

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BUĞU OLUŞUMUNU ENGELLEYEN VE ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK
TAŞIYAN KAPLAMALAR**

Emre YAVUZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

2016

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BUĞU OLUŞUMUNU ENGELLEYEN VE ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK
TAŞIYAN KAPLAMALAR**

Emre YAVUZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

**Yüksek lisans tez çalışması 0396.STZ.2013-2 nolu SAN-TEZ projesi ile T.C. Bilim
Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı tarafından desteklenmiştir.**

2016

**T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BUĞU OLUŞUMUNU ENGELLEYEN VE ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK
TAŞIYAN KAPLAMALAR**

Emre YAVUZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA ANABİLİM DALI**

Bu tez 24.06.2016 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof.Dr. Ertuğrul ARPAÇ
Doç.Dr. Kasım OCAKOĞLU
Yrd.Doç.Dr. Murat AKARSU

ÖZET

BUĞU OLUŞUMUNU ENGELLEYEN VE ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİK TAŞIYAN KAPLAMALAR

Emre YAVUZ

Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı
Danışman: Yrd. Doç. Dr. Murat AKARSU
Haziran 2016, 80 Sayfa

Bu tez çalışmasında buğu oluşumunu engelleyen ve anti-bakteriyel özelliklere sahip multifonksiyonel hidrofilik kaplamalar elde edildi. Kaplamalara hidrofilik özellik kazandırmak için 3-izosiyanat-propiltrietoksisilan (IPTES) ve 3-trietoksilpropil-süksinik anhidritin (GF-20) ayrı ayrı farklı moleküler ağırlığa sahip polietilen glikol (PEG) (Mn: 200, 400 ve 600) ve polietilen glikol amonyum etoksisülfat (Atlas g-265) bileşikleri ile reaksiyonu gerçekleştirilerek çeşitli alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşikler sentezlendi. Sentezlenen bileşikler FT-IR (Fourier Transform-Infrared Spectroscopy) analiz yöntemi kullanılarak karakterize edildi. Hidrofilik karakterli bileşiklerin SiO₂:3-glisidipropiltrietoksisilan (GLYEO) kompozit matriks içerisinde farklı bağlayıcı sistemlerinin kullanılmasıyla hazırlanan kaplama çözeltileri, cam yüzeylerine spreyleme yöntemi uygulanarak kaplandı ve termal olarak sertleştirildi. Kaplama yapılan yüzeylere; hidrofilik performans testleri, optik analizler (% Işık geçirgenliği ve % Pusluluk), mekanik testler (tutunma testi, çizilme direnci testi ve kalem sertlik testi, sürtünme haslığı), anti-bakteriyel test ve SEM (Scanning Electron Microscopy) analizi uygulandı. Kaplama film kalınlığı 15µm olan, suya karşı temas açısı 10°, çizilme direnci 2N, suya karşı dirençli, buğu oluşumunu engelleyen ve anti-bakteriyel özellik taşıyan şeffaf kaplamalar elde edildi.

ANAHTAR KELİMELEER: Buğu oluşumunu engelleyen yüzeyler, Anti-bakteriyel, Sol-jel, Hidrofilik, Multifonksiyonel kaplamalar

JÜRİ: Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ
Doç. Dr. Kasım OCAKOĞLU
Yrd. Doç. Dr. Murat AKARSU (Danışman)

ABSTRACT

ANTIFOGGING AND ANTIBACTERIAL COATINGS

Emre YAVUZ

MSc Thesis, Department of Chemistry
Supervisor: Asst. Prof. Dr. Murat AKARSU
June 2016, 80 Pages

In this study, multifunctional hydrophilic coatings which have anti-fogging and anti-bacterial properties were obtained. Alcoxy functional hydrophilic compounds were synthesised by 3-isocyanato-propyltriethoxysilane (IPTES) and 3-triethoxysilyl-propylsuccinicanhydride (GF-20) were reacted separately with different molecular weight (Mn: 200, 400 ve 600) of PEG and ATLAS-25 for taking hydrophilic properties of coatings. Synthesized compounds were characterised by FT-IR (Fourier Transform-Infrared Spectroscopy). The coating solutions were prepared by hydrophilic character of compounds with in SiO₂:3-glycidyoxy-propyltriethoxysilane (GLYEO) composite matrix using different binder systems than glass surfaces were coated by spre coating method and cured. Hydrophilic performans tests, optic analysis (% Light transmission, % Haze), mechanical tests (adhesion test, scratch hardness, pencil hardness, friction fastness), anti-bacterial test and SEM (Scanning Electron Microscopy) analysis were applied to coated surfaces. The thickness of coated film was 15µm, contact angle was 10° for opposite to water and scratch hardness was 2N. The transparent coatings which have resistance to water, anti-fogging and anti-bacterial were attained.

KEYWORDS: Anti-fogging surfaces, Anti-bacterial, Sol-gel, Hydrophilic, Multifunctional coatings

COMMITTE: Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ
Assoc. Prof. Kasım OCAKOĞLU
Asst. Prof. Murat AKARSU (Supervisor)

ÖNSÖZ

Günlük yaşantımızda mutfaklarda önemli bir yer tutan beyaz eşya grubuna ait olan buzdolaplarından beklentiler, teknik ve teknolojik gelişmelere bağlı olarak değişmekte ve artmaktadır. Kullanım esnasında kapakların açılıp örtülmesiyle birlikte ortamdaki doygun su buharı küçük damlacıklar halinde yüzeyde yoğunlaştığından, gelen ışığın saçılmaya uğramasına yol açarak yüzeylerin buğulu gözükmesine neden olmaktadır. Ayrıca muhafaza edilecek olan yiyecekler ya da kullanıcılar vasıtasıyla buzdolabı içerisine taşınabilen patojenik mikroorganizmaların enfeksiyon kaynağı oluşturabilmesi istenmeyen durumlar arasında yer almaktadır. Buzdolaplarının kullanımında istenmeyen bu durumların ortadan kaldırılabilmesi için yüzeylerine, buğu oluşumunu engelleyen ve anti-bakteriyel özellik kazandıran hidrofilik kaplamaların uygulanması yaygın olarak tercih edilen bir yöntemdir.

