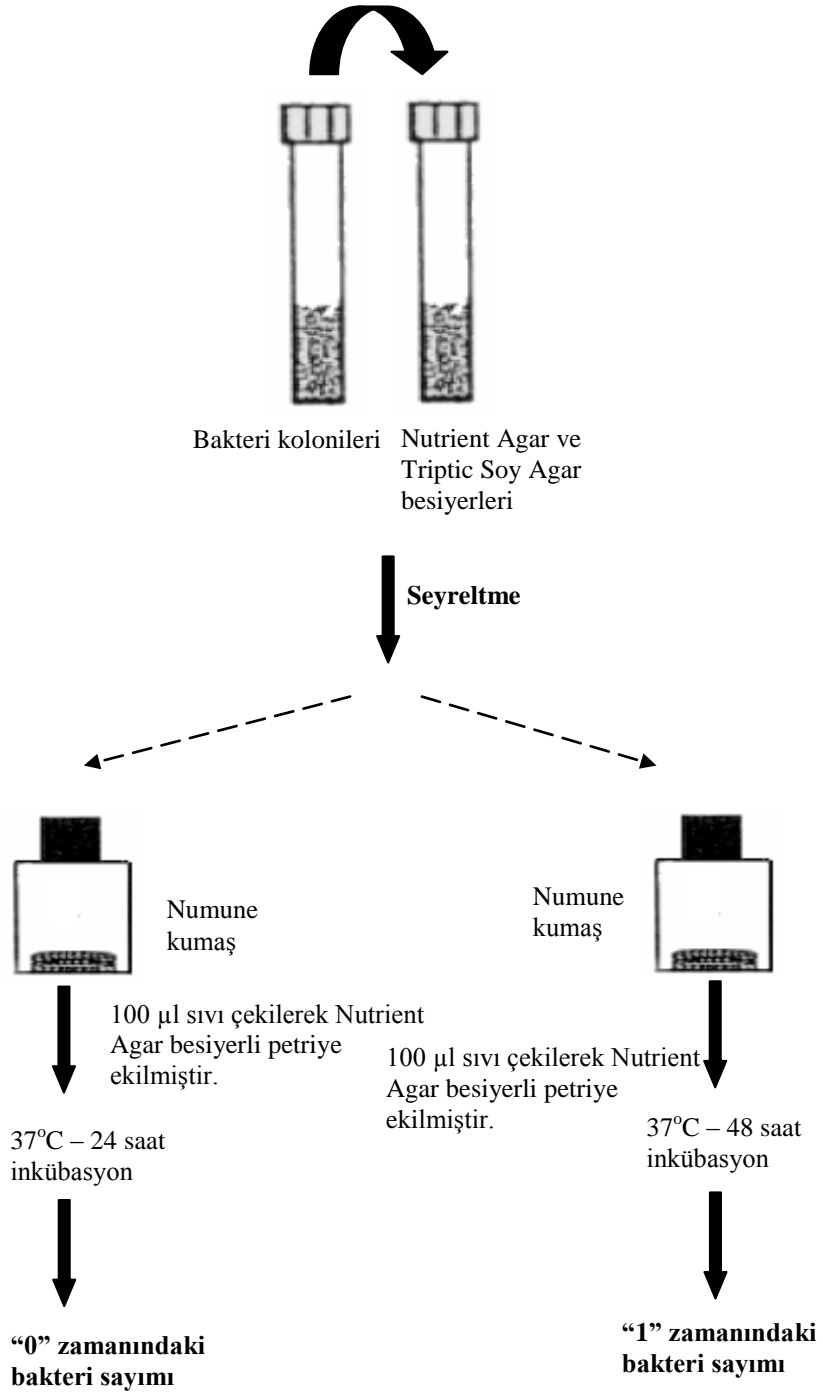
AATCC 147 test yöntemi, kumaşın bakterilere karşı hangi miktarda etkili olduğunu göstermekte yetersizdir. Sonuçta öncelikle AATCC 147 uygulanıp, antibakteriyel aktivitenin varlığı nitel olarak tespit edildikten sonra, antibakteriyel aktivitenin hangi oranda etkin olduğunu belirlemek için AATCC 100 test metodunu uygulamak gerekmektedir.

AATCC 100 testi, bakterileri sayma esasına dayanan bir test yöntemidir. Bu testin amacı antibakteriyel olan tekstil yüzeylerinde antibakteriyellik oranını ortaya koymaktır. Yukarıdaki AATCC 147 metodundan farklı olarak nicel sonuçlara ulaşılmaktadır. Bu test yöntemi için bakteri kolonileri hazırlanan besiyerlere ekilmiştir. Genellikle *S. Aureus* için Nutrient Agar, *E. Coli* için Tryptic Soy Agar hazırlanmıştır. Kullanılacak bakteri kolonisinden swab yardımıyla alınmıştır ve peptonlu su (pH:7,8) içerisine bırakılmıştır. Mc Farland yardımıyla bakteri koloni sayısı ayarlanır. Hazırlanan tüp içerisinden pipet (Finnpipette, thermoscientific) yardımıyla 100µl bakterili sıvıdan çekilmiştir ve eppendorfa boşaltılmıştır. Üzerine 900 µl peptonlu su ilave edilmiştir. Tekrar bu sıvıdan 100 µl alınmıştır ve 900 µl peptonlu su ilave edilmiştir. Tekrar bu sıvıdan 100 µl alınmıştır ve 900 µl peptonlu sıvı içine ilave edilmiştir. Bu şekilde 3 defa seyreltme işlemi yapılmıştır. Sonunda 10^7 olan bakteri kolonisi 10^5 kadar seyreltilmiştir.

Hazırlanan bakterili sıvı, çapı $5\pm 0,1$ cm olan steril kumaş numunesi üzerine yavaş yavaş dökülmüştür. Emdirilen kumaş üzerine 100 µl nötralizasyon sıvısı ilave

edilmiştir. 1 dakika boyunca hızlıca çalkalanmış ve içerisinden 100 µl sıvı çekilmiştir. Pipet yardımıyla alınan bu sıvı Nutrient Agar besiyer bulunan petriye ekilmiştir. Petriler 37°C’de 24 saat inkübatörde bekletilmiştir. 24 saat sonunda oluşan bakteri kolonileri sayılmıştır. Bu veriler “0” temas zaman olarak kaydedilmiştir.

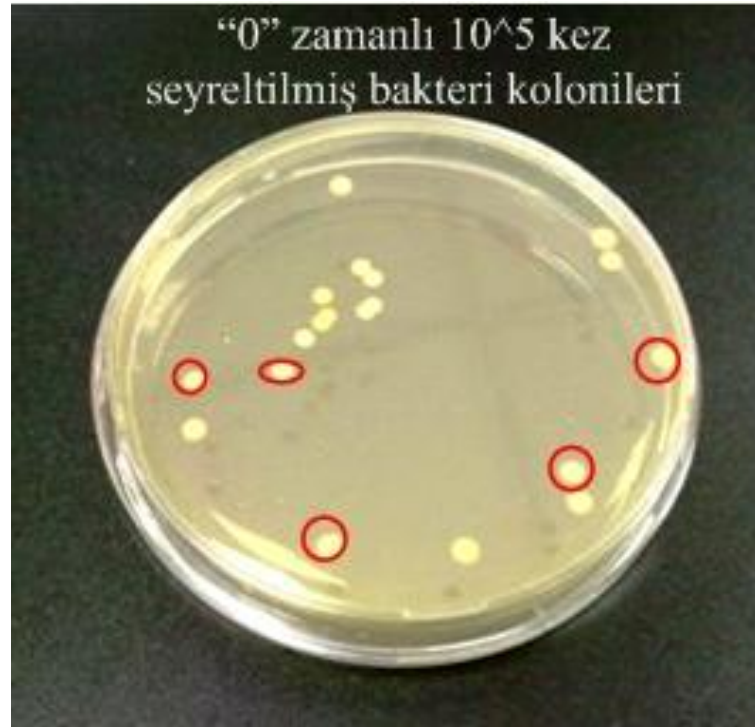
İçerisinde bakteri bulunan aynı seyreltilmiş sıvıdan pipet yardımıyla 100 µl çekilerek beher içinde bulunan kumaş numunesi üzerine yavaş yavaş dökülmüştür. Bu kumaşlar 37°C’de 24 saat inkübatörde bekletilmiştir. 24 saat sonra kumaşlar üzerine 100 ml nötralizasyon sıvısı ilave edilmiştir. 1 dakika boyunca hızlı bir şekilde çalkalanmıştır ve içinden 100 µl sıvı çekilmiştir. Pipet yardımıyla alınan bu sıvı Nutrient Agar besiyeri bulunan petriye ekilmiştir. Petriler 37°C’de 48 saat inkübatörde bekletilmiştir. 48 saat sonunda oluşan bakteri kolonileri sayılmıştır. Bu veriler “1” temas zamanlı verilerdir. AATCC 100 test yöntemi uygulama akış şeması Şekil 5.5’de gösterilmektedir.



Şekil 5.5 AATCC 100 test yöntemi uygulama akış şeması



Şekil 5.6 Antibakteriyel işlem görmüş kumaştaki bakteri kolonileri



Şekil 5.7 Referans kumaşta oluşan bakteri kolonileri



Şekil 5.8 Antibakteriyel işlem görmüş kumaşta oluşan “1” temas zamanlı bakteri kolonileri

Numune ile temas eden organizmalardaki azalma oranının yüzde olarak hesaplanması için aşağıdaki formül kullanılmıştır.

$$\% \text{ Azalma (CFU/ml)} = \frac{\text{B-A}}{\text{B}} \times 100$$

B-A: Ölüm oranı

A = “1” Temas zamanında mililitredeki CFU

B = “0” temas zamanında mililitredeki CFU

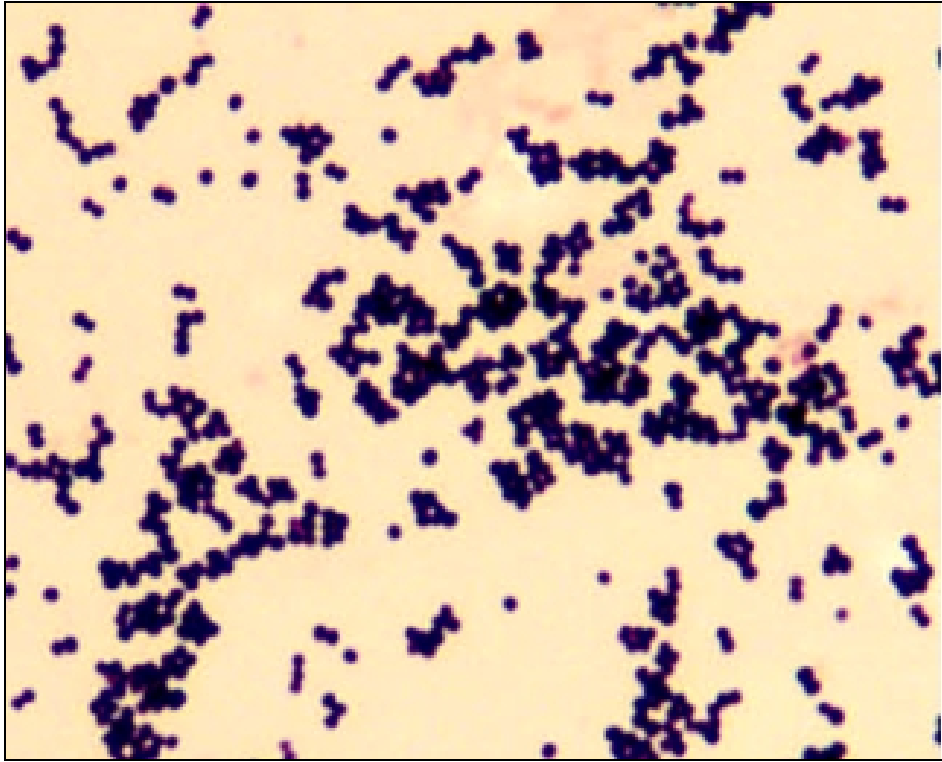
% Bakteri aktifliği Tablo 6.3 ve Tablo 6.7’de verilmiştir.

BÖLÜM ALTI

SONUÇLAR

Antibakteriyel aktivitesi araştırılan pamuk, SMS ve SONTARA kumaş örneklerine öncelikle AATCC 147 test standardına göre antibakteriyel testler yapılmıştır. Antibakteriyel özellik gösteren bu kumaşların ne derece antibakteriyel olduklarını öğrenebilmek için ise AATCC 100 testi uygulanmıştır.

6.1 SMS Tip Dokusuz Yüzey Kumaş

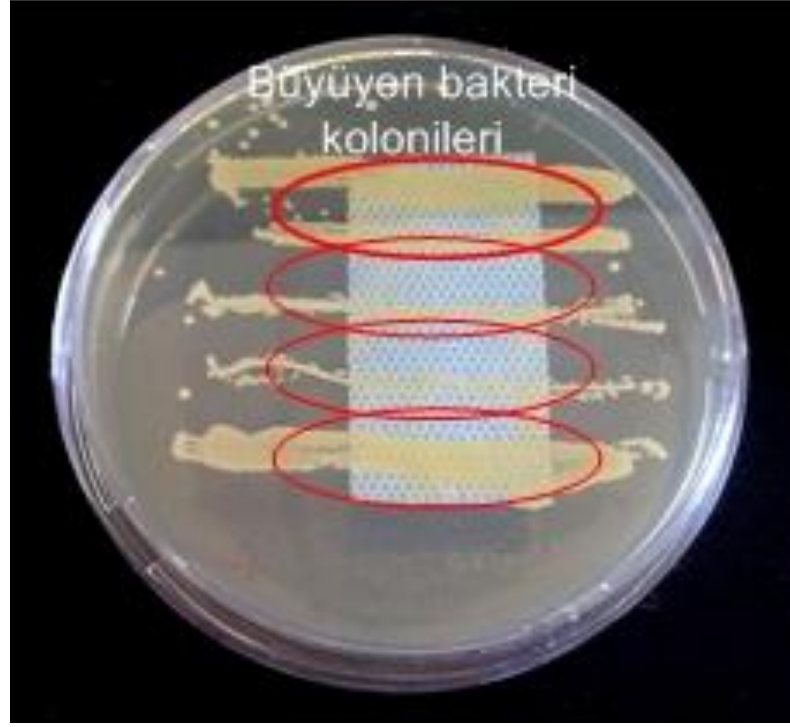


Şekil 6.1 S. Aureus gram (+) bakteri kolonilerinden bir görüntü



Şekil 6.2 E.Coli gram (-) bakteri kolonilerinden bir görüntü

Antibakteriyel aktivitesi araştırılan, polipropilen polimerinden elde edilen SMS tip dokusuz yüzey kumaşlara ilk olarak işlem görmeden, AATCC 147 ve AATCC 100 Standartlarına göre antibakteriyel testler yapılmış ve sonuçta bu kumaşların herhangi bir antibakteriyel etki göstermediği gözlemlenmiştir.