Yüzeyle fonksiyonel özellik kazandıran kaplamalar bilimsel ve teknolojik gelişmelere büyük katkılar sağlamaktadır. Bu kapsamda önemli olan bu çalışmada bana araştırma fırsatı tanıyan, beni yönlendiren ve destekleyen Akdeniz Üniversitesi Kimya Bölümü Öğretim Üyesi danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Murat AKARSU'ya, lisans eğitiminden itibaren bana her konuda yardımcı olan, hayata farklı çerçeveden bakmayı öğreten, kimyayı sevdiren ve hayatımın bölünmez bir parçası haline dönüştüren Akdeniz Üniversitesi Kimya Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ'a, bu projede yardımcı araştırmacı olarak çalışan ve her konuda desteğini esirgemeyen Akdeniz Üniversitesi Kimya Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Yrd. Doç. Dr. Esin AKARSU'ya, bölümümüzün diğer öğretim üyelerine, başta Dr. Ömer KESMEZ olmak üzere Akdeniz Üniversitesindeki diğer çalışma arkadaşlarıma, bu çalışmayı 0396.STZ.2013-2 proje numarası ile destekleyen T.C. Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'na, proje ortağı Arçelik A.Ş.'ye ve son olarak desteklerini her zaman yanımda hissettiğim dostlarıma ve aileme teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL BİLGİLER ve KAYNAK TARAMALARI	3
2.1. Hidrofili	3
2.1.1. Temas açısı ve ıslanabilirlik	3
2.1.2. Yüzey gerilimi	5
2.1.3. Hidrofilik ve süperhidrofilik yüzeyler	5
2.2. Anti-Bakteriyel Yüzeyler	8
2.2.1. Bakterilerin yapısı.....	9
2.2.2. Anti-bakteriyel etki mekanizması.....	10
2.3. Sol-Jel Prosesi	12
2.3.1. Sol-jel reaksiyon basamakları.....	13
2.3.1.1. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları	13
2.3.1.2. Jelleşme	15
2.3.1.3. Yaşlandırma	15
2.3.1.4. Kurutma	15
2.3.1.5. Sinterleme	15
2.3.2. Sol-jel yönteminin avantaj ve dezavantajları.....	16
2.4. Kaplama Öncesi Uygulanan Yüzey İyileştirilmesi İşlemleri	17
2.4.1. Korona	18
2.4.2. Primer Kaplama	19
2.5. İnce Film Oluşturulmasında Kullanılan Kaplama Teknikleri	20
2.5.1. Püskürtme ile kaplama (spray coating) tekniği	20
2.5.2. Daldırma ile kaplama (dip-coating) tekniği.....	21

2.5.3. Döndürerek kaplama (spin coating) tekniği.....	22
3. MATERYAL VE METOT	23
3.1. Materyal.....	23
3.1.1. Kullanılan kimyasallar	23
3.1.2. Kullanılan cihazlar	26
3.2. Metod.....	28
3.2.1. Alkoksi fonksiyonel hidrofilik bileşiklerin sentezi.....	28
3.2.1.1. 3-İzosiyanat propiltrioksisilan-polietilen glikol bileşiklerinin sentezi.....	29
3.2.1.2. 3-İzosiyanat propiltrioksisilan-polietilen glikol amonyum etoksisülfat bileşiğinin sentezi	30
3.2.1.3. 3-Trioksilpropilsüksinik anhidrit-polietilen glikol bileşiklerinin sentezi	30
3.2.1.4. 3-Trioksil propilsüksinik anhidrit-polietilen glikol amonyum etoksisülfat bileşiğinin sentezi	31
3.2.2. Kaplama çözeltisinin hazırlanması	32
3.2.3. Kaplama çözeltisinin uygulanması ve sertleştirilmesi.....	39
3.2.4. Kullanılan analiz ve test yöntemleri	40
3.2.4.1. Fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR) analizleri	40
3.2.4.2. Hidrofilik performans testleri.....	40
3.2.4.3. Optik analizler.....	42
3.2.4.4. Mekanik testler	42
3.2.4.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi	44
3.2.4.5. Anti-bakteriyel aktivite testi	45
4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....	47
4.1. FT-IR Analiz Sonuçları	47
4.1.1. HB-1, HB-2, HB-3, HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin FT-IR analizi....	47
4.1.2. HB-7 bileşiğinin FT-IR analizi	51
4.1.3. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin FT-IR analizi	52
4.1.4. HB-11 bileşiğinin FT-IR analizi	54
4.2. Hidrofilik performans test sonuçları	55
4.2.1. Oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi	55

4.2.2. Kaynar su emme-buğulanma testi	59
4.2.3. Buğu testi testi	60
4.2.4. Nefes testi	60
4.2.5. Uzun süreli performans testi.....	61
4.2.5.1. +38°C’de %90 bağıl nem koşulunda uzun süreli performans testi	61
4.2.5.2. +4°C’de %66 nem koşulunda uzun süreli performans testi	63
4.2.6. Deterjan dayanımı testi.....	65
4.3. Optik Analiz Sonuçları.....	65
4.3.1. % Pusluluk ve % Işık geçirgenliği analizi.....	65
4.4. Mekanik Test Sonuçları.....	68
4.4.1. Tutunma, çizilme direnci ve kalem sertlik testi	68
4.4.2. Sürtme haslığı testi	70
4.5. SEM Analiz Sonuçları.....	71
4.6. Anti-Bakteriyel Test Sonuçları.....	72
5. SONUÇ	75
6. KAYNAKLAR	76
ÖZGEÇMİŞ	