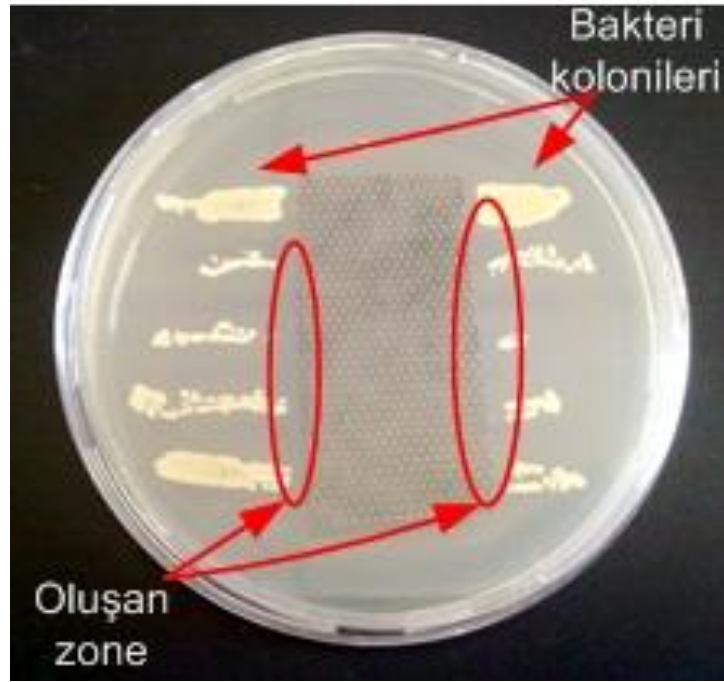


Şekil 6.3 Referans SMS tip dokusuz yüzey kumaş

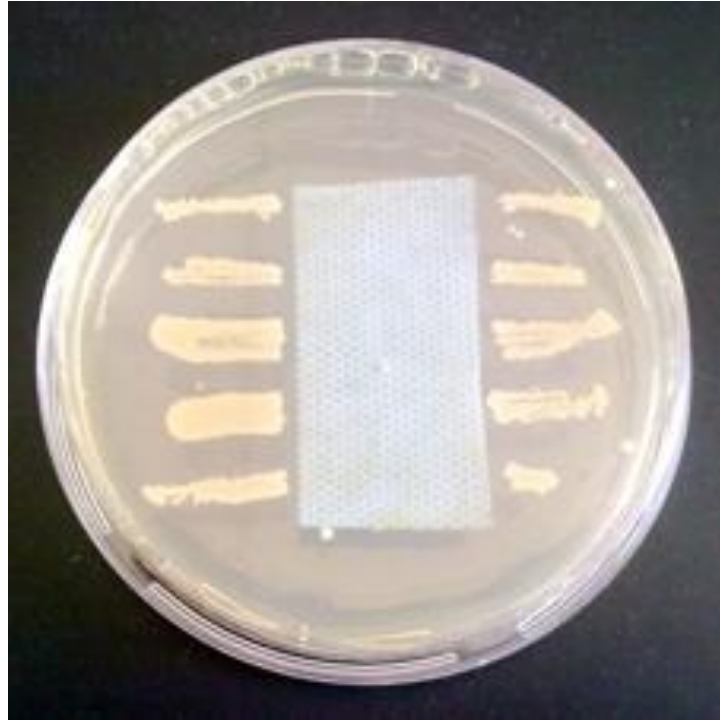
Test bitiminde hem gram pozitif hem de gram negatif bakterilerin kumaş üzerinde rahatlıkla üreyebildikleri tespit edilmiştir.

6.1.1 AATCC 147 Testi Sonuçları

5 farklı reçete ile işlem görmüş SMS tip dokusuz yüzey kumaşlar AATCC 147 testine tabi tutulmuş ve çeşitli büyüklükte alan ölçümleri yapılmıştır.



Şekil 6.4 3. Çözelti ile (SDS) antimikrobiyel işlem görmüş SMS tip dokusuz yüzey kumaş



Şekil 6.5 4. Çözelti ile (HDTA) antimikrobiyel işlem görmüş SMS tip dokusuz yüzey kumaş

Tablo 6.1 SMS tip dokusuz yüzey kumaş - AATCC 147 Test Sonuçları

B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ. (TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
<i>S.Aur</i> <i>eus</i>	1.Deneme	0	0	1,35	0	0	-1,25
	2.Deneme	0	0	1,9	0	0	-1,25
Ort.		0	0	1,63	0	0	-1,25
<i>E.Coli</i>	1.Deneme	0	0	0	1,75	0	-1,25
	2.Deneme	0	0	0	1,76	0	-1,25
Ort.		0	0	0	1,76	0	-1,25

AATCC 147 yöntemi ile antibakteriyel özellikleri test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş SMS tip dokusuz yüzey kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; SDS ve HDTA çözeltileri ile kaplanan SMS tip dokusuz yüzey yüzeylerde antibakteriyel aktivite gözlenmiştir. SDS ve HDTA çözeltileri ile muamele edilen SMS tip dokusuz yüzeylerin inhibisyon alan çapları ölçülmüştür. Ortalama değerler Tablo 6.1’de verilmiştir.

6.1.2 AATCC 100 Testi Sonuçları

Tablo 6.2 SMS tip dokusuz yüzey kumaş - AATCC 100 Test Sonuçları

"0" TEMAS ZAMANI (24 SAAT)								
B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ. (TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ	
<i>S.Aureus</i>	1.Deneme	119	144	161	0	213	272	
	2.Deneme	123	181	155	0	206	261	
Ort.		121	162,5	158	0	209,5	266,5	
<i>E.Coli</i>	1.Deneme	0	28	11	0	78	88	
	2.Deneme	0	29	15	0	134	110	
Ort.		0	28,5	13	0	106	99	
"1" TEMAS ZAMANI (48 SAAT)								
B. Tipi		Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ. (TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
<i>S.Aureus</i>	D1	1.Deneme	6	2000	40	1	8	ÇOK
		2.Deneme	6	2000	48	2	9	ÇOK
	10 ⁵	1.Deneme						4
		2.Deneme						11
	Ort.			6	2000	44	1,5	8,5
<i>E.Coli</i>	D1	1.Deneme	0	28	0	0	3	ÇOK
		2.Deneme	0	0	0	0	3	ÇOK
	10 ⁴	1.Deneme						4
		2.Deneme						4
	Ort.			0	14	0	0	3

Tablo 6.3 SMS tip dokusuz yüzey kumaş - % bakteri aktifliği sonuçları

% BAKTERİ AKTİFLİĞİ			
KUMAŞ	ÇÖZELTİ	E.COLİ	S. AUREUS
SMS DOKUSUZ YÜZEY KUMAŞ	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	100	95
	2.ÇÖZ. (BAZİK)	50,87	0
	3.ÇÖZ. (SDS)	100	72,15
	4.ÇÖZ. (HDTA)	99,99	99,99
	5.ÇÖZ. (TRITON X-100)	97,16	95,94

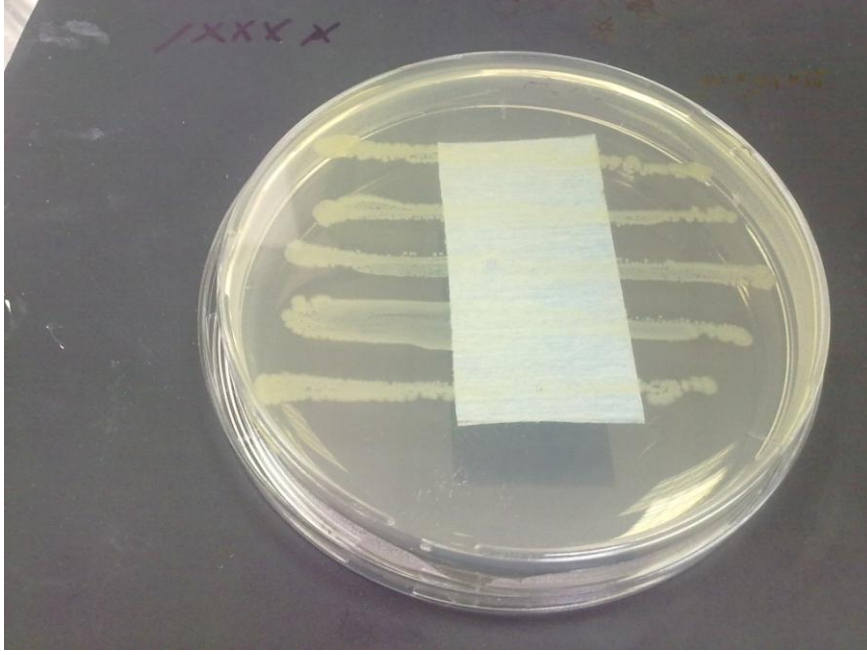
AATCC 100 yöntemi ile antibakteriyel etkinliği test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş SMS tip dokusuz yüzey kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; “0” temas zamanı olarak adlandırılan, 24 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve asidik çözeltiler ile muamele edilmiş SMS tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise Triton X-100 çözelti ile muamele edilen SMS tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. “1” temas zamanı olarak adlandırılan, 48 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve asidik çözeltiler ile muamele edilmiş SMS tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise bazik çözelti ile muamele edilen SMS tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür.

6.1.3 Hidrofillik Test Sonuçları

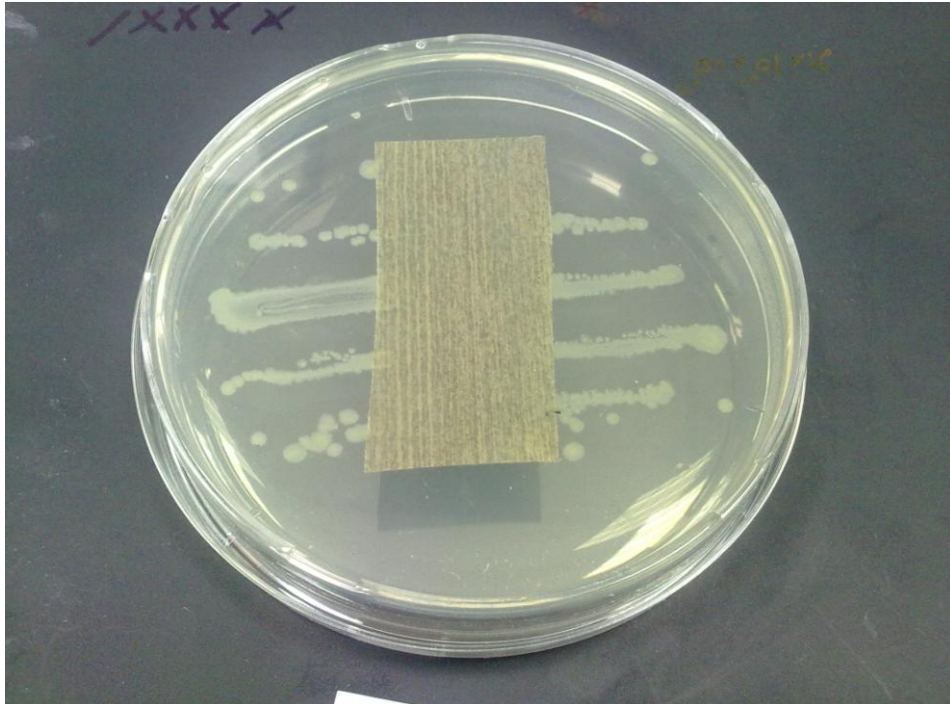
Tablo 6.4 SMS tip dokusuz yüzey kumaş – Hidrofillik Test Sonuçları

HİDROFİLLİK TESTİ					
Deneme Sayısı	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)
1. Deneme	60+	60+	1,88	1,85	1,44
2. Deneme	60+	60+	1,31	3,85	3,69
3. Deneme	60+	60+	1,97	2,46	1,97
Ort.	60+	60+	1,72	2,72	2,37

6.2 SONTARA Tip Dokusuz Yüzey Kumaş



Şekil 6.6 SONTARA tip dokusuz yüzey referans kumaş



Şekil 6.7 Sol-jel antibakteriyel 4. çözelti ile (HDTA) işlem görmüş SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş

6.2.1 AATCC 147 Testi Sonuçları

Tablo 6.5 SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş – AATCC 147 test sonuçları

B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
E. Coli	1. Deneme	1,75	0	0	0	0	-1,25
	2. Deneme	1,4	0	0	0	0	-1,25
	3. Deneme	0	0	0	0	0	-1,25
Ort.		1,58	0	0	0	0	-1,25
S. Aureus	1. Deneme	0	0	0	1,25	0	-1,25
	2. Deneme	0	0	0	1,1	0	-1,25
	3. Deneme	0	0	0	0	0	-1,25
Ort.		0	0	0	1,18	0	-1,25

Kontrol kumaş üzerinde sayısız bakteri ürerken, sol-jel ile işlem görmüş SONTARA tip dokusuz yüzey kumaşlarda bakteri ürememiştir. Ayrıca asidik ve HDTA ile işlem görmüş kumaşlarda ise alan oluşmuştur.

AATCC 147 yöntemi ile antibakteriyel özellikleri test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; asidik ve HDTA çözeltileri ile kaplanan SONTARA tip dokusuz yüzey yüzeylerde antibakteriyel aktivite gözlenmiştir. Asidik ve HDTA çözeltileri ile muamele edilen SONTARA tip dokusuz yüzeylerin inhibisyon alan çapları ölçülmüştür. Ortalama değerler Tablo 6.5’de verilmiştir.

6.2.2 AATCC 100 Testi Sonuçları

Tablo 6.6 SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş – AATCC 100 test sonuçları

"0" KONTAK ZAMAN (24 SAAT)							
B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
S.Au reus	1.Deneme	123	114	137	0	0	280
	2.Deneme	141	105	141	0	0	276
Ort.		132	109,5	139	0	0	278
E.Co li	1.Deneme	23	21	0	0	0	117
	2.Deneme	33	33	0	0	0	117
Ort.		28	27	0	0	0	117
"1" KONTAK ZAMAN (48 SAAT)							
B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
S.Au reus	D ₀ 1.Deneme	4000	4000	1	0	0	ÇOK
	2.Deneme	4000	4000	3	0	0	ÇOK
	10 ⁵ 1.Deneme						4
	2.Deneme						11
Ort.		4000	4000	2	0	0	ÇOK
E.Co li	D ₀ 1.Deneme	0	4000	96	0	0	ÇOK
	2.Deneme	0	4000	119	0	0	ÇOK
	10 ⁵ 1.Deneme						0
	2.Deneme						1
Ort.		0	4000	107,50	0	0	ÇOK

Tablo 6.7 SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş – % bakteri aktifliği sonuçları

% BAKTERİ AKTİFLİĞİ			
KUMAŞ	ÇÖZELTİ	E.COLİ	S. AUREUS
SONTARA DOKUSUZ YÜZEY KUMAŞ	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	100	0
	2.ÇÖZ. (BAZİK)	0	0
	3.ÇÖZ. (SDS)	100	99
	4.ÇÖZ. (HDTA)	100	100
	5.ÇÖZ. (TRITON X-100)	100	100

AATCC 100 yöntemi ile antibakteriyel etkinliği test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş SONTARA tip dokusuz yüzey kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; “0” temas zamanı olarak adlandırılan, 24 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve Triton X-100 çözeltiler ile muamele edilmiş SONTARA tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise asidik çözelti ile muamele edilen SONTARA tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. “1” temas zamanı olarak adlandırılan, 48 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve Triton X-100 çözeltiler ile muamele edilmiş SONTARA tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise bazik çözelti ile muamele edilen SONTARA tip dokusuz yüzey yüzeylerde görülmüştür.