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

cm^{-1}	Dalga sayısı
T	Geçirgenlik
H	Pusluluk
$^{\circ}\text{C}$	Santigrat derece
$^{\circ}$	Derece
g	Gram
cm	Santimetre
cm^2	Santimetre kare
μm	Mikrometre
nm	Nanometre
dyn	Kuvvet (1 dyn; 10^{-5} Newton)
η	Viskozite
ρ	Yoğunluk
g	Yerçekimi ivmesi
h	Kaplama kalınlığı
f	Kuvvet
L	Uzunluk
γ	Yüzey gerilimi
γ_{SG}	Sıvı-gaz arası yüzey gerilimi
γ_{KG}	Katı-gaz arası yüzey gerilimi
γ_{KS}	Katı-sıvı arası yüzey gerilimi
ΔW	Yüzey serbest enerji değişmesi
ΔA	Alan değişimi
θ	Temas açısı
Mn	Ortalama molekül ağırlığı

Kısaltmalar

DNA	Deoksiribonükleik asit
RNA	Ribonükleik asit
FT-IR	Fourier transform infrared spektroskopisi
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
UV	Ultraviyole
GLYEO	3-Glisidipropiltrietoksisilan
IPTES	3-İzosiyanat propiltrietoksisilan
GF-20	3-Trietoksilpropilsüksinik anhidrit
MF	Melamin formaldehit reçine
RD-19	Polipropilenglikol-diglisidileter
BHDI	Bloke heksametildiizosiyanat
SDDS	Sodyumdioktil sülfosüksinat
BG	Bütil glikol
PM	1-Meoksi-2-propanaol
TPE-280	Tetrafonksiyonel polieter (Mn:280)
TPE-360	Tetrafonksiyonel polieter (Mn:360)
PK-triol-300	Polikaprolaktontriol (Mn:300)
PK-triol-540	Polikaprolaktontriol (Mn:300)
PK-triol-900	Polikaprolaktontriol (Mn:300)
PK-tetraol-1000	Polikaprolaktontetraol (Mn:1000)
TPE	Tetra fonksiyonel polieter
HacacOEt	Etilasetoasetat
DBTL	Dibutikalay dilaurat
PEG	Polietilen glikol
kob	Koloni oluşturma birimi
E. coli	Escherichia coli
S. aureus	Staphylococcus aureus

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Farklı yüzeylerin suya karşı temas açısı değerleri	3
Şekil 2.2. Temas açısı ve yüzey enerjisi bileşenleri.....	3
Şekil 2.3. Temas açısı ve ıslanabilirlik ilişkisi	4
Şekil 2.4. Sıvı içindeki ve yüzeydeki moleküllerin birbiri ile olan etkileşimi	5
Şekil 2.5. Hidrofilik yüzeylerin buğu oluşumunu engelleme mekanizması (A) normal yüzey (B) hidrofilik yüzey	6
Şekil 2.6. Buğu oluşumunu engelleyen yüzeylerin yaygın kullanım alanları.....	7
Şekil 2.7. Bakteri hücre yapısı	9
Şekil 2.8. Gram pozitif ve gram negatif bakterilerin hücre duvarları şematik gösterimi.....	10
Şekil 2.9. Anti-bakteriyel etki mekanizmaları	11
Şekil 2.10. Metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu	13
Şekil 2.11. Asit katalizörü varlığında metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu	14
Şekil 2.12. Baz katalizörü varlığında metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu	14
Şekil 2.13. Su kondenzasyonu reaksiyonu	14
Şekil 2.14. Alkol kondenzasyonu reaksiyonu	14
Şekil 2.15. Sol-jel prosesi son ürün oluşumunun şematik gösterimi	16
Şekil 2.16. Korona yüzey iyileştirilmesi işlemi	18
Şekil 2.17. İyonizasyonun şematik gösterimi	19
Şekil 2.18. Korona işlemi ile polimer yüzeyinde fonksiyonel grupların oluşturulması..	19
Şekil 2.19. 3-aminopropiltrioksilan'ın hidroliz reaksiyonu	20
Şekil 2.20. Primer kaplama mekanizması gösterimi, primersiz kaplama (sol) primerli kaplama (sağ)	20
Şekil 2.21. Sprey kaplama prosesi	21
Şekil 2.22. Daldırma ile kaplama prosesi.....	21
Şekil 2.23. Döndürerek kaplama prosesi.....	22
Şekil 3.1. HB sentezinde kullanılan reaksiyon düzeneği	28
Şekil 3.2. HB-1, HB-2 ve HB-3 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon.....	29
Şekil 3.3. HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon.....	29
Şekil 3.4. HB-7 bileşiğinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon	30

Şekil 3.5. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon.....	30
Şekil 3.6. HB-11 bileşiğinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon	31
Şekil 3.7. Buğu oluşumunu engelleyen ve anti-bakteriyel özellik taşıyan kaplamanın oluşum mekanizması.....	32
Şekil 3.8. Kaplama çözeltisinin hazırlanması prosesi.....	33
Şekil 3.9. Beher testi	40
Şekil 3.10. Tutunma testi aparatı	42
Şekil 3.11. Çizilme Direnci Testi aparatı	44
Şekil 3.12. Kalem sertlik testi aparatı	44
Şekil 3.13. Örnek yüzey üzerine bakteri çözeltilerinin uygulanması ve film ile kapatılması	45
Şekil 4.1. HB-1, HB-2 ve HB-3 bileşiklerinin kimyasal yapısı	47
Şekil 4.2. IPTES/PEG-200 (HB-1) bileşiği FT-IR spektrumu.....	47
Şekil 4.3. IPTES/PEG-400 (HB-2) bileşiği FT-IR Spektrumu	48
Şekil 4.4. IPTES/PEG-600 (HB-3) bileşiği FT-IR Spektrumu	48
Şekil 4.5. HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin kimyasal yapısı	49
Şekil 4.6. IPTES/PEG-600 (HB-4) bileşiği FT-IR Spektrumu	49
Şekil 4.7. IPTES/PEG-400 (HB-5) bileşiği FT-IR Spektrumu	50
Şekil 4.8. IPTES/PEG-600 (HB-6) bileşiği FT-IR Spektrumu	50
Şekil 4.9. HB-7 bileşiğinin kimyasal yapısı.....	51
Şekil 4.10. IPTES/Atlas g-265 (HB-7) bileşiği FT-IR Spektrumu	51
Şekil 4.11. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin kimyasal yapısı	52
Şekil 4.12. GF-20/PEG-200 (HB-8) bileşiği FT-IR Spektrumu	52
Şekil 4.13. GF-20/PEG-400 (HB-9) bileşiği FT-IR Spektrumu	53
Şekil 4.14. GF-20/PEG-600 (HB-10) bileşiği FT-IR Spektrumu	53
Şekil 4.15. HB-11 bileşiğinin kimyasal yapısı.....	54
Şekil 4.16. GF-20/Atlas g-265 (HB-11) bileşiği FT-IR Spektrumu	54
Şekil 4.17. Oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi sonrası 44 No'lu kaplamaya ait beher testi görüntüsü	58
Şekil 4.18. Kaynar su emme-buğulanma testi sonrası 44 No'lu kaplamaya ait beher testi görüntüsü	59
Şekil 4.19. 44 No'lu kaplamaya ait buğu testi testi görüntüsü	60

Şekil 4.20. 44 No'lu kaplamaya ait nefes testi testi görüntüsü	60
Şekil 4.21. 44 No'lu kaplamanın +38°C'de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi	61
Şekil 4.22. 45 No'lu kaplamanın +38°C'de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi.....	62
Şekil 4.23. 46 No'lu kaplamanın +38°C'de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi.....	62
Şekil 4.24. 44 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi	63
Şekil 4.25. 45 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi	64
Şekil 4.26. 46 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi	64
Şekil 4.27. Kaplamaların % Pusluluk ve % Işık geçiçenlik özellikleri	66
Şekil 4.28. MF/Brij-O10 (A), RD-19/Brij-O10 (B) ve BHDI/SDDS (C) sistemleri ile hazırlanan kaplamalara ait fotoğraflar	67
Şekil 4.29. Kaplamaların UV spektrumları.....	67
Şekil 4.30. Kaplamaların sürtünme çevrim sayısına bağılı % Pusluluk özellikleri	70
Şekil 4.31. 44 No'lu kaplamanın yüzey SEM fotoğrafı.....	71
Şekil 4.32. 44 No'lu kaplamanın yan kesitinden alınan SEM fotoğrafı	71
Şekil 4.33. E. coli bakterisinin 37°C'de inkübasyonu sonucunda oluşan büyüme eğrisi.....	72
Şekil 4.34. S. aureus bakterisinin 37°C'de inkübasyonu sonucunda oluşan büyüme eğrisi.....	72
Şekil 4.35. E.coli bakterisine karşı kaplamasız (A) ve kaplamalı (B) örneklerin AB test fotoğrafı	74
Şekil 4.36. S.aureus bakterisine karşı kaplamasız (C) ve kaplamalı (D) örneklerin AB test fotoğrafı	74

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Temas açısı ve ıslanabilirlik ilişkisi.....	4
Çizelge 2.2. Yaygın olarak kullanılan anti-bakteriyel ajanların etki mekanizmaları.....	11
Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasallar	23
Çizelge 3.2. Kullanılan cihazlar	26
Çizelge 3.3. HB-1, HB-2, HB-3, HB-4, HB-5, HB-6 ve HB-7 bileşiklerinin sentezinde kullanılan kimyasal miktarları ve reaksiyon süreleri	31
Çizelge 3.4. HB-8, HB-9, HB-10 ve HB-11 bileşiklerinin sentezinde kullanılan kimyasal miktarları ve reaksiyon süreleri	31
Çizelge 3.5. Poliizosiyanat sisteminde farklı polioller kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları	34
Çizelge 3.6. Farklı HB'ler kullanılarak hazırlanan kapl çözeltisi kompozisyonları	35
Çizelge 3.7. Epoksi sisteminde farklı sürfektanlar kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları	36
Çizelge 3.8. Epoksi sisteminde farklı oranlarda Brij-O10 içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları.....	36
Çizelge 3.9. Epoksi sisteminde farklı oranlarda SiO ₂ içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları.....	37
Çizelge 3.10. Melamin sisteminde farklı polioller kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları	37
Çizelge 3.11. Melamin sisteminde farklı oranlarda MF içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları	38
Çizelge 3.12. Melamin sisteminde farklı oranlarda klorhekzidin içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları	38
Çizelge 3.13. Melamin sisteminde farklı sürfektan içeren anti-bakteriyel kaplama çözeltisi kompozisyonları.....	39
Çizelge 3.14. Cross-cut tutunma testinde ASTM D 3359 standardı sınıflandırması	43
Çizelge 4.1. Poliizosiyanat sisteminde hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	55