6.3 Pamuklu Dokuma Kumaş

6.3.1 AATCC 147 Testi Sonuçları

Tablo 6.8 Pamuklu dokuma kumaş – AATCC 147 test sonuçları

B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
E. Coli	1. Deneme	1,34	0,85	0	0,17	0	-1,25
	2. Deneme	1,62	1,20	0	0,20	0	-1,25
	3. Deneme	1,65	1,08	0	0,15	0	-1,25
Ort		1,54	1,04	0	0,17	0	-1,25
S. Aureus	1. Deneme	0,15	0,1	0,3	0	3,6	-1,25
	2. Deneme	0,12	1,35	0,3	0	3,0	-1,25
	3. Deneme	0,13	1,65	0,17	0	3,8	-1,25
Ort		0,13	1,03	0,26	0	3,47	-1,25

AATCC 147 yöntemi ile antibakteriyel özellikleri test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş pamuklu dokuma kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; Triton X-100 ve asidik çözeltileri ile kaplanan pamuklu dokuma yüzeylerde antibakteriyel aktivite gözlenmiştir. Triton X-100 ve asidik çözeltileri ile muamele edilen pamuklu dokuma inhibisyon alan çapları ölçülmüştür. Ortalama değerler Tablo 6.8’de verilmiştir.

6.3.2 AATCC 100 Testi Sonuçları

Tablo 6.9 Pamuklu dokuma kumaş – AATCC 100 test sonuçları

"0" KONTAK ZAMAN (24 SAAT)							
B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
S.Au reus	1.Deneme	122	0	0	0	0	ÇOK
	2.Deneme	102	1	3	0	0	ÇOK
Ort.		112	0,5	1,5	0	0	ÇOK
E.Co li	1.Deneme	0	0	0	0	0	ÇOK
	2.Deneme	0	0	0	0	0	ÇOK
Ort.		0	0	0	0	0	ÇOK
"1" KONTAK ZAMAN (48 SAAT)							
B. Tipi	Deneme Sayısı (mm)	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	2.ÇÖZ. (BAZİK)	3.ÇÖZ. (SDS)	4.ÇÖZ. (HDTA)	5. ÇÖZ.(TRİ. X-100)	REF. KUMAŞ
S.Au reus	D ₀ 1.Deneme	122	0	0	0	0	ÇOK
	2.Deneme	102	1	3	0	0	ÇOK
	10 ⁵ 1.Deneme						36x10
	2.Deneme						19x10
Ort.		98,5	1	1	0	5	ÇOK
E.Co li	D ₀ 1.Deneme	0	0	0	0	0	ÇOK
	2.Deneme	0	0	0	0	0	ÇOK
	10 ⁵ 1.Deneme						90
	2.Deneme						90
Ort.		0	0	0	0	0	90

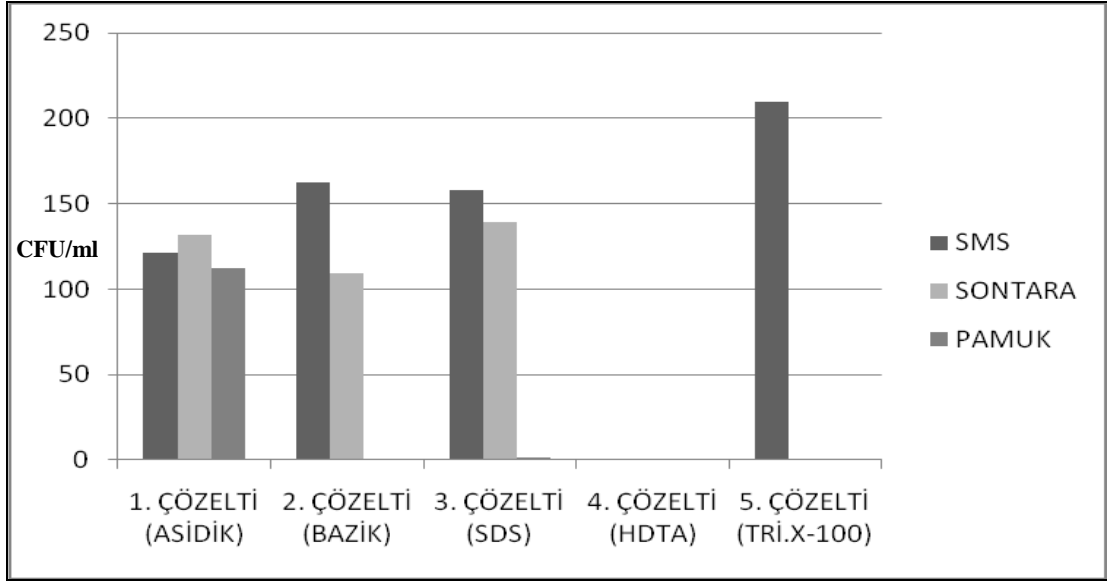
Tablo 6.10 Pamuklu dokuma kumaş – % bakteri aktifliği sonuçları

% BAKTERİ AKTİFLİĞİ			
KUMAŞ	ÇÖZELTİ	E.COLİ	S. AUREUS
SONTARA DOKUSUZ YÜZEY KUMAŞ	1.ÇÖZ. (ASİDİK)	100	56
	2.ÇÖZ. (BAZİK)	99	100
	3.ÇÖZ. (SDS)	100	100
	4.ÇÖZ. (HDTA)	100	100
	5.ÇÖZ. (TRITON X-100)	100	97

AATCC 100 yöntemi ile antibakteriyel etkinliği test edilen, farklı sol jel çözeltileri ile muamele edilmiş pamuklu dokuma kumaş numunelerinden elde edilen sonuçlara göre; “0” temas zamanı olarak adlandırılan, 24 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve Triton X-100 çözeltiler ile muamele edilmiş pamuklu dokuma yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise SDS çözelti ile muamele edilen pamuklu dokuma yüzeylerde görülmüştür. “1” temas zamanı olarak adlandırılan, 48 saat sonra yapılan ölçümlerde en iyi antibakteriyel aktivite HDTA ve SDS çözeltiler ile muamele edilmiş pamuklu dokuma yüzeylerde görülmüştür. En kötü antibakteriyel aktivite ise asidik çözelti ile muamele edilen pamuklu dokuma yüzeylerde görülmüştür.