Çizelge 4.2. BMDI/PK-triol-540 bağlayıcı matris ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	56
Çizelge 4.3. Epoksi sistemi ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	56
Çizelge 4.4. Farklı oranlarda Brij-O10 içeren kaplamaların oda sıcaklığında su emme buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	57
Çizelge 4.5. Melamin sistemi ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	58
Çizelge 4.6. Farklı bağlayıcı sistemleri ile hazırlanan kaplamaların kaynar su emme buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	59
Çizelge 4.7. Kaplamaların deterjan dayanımı testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları	65
Çizelge 4.8. Epoksi bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda SiO ₂ içeren kaplamaların mekanik test sonuçları	68
Çizelge 4.9. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı polioller içeren kaplamaların mekanik test sonuçları	68
Çizelge 4.10. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda MF içeren kaplamaların mekanik test sonuçları	69
Çizelge 4.11. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda AB ajan içeren kaplamaların mekanik test sonuçları	69
Çizelge 4.12. Melamin bağlayıcı sisteminde AB ajan içeren kaplamaların mekanik test sonuçları	70
Çizelge 4.13. E. coli için AB test sonrası besin ortamında gözlenen kob sayıları ve test sonrası bakteri popülasyonundaki % azalma	73
Çizelge 4.14. S. aureus için AB test sonrası besin ortamında gözlenen kob sayıları ve test sonrası bakteri popülasyonundaki % azalma	73

1. GİRİŞ

Teknolojik gelişmelere bağlı olarak çağın ihtiyaçlarını karşılamak amacıyla materyal yüzeylerinde ince film oluşturularak yüzeylere fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır. Materyallerin yüzey özelliklerinin geliştirilmesi hem estetik görünüm hem de kullanım amaçları yönünden çeşitli avantajlar sağlayabilmektedir. Üretilen kaplamalar sayesinde yüzeylere; kendi kendini temizleyebilme, parmak izi bırakmama, buğu oluşumunu engelleme, anti-bakteriyel, küflenmeyi önleme, yüksek alkali dayanım gibi fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır (Ghosh 2006, Mathiazhagan ve Joseph 2011). Bu fonksiyonel yüzey özellikleri sınıfında yer alan buğu oluşumunu engelleyen yüzeyler günlük yaşantımızda yaygın olarak kullandığımız optik materyallerin yüzeylerinde oluşan buğulanma problemini ortadan kaldırmaktadır.

Doygun su buharının bulunduğu ortamda yer alan nesnelere yüzeyine yoğunlaşması sonucu oluşan su damlacıkları (çapı 190nm'den büyük), görünür ışığın saçılmasına yol açarak yüzeylerin buğulu gözükmesine neden olmaktadır (Gao vd 2007). Bu istenmeyen durum yaygın olarak kullandığımız banyo aynaları, pencere camları, araba camlarının ve farlarının iç yüzeyleri, kamera lensleri, gözlük camları, yüzücü gözlükleri, buzdolapları gibi nesnelere kullanımlarını zorlaştırırken bazen de estetik açıdan hoş bir görüntü oluşturmaz (Nakamura vd 2006, Iwazumi 2012). Süperhidrofilik yüzeyler suyun yüzeyde damlacık yerine ince bir film halinde yayılmasını sağladığı için yüzeyler buğu oluşumunu göstermezler. Bu nedenle ıslak yüzeylerde şeffaf bir görünüm sağlanmış olur. Hidrofilik derecesi yüksek yüzeylerin bu fonksiyonel özelliğe sahip olması, yüzeyde oluşan film şeklindeki su tabakasının, yüzeye gelene ışığı saçılma uğramadan doğrudan yüzeyden geçirmesi prensibine dayanmaktadır (Huang vd 2015).

Buğu oluşumunu engelleyen yüzeyler pek çok farklı yöntem kullanılarak elde edilebilmektedir. Genel olarak süperhidrofilik yüzey oluşturmak için inorganik ve organik materyal kullanılmaktadır. En çok kullanılan inorganik esaslı süperhidrofilik yüzeyler fotokatalitik TiO_2 kaplamalarıdır (Gao vd 2004). Su moleküllerinin fotokatalizör yüzeyine bağlanması ile yüzeyin hidrofilik özellik kazanmasını sağlayacak olan hidroksil iyonları oluşur. Bu aşamada yüzey kısa bir süre ışınlandırıldığında, suya göre temas açısı sıfıra yaklaşır. Bu reaksiyonların fotokatalizör yüzeyinde gerçekleşmesi için yüzeyin ışınlandırılması gereklidir. Işınlandırma işleminin gerekli olması bu tür kaplamaların kullanım alanlarını kısıtlamaktadır.

Diğer yöntem polar bileşenler içeren organik esaslı kaplamalardır. Organik esaslı hidrofilik ve süperhidrofilik kaplamalar üç farklı yöntem kullanılarak elde edilebilir. Bu yöntemlerden ilki sorbitan esterleri, gliserol esterleri gibi hidrofilik özellik gösteren bileşiklerin polimerik matris içerisine kimyasal bağlanma olmadan eklenmesidir (Plasman vd 2005). Yüzeye göç eden hidrofilik ajanlar su damlası ile yüzey arasındaki yüzey gerilimini düşürerek suyun yüzeyde yayılmasını sağlar. Fakat bu tür kaplamalarda hidrofilik bileşiklerin yüzeye sürekli olarak salınımı söz konusu olduğu için uzun süreli kullanımlarda kalıcı fonksiyonel özelliğe sahip değildirler. Daha çok gıda ambalajları gibi kısa ömürlü kullanımlar için uygundur.

İkinci yöntem, yüzeyin kimyasal olarak hidrofilik bileşiklerle modifiye edilmesidir. Polietilen glikol gibi hidrofilik türlerin substrat üzerine silan gibi bir bağlayıcı ajan kullanılarak bağlanmasının gerçekleştirilmesidir. Bu metotla substrat yüzeyinde iyi bir hidrofilik karakter sağlanırken hem de film substrat yüzeyine iyi tutunur

ancak yüzey kullanılan hidrofilik ajan nedeniyle çok yumuşak hale geldiği için elde edilen kaplamalar düşük sertlik değerlerine sahiptirler. Bu nedenle küçük mekanik darbelerde bile yüzeyde görünür çizilmelere yol açabilir (Howarter ve Youngblood 2007, Yan vd 2015)

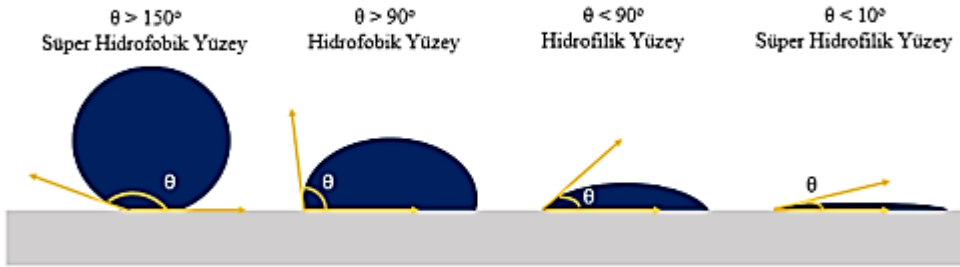
Üçüncü yöntem ise hidrofilik komponentlerin kaplama formülasyonunun içerisinde eklenerek ışınlama veya termal yöntemlerle sertleştirilmesinden oluşmaktadır. Süperhidrofilik yüzey özellikleri sağlamada hidroksil (OH) veya karboksil (COOH, COOR) hidrofilik grupları ihtiva eden polimerler veya monomerlerin bir çapraz bağlayıcı varlığında kullanılarak elde edilen ince film kaplamalar son 30 yıldır yaygın kullanılmaktadır (Hosono vd 1991, Haga vd 1999, Murata vd 2004). Bu tür kaplamalar yüksek hidrofillik derecesine sahip olduğu için suda iyi çözünmektedirler bu da bu tür kaplamaların en büyük dezavantajını oluşturmaktadır. Bu dezavantaja çözüm olarak birden fazla katmandan (multilayer) oluşan kaplama sistemleri geliştirilmiştir (Cebeci vd 2006, Zhang vd 2008, Nuraje vd 2011). Fakat çok katmanlı filmler iş gücü, zaman kaybı ve enerji kullanımı gibi faktörler göz önüne alındığında endüstriyel uygulamalar için ekonomik bir yöntem değildir.

Literatürde çok sayıda çalışma yapılmış olmasına rağmen uzun süreli kullanımlarda dayanımı olan, kaplandığı substrat yüzeyine çok iyi şekilde tutunabilen ve çeşitli temizleme prosedürlerine ve temizlik maddelerine karşı dayanıma sahip endüstriyel uygulamalar için kullanılacak ideal bir kaplama bileşimine rastlanmamıştır. Yapılan çalışma ile bu dezavantajları ortadan kaldıran tek katmanlı, şeffaf ve buğu oluşumunu engelleyen ayrıca anti-bakteriyel özelliğe sahip yüzeylerin oluşturulması hedeflenmektedir.

2. KURAMSAL BİLGİLER ve KAYNAK TARAMALARI

2.1. Hidrofili

Hidrofili (hydrophile), Yunancada su (hydros) ve arkadaşlık (philia) kelimelerinin birleşmesiyle oluşan ve malzemelerin hidrojen bağı kurarak suya bağlanabilme kabiliyetlerini tanımlamak amacıyla kullanılan bir terimdir (Drelich vd 2011). Genellikle bu kabiliyet malzemelerin suya karşı yaptıkları temas açısı (TA) değeri ile tarif edilmektedir. Hidrofilik yüzeylerin TA değerleri 90° 'den küçüktür. Eğer TA değeri 90° 'den büyükse yüzeyler hidrofobik yüzey olarak tanımlanırlar. TA değeri 10° 'den küçük olan yüzeyler süperhidrofilik ve 150° 'den büyük olan yüzeyler ise süperhidrofobik yüzey olarak isimlendirilmektedir (Patel vd 2010).



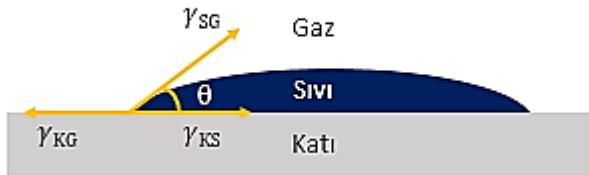
Şekil 2.1. Farklı yüzeylerin suya karşı temas açısı değerleri

2.1.1. Temas açısı ve ıslanabilirlik

Temas açısı, sıvı ile yüzey arasındaki taban çizgisinin damlanın dış hattının üç faz noktasına olan teğeti arasındaki açıdır (Şekil 2.2). Temas açısı, üç faz arasındaki serbest ara yüzey enerjisini içeren Young eşitliği ile ifade edilmektedir.

Young eşitliği;

$$\gamma_{SG} \cos \theta = \gamma_{KG} - \gamma_{KS}$$



Şekil 2.2. Temas açısı ve yüzey enerjisi bileşenleri

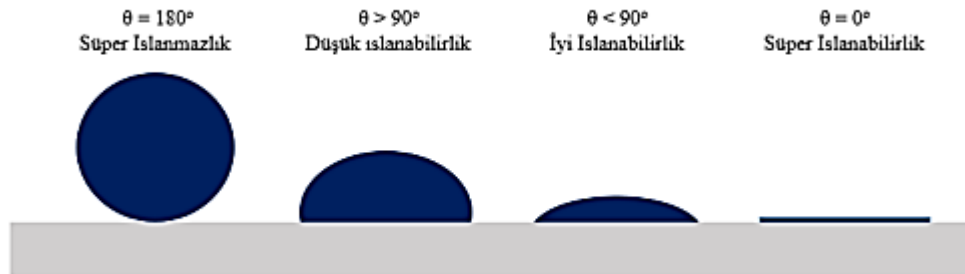
Burada θ , katı ile sıvı arasındaki temas açısı ($^\circ$), γ_{KG} katı-gaz ara yüzey gerilimi, γ_{KS} katı-sıvı ara yüzey gerilimi ve γ_{SG} sıvı-gaz ara yüzey gerilimini temsil etmektedir (Yuan ve Lee 2013).