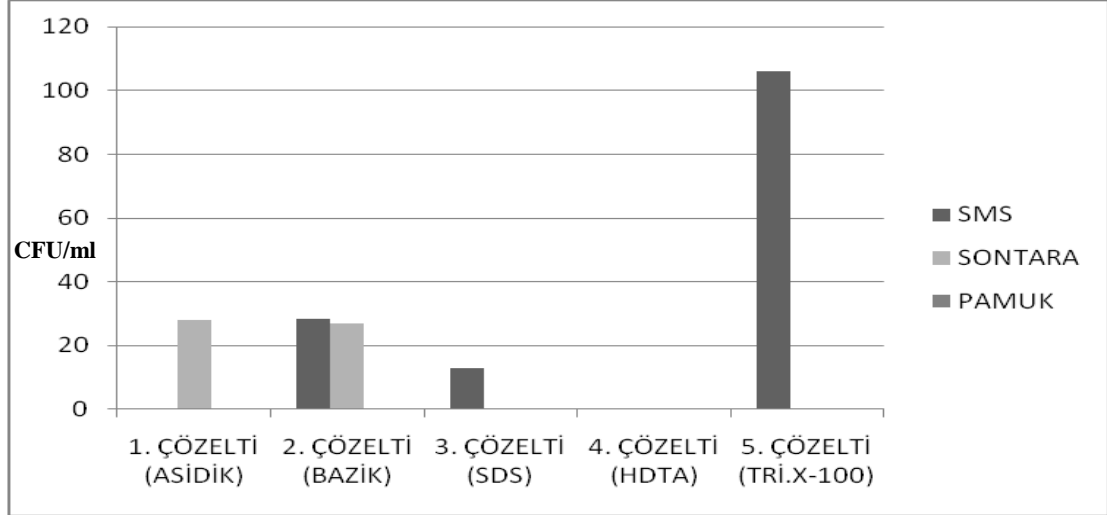
6.4 Sonuç

Genel olarak; deneme yapılan tüm kumaş tipleri için değerlendirme yapıldığında (Şekil 6.8), 24 saat süre sonunda HDTA çözeltisi ile muamele edilen dokusuz yüzey, dokuma tüm kumaşlarda *Staphylococcus Aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite sağlanmıştır. Asidik çözelti ile muamele edilen tüm kumaş tiplerinde ise *Staphylococcus Aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite görülmemiştir. Bazik çözelti ve SDS çözelti ile muamele edilen kumaşların değerlendirme sonucunda ise; pamuklu kumaşın *Staphylococcus Aureus* bakterilerine karşı etkili olduğu tespit edilmiştir. SMS ve SONTARA tip dokusuz kumaşlarda CFU değerleri yüksektir. Triton X-100 çözeltisi ile muamele edilen kumaşlarda ise *Staphylococcus Aureus* bakterilerine karşı antibakteriyel etki SONTARA tip dokusuz kumaşlarda ve pamuklu dokuma kumaşlarda görülmüştür. Elde edilen bu sonuca göre; Triton X-100 çözeltisinin selüloz içerikli dokusuz/dokuma kumaşlarda etkili olduğu kanısına varılmaktadır.



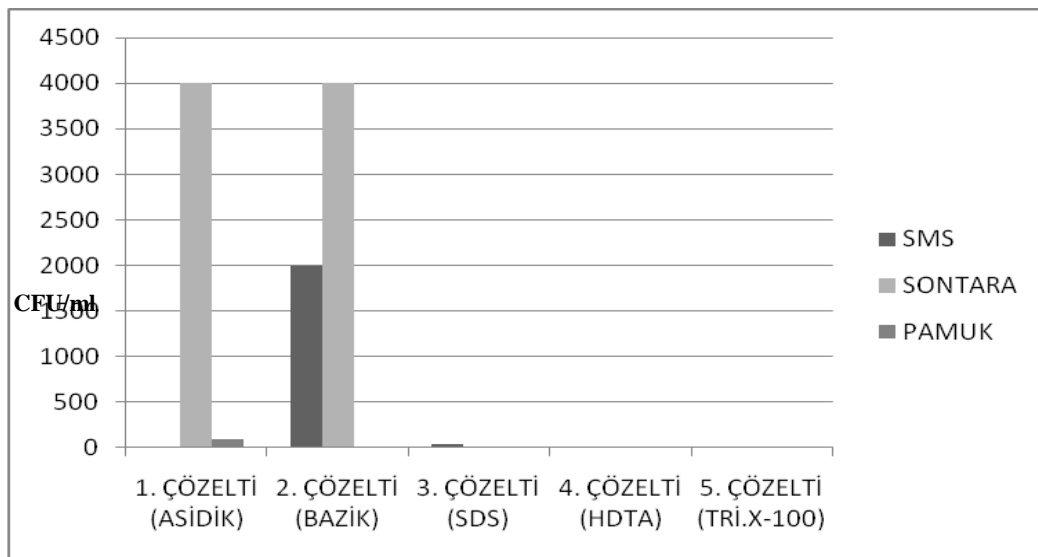
Şekil 6.8 AATCC 100 test yöntemi, “0” temas zamanlı, Staphylococcus Aureus bakteri CFU değerleri

Şekil 6.9’da Escherichia Coli bakterilerine karşı tüm kumaş tiplerinde denenen çözeltilerin antibakteriyel etkisi incelendiğinde; 24 saat süre sonunda HDTA çözeltilisi ile muamele edilen dokusuz, dokuma tüm kumaşlarda Escherichia Coli bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite sağlanmıştır. Bazik çözeltili ile muamele edilen tüm SMS ve SONTARA tip dokusuz kumaş tiplerinde ise Escherichia Coli bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite görülmemiştir. SDS çözeltili ve Triton X-100 çözeltilisi ile muamele edilen kumaşların değerlendirme sonucunda ise; SONTARA tip dokusuz kumaş ve pamuklu kumaşın Escherichia Coli bakterilerine karşı etkili olduğu tespit edilmiştir. SMS tip dokusuz kumaşlarda CFU değerleri yüksektir. Asidik çözeltili ile muamele edilen kumaşlarda ise Escherichia Coli bakterilerine karşı antibakteriyel etki SMS tip dokusuz kumaşlarda ve pamuklu dokuma kumaşlarda görülmüştür.



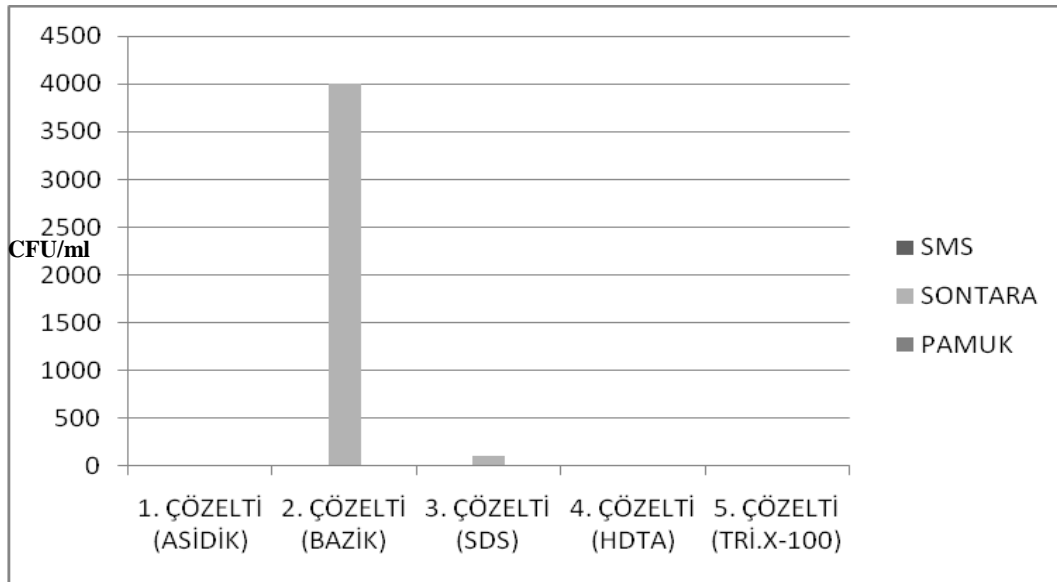
Şekil 6.9 AATCC 100 test yöntemi, “0” temas zamanlı, Escherichia Coli bakteri CFU değerleri

Şekil 6.10 Staphylococcus Aureus bakterilerine karşı tüm kumaş tiplerinde denenen çözeltilerin antibakteriyel etkisini göstermektedir. 48 saat süre sonunda HDTA çözeltisi ile muamele edilen dokusuz, dokuma tüm kumaşlarda Staphylococcus Aureus bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite sağlanmıştır. Triton X-100 çözelti ve SDS çözelti ile muamele edilen tüm kumaş tiplerinde ise Staphylococcus Aureus bakterilerine karşı oluşan CFU değerleri düşük miktardadır. Bazik çözelti ve asidik çözelti ile muamele edilen kumaşların değerlendirme sonucunda ise; özellikle SONTARA ve SMS tip dokusuz kumaşlar başta olmak üzere tüm kumaş tiplerinde CFU değerleri yüksektir, antibakteriyel etki sağlanamamıştır.



Şekil 6.10 AATCC 100 test yöntemi, “1” temas zamanlı, Staphylococcus Aureus bakteri CFU değerleri

Şekil 6.11 Escherichia Coli bakterilerine karşı tüm kumaş tiplerinde denenmiş çözeltilerin antibakteriyel etkisini göstermektedir. 48 saat süre sonunda HDTA çözeltisi ve asidik çözelti ile muamele edilen dokusuz, dokuma tüm kumaşlarda Escherichia Coli bakterilerine karşı antibakteriyel aktivite sağlanmıştır. Triton X-100 çözeltisi ile muamele edilen tüm kumaş tiplerinde ise Escherichia Coli bakterilerine karşı oluşan CFU değerleri düşük miktardadır. Bazik çözelti ile muamele edilen kumaşların değerlendirme sonucunda ise; SONTARA ve SMS tip dokusuz kumaşlarda CFU değerleri yüksektir, antibakteriyel etki sağlanamamıştır. SDS çözelti ile muamele edilen SMS tip dokusuz kumaş ve pamuklu dokuma kumaş tiplerinde antibakteriyel etki sağlanmıştır. SONTARA tip dokusuz kumaşta antibakteriyel etki sağlanamamıştır.



Şekil 6.11 AATCC 100 test yöntemi, “1” temas zamanlı, Escherichia Coli bakteri CFU değerleri

Yapılan tüm denemelerden elde edilen sonuçlar genel olarak değerlendirildiğinde; her tip kumaşta ve farklı tipte olan bakterilere karşı, HDTA ile elde edilen çözeltilerin kaplanan kumaşlarda antibakteriyel etki gösterdiği görülmüştür. Sol jel çözeltisinde yüzey aktif madde ve indirgen madde kullanımı partikül aglomerasyonunu önlemiş ve böylece partikül boyutu kontrol altına alınmıştır. Nano boyutlarda elde edilen gümüş partiküller uygulandığı kumaşta antibakteriyel etkiyi arttırmıştır.

KAYNAKLAR

- Al-Sagheer, F. & Muslim, S. (2010). Thermal and mechanical properties of chitosan / SiO₂ hybrid composites. *Journal of Nanomaterials*, 2010.
- Armon, R., Starosvetzky, J. & Saad I. (2000). Sol gel as reaction matrix for bacterial enzymatic activity. *Journal of Sol-Jel Science and Technology*, 19, 289-292.
- Baykasoglu, A., Dereli, T. & Yılankırkan, N. (2009). Application of cost/benefit analysis for surgical gown and drape selection: A case study. *American Journal of Infection Control*, 37, (3), 215-226.
- Baxter, I., Cother, L. D., Dupuy, C., Lickiss, P. D., White, A.J.P. & Williams, D. J. (2006). *Hydrogen bonding to silanols*. Retrieved November 27, 2010, from <http://www.ch.ic.ac.uk/ectoc/ectoc-3/pub/010/index.htm>.
- Behera, B.K. & Arora, H. (2009). Surgical Gown: A Critical Review. *Journal of Industrial Textiles*, 38, 205.
- Dhere, S. L., Latthe, S. S., Kappenstein, C., Pajonk, G. M., Ganesan, V., Venkateswara Rao, A., Wagh, P. B. & Gupta, S. C. (2010). Transparent water repellent silica films by sol gel process. *Applied Surface Science*, 256, 3624-3629.
- Falaras, P. & Xagas, A. P. (2002). Roughness and fractality of nanostructured TiO₂ films prepared via sol gel technique. *Journal of Materials Science*, 37, 3855 – 3860.
- Gaishun, V., Kosenok, Y., Kovalenko, D. & Senchenko, A. (2008). Sol gel process preparation of functional silica materials and their application. *Sol Gel Methods for Materials Processing*, 297-305.

- Gao, Y. & Cranston, R. (2008). Recent advances in antimicrobial treatments of textiles. *Textile Research Journal*, 78, 60.
- Gopalakrishnan, D. & Mythili, K. G. *Functional nano finishes for textiles*. Retrieved January 15, 2011, from <http://www.slideshare.net/sandeepmittal62/functional-nano-finishes-for-textiles>.
- Gupta, K.K., Jassal, M., & Agrawal, A. K. (2008). Sol gel derived titanium dioxide finishing of cotton fabric for self cleaning. *Indian Journal of Fibre / Textile Research*, 33, December, 443-450.
- Gvishi, R. (2009). Fast sol-gel technology: From fabrication to applications. *J Sol Jel Science Technology*, 50, 241-253.
- Hayes, S. F. & White, W. C. (2009). Ecofriendly antimicrobial finishing of textiles using bioactive agents based on natural products. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 34, September, 295 – 304.
- Hayes, S. F. & Curtis White, W. *How Antimicrobial Treatment Can Improve nonwoven fabrics*. Retrieved February 24, 2011, from http://www.aegisasia.com/How_Antimicrobial_Treatment_Can_Improve.pdf.
- Hatch, E. P. & Alberti, K. W. (2003). Functional textiles in prevention of chronic wounds, wound healing and tissue engineering. *Textiles and the Skin*, 31, 82–97.
- Innocenzi, P., Zub, Y. L., & Kesler, V. G. (2008). Active sol gel materials - Sol Jel Methods for Materials Processing, *Springer Science*, 12, 508.
- Jasiorski, M., Leszkiewicz, A., Brzezinski, S., Bugla, G., Malinowska, G., Borak, B., Karbownik, I., Baszczuk, A., Streck, W., & Doroszkiewicz, W. (2009). Textile with silver silica spheres: Its antimicrobial activity against E. Coli and S. Aureus. *Sol Jel Science Technology*, 51, 330 – 334.

- Jeon, H.J., Yi, S.C., & Oh, S. G. (2003). Preparation and antibacterial affects of Ag-SiO₂ thin films by sol gel method. *Biomaterials*, 24, 4921-4928.
- Kim, J., Kuk, E., Yu, K., Park, S., Lee, H., Kim, S., Park, Y., Hwang, C., Kim, Y., Lee, Y., Jeong, D., & Cho, M. (2007). Antimicrobial effects of silver nanoparticles. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 3, 95-101.
- Knittel, D. & Schollmeyer, E. (2000). Technologies for a new century. Surface modification of fibres. *J. Text. Inst.*, Part 3.
- Krzyzak, M., Frischat, G. H., & Hellmold, P. (2007). Surface finishing of enamels by sol jel coating. *Journal of Sol Jel Science Technology*, 41, 99 – 102.
- Lan, L., Gnappi, G., & Montenero, A. (1993). Infrared study of epoxs-teos-tpot jels. *Journal of Materials Science*, 28, 2119 – 2123.
- Lee, S., Cho, J. & Cho, G. (1999). Antimicrobial and blood repellent finishes for cotton and nonwoven fabrics based on chitosan and fluoropolymers. *Textile Research Journal*, 69, (2), 104-112.
- Li, F., Xing, Y. & Ding, X. (2008). Silica xerogel coating on the surface of natural and synthetic fabrics. *Surface&Coatings Technology*, 202, 4721-4727.
- Li, J., Tian, J. & Dong, L. (2000). Synthesis of SiC Precursors by a two step sol-gel process and their conversion to SiC Powders. *Journal of the European Ceramic Society*, 77, 1853 – 1857.
- Mackenzie, J.D. & Bescher, E. (2003). Some factors governing the coating organic coating polymers by sol jel derived hybrid materials. *Journal of Sol-Jel Science and Technology* 27, 7-14.