Yüzeyin sıvı ile yaptığı temas açısı optik goniometre kullanılarak kolaylıkla belirlenebilir. Sıvı katı yüzeyine damlatıldığında, katı yüzeyinde oluşan damlanın profili optik sistem ile manuel ya da kamera vasıtasıyla tespit edilerek temas açısı değeri belirlenir.

Temas açısı ayrıca bir katı yüzeyinin bir sıvı tarafından ıslanılabilirliğinin bir ölçüsüdür. Islanabilirlik, bir sıvının katı yüzeyine temas ettiğinde yüzeyin sıvıyı absorbe edebilme yeteneği olarak tanımlanmaktadır. Islanılabilirlik derecesini adhezif ve kohezif kuvvetler arasındaki denge belirler. Üç sınır faz arasındaki etkileşim damlanın şeklini ve yüzeyin ıslanılabilirliğini tayin eder. Katı yüzeyine bir damla sıvı bırakıldığı zaman, damla ya yüzeyde aynen kalır ya da kısmen veya tamamen dağılma eğilimi gösterir. Burada sıvı ve katı arasındaki adhezif kuvvet sıvının yüzeyde yayılmasına sebep olurken sıvı içerisindeki kohezif kuvvet sıvının yüzeye temasını engelleyerek bir top şeklinde yüzeyde kalmasına neden olur. Temas açısının 90° 'den küçük olması yüzeyin iyi ıslanabilir olduğunu göstermektedir. Islanabilirlik iyi ise sıvı damlası metaryal yüzeyine yayılarak yüzeyde ince bir film tabakası oluşturur. Temas açısının 90° 'den büyük olduğu durumda ise yüzey düşük ıslanabilir özelliğe sahip olmaktadır. Bu durumda sıvı damlası, metaryal yüzeyine minimum temas etme eğiliminde olup yüzeyde yoğun sıvı damlaları halinde kalmaktadır (Sharfrin ve Zisman 1960). Çeşitli temas açılarındaki katı/sıvı ve sıvı/sıvı etkileşimleri Çizelge 2.1'de görülmektedir (Eustathopoulos vd 1999).

Çizelge 2.1. Temas açısı ve ıslanabilirlik ilişkisi

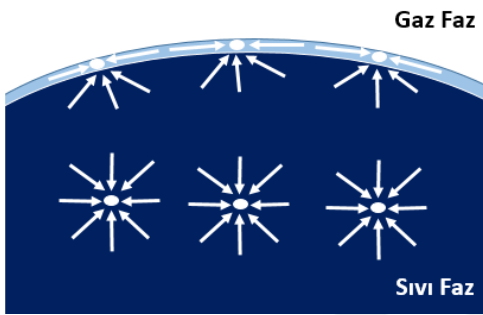
Temas Açısı	Islanabilirlik	Katı-Sıvı Etkileşimi	Sıvı-Sıvı Etkileşimi
$\theta = 0^\circ$	Süper Islanabilirlik	Güçlü	Zayıf
$0^\circ < \theta < 90^\circ$	İyi Islanabilirlik	Güçlü	Güçlü
		Zayıf	Zayıf
$90^\circ \leq \theta \leq 180^\circ$	Düşük Islanabilirlik	Zayıf	Güçlü
$\theta = 180^\circ$	Süper Islanmazlık	Zayıf	Güçlü



Şekil 2.3. Temas açısı ve ıslanabilirlik ilişkisi

2.1.2. Yüzey Gerilimi

Yüzey gerilimi sıvı ve buhar arasındaki sınırdaki sınırdaki bulunan yüzey enerjisidir. Sıvı molekülleri arasındaki etkileşimden ve çeşitli moleküller arası kuvvetlerden kaynaklanır. Sıvının içinde her molekül komşu moleküller tarafından her yönde eşit şekilde çekilir ve net kuvvet sıfır olur. Böylece iç kısımdaki bir moleküle tesir eden bütün kuvvetler dengede olur ve moleküller arası mesafe sabit kalır. Ancak bu durum maddenin yüzeyinde farklılık gösterir. Sıvı yüzeyinde hava molekülleri tarafından su moleküllerine uygulanan çekme kuvveti su molekülleri tarafından uygulanan kuvveti dengeleyemeyecek kadar küçük olduğundan yüzeyde net bir kuvvet oluşur. Bu dengelenmemiş kuvvetlerden doğan enerji fazlalığı, sıvı yüzeyinin gözle görülmeyen bir membranla (zarla) kaplıymış gibi davranmasına sebep olur. Bu durum yüzey gerilmesi olarak adlandırılır (Gönül 2000).



Şekil 2.4. Sıvı içindeki ve yüzeydeki moleküllerin birbiri ile olan etkileşimi

Bir sıvının yüzeyinde yüzey gerilimi, gerilmiş elastik bir zar gibi davranma eğilimindedir. Doğal olarak sıvılar termodinamik açıdan kendi yüzeyinin potansiyel enerjisini minimuma indirmeye yani yüzey alanlarını minimize etme eğilimindedir. Bu sebepten sıvı damlaları yüzey geriliminin etkisiyle verilen bir hacim için en küçük yüzey alanına sahip olan kürenin şeklini alırlar.