- Mahlting, B. & Böttcher, H. (2003). Modified silica sol coatings for water repellent textiles. *Journal of Sol-Jel Science and Technology* 27, 43-52.
- Mahlting, B., Audenaert, F., & Böttcher, H. (2005). Hydrophobic silica sol coatings on textiles – The influence of solvent and sol concentration. *Journal of Sol-Jel Science and Technology* 34, 103-109.
- Mahlting, B., Haufe, H. & Böttcher, H. (2005). Functionalization of textiles by inorganic sol gel coatings. *Journals of Materials Chemistry*, 15, 4385-4398.
- Mahlting, B., Gutmann, E., Reibold, M., Meyer, D. C., & Böttcher, H. (2009). Synthesis of Ag and Ag/SiO₂ sols by solvothermal method and their bactericidal activity. *J Sol Gel Science Technology*, 51, 204-214.
- Malzbender, J. & De With, G. (2000). The effects of drying, aging and curing on an organic –inorganic coating. *Journal of Materials Science* 35, 4809 – 4814.
- Marini, M., Bondi, M., Iseppi, R., Toselli, M., & Pilati, F. (2007). Preparation and antibacterial activity of hybrid materials containing quaternary ammonium salts via sol gel process. *European Polymer Journal*, 43, 3621 – 3628.
- Mennig, M., Schmitt, M., & Schmidt, H. (1997). Synthesis of Ag colloids in sol jel derived SiO₂ coatings on glass. *Journal of Sol Jel Science and Technology*, 8, 1035 – 1042.
- Mukhopadhyay, A. & Midha V. K. (2008). A review on designing the waterproof breathable fabrics Part I: Fundamental principles and designing - aspects of breathable fabrics. *Journal of Industrial Textiles*, 38, 17.

- Mutlu, I. H., Acun, H., Celik, E. & Turkmen, H. (2007). Preparation of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ superconducting solutions and films from alkoxide-based precursors using sol-gel method and investigation of their chemical reaction mechanism. *Physica C*, 451, 98-106.
- Nadargi, D.Y., Gurav, J.L., El Hawi, N., Rao, A.V. & Koebel, M. (2010). Synthesis and characterization of transparent hydrophobic silica thin films by single step sol gel process and dip-coating. *Journal of Alloys and Compounds*, 496, 1-2, 436-441.
- Palamutcu, S., Keskin, R., Devrent, N., Sengül, M. & Hasçelik, B. (2009). Fonksiyonel tekstiller II: Antimikrobiyal Tekstiller. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 3, 95 – 108.
- Pamuk, O. (2006). *Cerrahi personel ve hastanın kullanımına yönelik işlevsel medikal ürünlerin geliştirilmesi*. (Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi)
- Park, H., Kang, D., Na, M., Lee, H. & Shin, D. (2009). Characteristics of organic – inorganic hybrid coating films synthesized from colloidal silica-silane sol. *J. Electroceram* 22, 309-314.
- Parthasarathi, V. & Thilagavathi, G. (2009). Synthesis and characterization of titanium dioxide nano particles and their applications to textiles for microbe resistance. *JTATM*, 6, 2.
- Roe, B. & Zhang, X. (2009). Durable hydrophobic textile fabric finishing using silica nanoparticles and mixed silanes. *Textile Research Journal*, 79, 1115-1122.
- Runangshu Mukhopadhyay, A. & Midha, V. K. (2008). A review on designing the waterproof breathable fabrics Part II: Construction and suitability of breathable fabrics for different uses. *Journal of Industrial Textiles*, 38, 17.

- Saka, S. (1994). Preparation and properties of sol gel coating films. *Journal of Sol-Jel Science and Technology*, 2, 451 – 455.
- Schmidt, H. (2006). Considerations about the sol gel process: from the classical sol-gel route to advanced chemical nanotechnologies. *Sol Jel Science Technology*, 40, 115-130.
- Seungsin, L. & Obendorf, S. K. (2007). Transport properties of layered fabric systems based on electrospun nanofibers. *Fibers and Polymers*, 8, 501-506.
- Stobie, N., Duffy, B., McCormack, D. E., Colreavy, J., Hidalgo, M., McHale, P., & Hinder, S. J. (2008). Prevention of staphylococcus epidermis biofilm formation using a low temperature processed silver doped phenytriethoxysilane sol jel coating. *Biomaterials*, 29, 963-969.
- Tomsic, B., Simoncic, B., Orel, B., Cerne, L., Tavcer, P., Zorko, M., Jerman, I., Vilcnik, A. & Kovac, J. (2008). Sol jel coating of cellulose fibres with antimicrobial and repellent properties. *Sol Jel Science Technology*, 47, 44 – 57.
- Xueliang, X., Fang, C., Qufu, W., & Ning, W. (2009). Surface modification of poliester nonwoven fabrics by Al₂O₃ sol gel coating. *Journal of Coatings Technology and Research*, 6, 537-541.
- Wang, H., Wei, Q., Wang, X., Gao, W., & Zhao, X. (2008). Antibacterial properties of nonwoven medical dressings coated with nanostructured silver. *Fibers and Polymers*, 9, 556-560.
- Wu, C., Wu, Y., Xu, T. & Yang, W. (1999). Study of soljel reaction of organically modified alkoxysilanes. Part I: Investigation of hydrolysis and polycondensation and phenylamino methyl triethoxysilane and tetraethoxysilane. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352, 5642-5651.

- Wu, L. Y. L., Soutar, A. M. & Zeng, X. T. (2005). Increasing hydrophobicity of sol gel hard coating by chemical and morphological modifications. *Surface & Coating Technology*, 198, 420-424.
- Virk, R. K., Ramaswamy, G. N., Bourham, M., & Bures, B. L. (2004). Plasma and antimicrobial treatment of nonwoven fabrics for surgical gowns. *Textile Research Journal*, 74, 1073-1079.
- Yu, M., Gu, G., Meng, W. & Qing, F. (2007). Superhydrophobic cotton fabric coating based on a layer of silica nanoparticles and perfluorooctylated quaternary ammonium silane coupling agent. *Applied Surface Science*, 253, 3669 – 3673.
- Zhang, W., Qiao, X., Chen, J. (2006). Synthesis and characterization of silver nanoparticles in AOT microemulsion system. *Chemical Physics*, 330, 495-500.
- Zhang, W., Qiao, X., & Chen, J. (2007). Synthesis of silver nanoparticles – effects of concerned parameters in water/oil microemulsion. *Materials Science and Engineering B*, 142, 1-1.
- Zhang, W., Qiao, X., Chwn, J., & Chen, Q. (2007). Self-assembly and controlled synthesis of silver nanoparticles in SDS quaternary microemulsion. *Materials Letters*, 62, 1689-1692.