Kuvvet olarak tanımlamak gerekirse yüzey gerilimi, yüzeyin 1 cm² artırılması için birim uzunluğa uygulanan kuvvettir. Bu kuvvet " γ " ile gösterilir. Birimi dyn/cm'dir.

$$\gamma = f/2L \quad f : \text{Kuvvet} \quad L : \text{Uzunluk}$$

Yüzey serbest enerjisi olarak tanımlanırsa yüzey gerilim; birim yüzey alanı artışına düşen yüzey serbest enerjisi değişmesidir (Gönül 2000).

$$\gamma = \Delta W/\Delta A \quad \Delta W : \text{Yüzey serbest enerji değişmesi} \quad \Delta A : \text{Alan artışı}$$

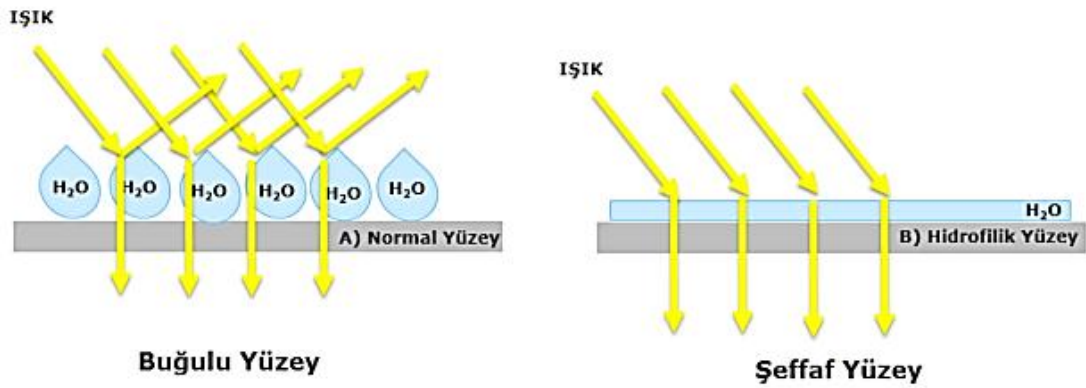
2.1.3 Hidrofilik ve süperhidrofilik yüzeyler

Suyu seven yüzeyler sınıfında yer alan hidrofilik ve süperhidrofilik yüzeyler elektriksel olarak yüklü, yüksek enerjili materyallerdir. Yapılarındaki polar gruplar sayesinde su molekülleri ile kolay hidrojen bağı kurabilme yeteneğine sahiptirler. Bu özellikleri sayesinde yüzeylere; buğu göstermeme, kendi kendini temizleyebilme, sürtünme kuvvetini azaltma, pıhtı oluşturmama, canlı organizmaların yaşamını engelleme gibi fonksiyonel özellikler kazandırılırlar (Dee vd 2002, Patel vd 2010, Drelich vd 2011,

TOTO 2016). Yaygın olarak kullanılan ev eşyaları (pencere camları, banyo aynaları vb.), biyomedikal cihazlar (kateterler, klavuz teller, endoskopi, stent, kontak lens, dikiş iplikleri vb.) denizcilik ekipmanları (gemilerin su ile temas ettikleri bölgeler vb.) gibi nesnelerin yüzeylerine fonksiyonel özellik kazandırmak amacıyla uygulanan hidrofilik veya süperhidrofilik filmler uzun yıllardır kullanılmaktadır.

Ortamdaki su buharının nesnelerin yüzeyine yoğunlaşması sonucu oluşan su damlacıkları gelen ışığın saçılmasına yol açarak yüzeylerin buğu (sisli) gözükmesine sebep olmaktadır. Bu durum günlük yaşantımızda kullandığımız banyo aynaları, pencere camları, araba camları ve farlarının iç yüzeyleri, kamera lensleri, gözlük camları, gaz maskeleri, buzdolabı kabinleri, yiyecek paketleri (streç film vb.) gibi nesnelerin transparan özelliğini bloke ederek optik berraklıklarının geçici süreyle kaybolmasına neden olmaktadır. Bu durum nesnelerin kullanımını zorlaştırırken aynı zamanda estetik açıdan hoş bir görüntü oluşturmaz (Drelich vd 2011).

Suya karşı temas açısı değeri 40° 'den düşük olan hidrofilik yüzeyler buğu oluşumunu engelleme özelliğine sahiptirler (Yuan vd 2014). Hidrofilik yüzey üzerine yoğunlaşan su damlacıkları hızlıca yüzeyde yayılarak ince bir film tabakası oluşturur. Oluşan şeffaf film tabakası gelen ışığı saçılmaya uğratmaz ve yüzeyden geçmesini sağlar böylece yüzeylerde buğu oluşumu gözlenmez.



Şekil 2.5. Hidrofilik yüzeylerin buğu oluşumunu engelleme mekanizması (A) normal yüzey (B) hidrofilik yüzey



Şekil 2.6. Buğu oluşumunu engelleyen yüzeylerin yaygın kullanım alanları

Şekil 2.6’da görüldüğü gibi pek çok kullanım alanına sahip olan buğu oluşumunu engelleyen yüzeyler geçmişten günümüze farklı yöntemler kullanılarak elde edilebilmektedir.

Plasman ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada gıda paketlerinde kullanılan poliolefin ve PVC filmlerine buğu oluşumunu engelleme özelliği kazandırılmıştır (Plasman vd 2005). Polimerik matriks içerisine çeşitli gliserol esterleri eklenerek hazırlanan filmlerin buğu oluşumunu engellediği gözlenmiştir.

Yan ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada tetraetoksisilan (TEOS) ile cam yüzeylere öncü bir kaplama yapılarak cam yüzeyinde Si-OH grupları oluşumu sağlanmıştır. Foksiyonel hale getirilen yüzeyler 2-[asetoksi (polietilenoksi) propil] trietoksisilan (SIA) ile kaplanarak yüzeylere süperhidrofilik özellik kazandırılmıştır (Yan vd 2015).

Chevallier ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada cam substrat yüzeyi plazma yöntemi kullanılarak birinci katmanı amin gruplarınca zengin hale getirildikten sonra sırasıyla spin kaplama yöntemiyle ikinci katman (poli(etilen-maleik anhidrid) (PEMA) ile ve üçüncü katman poli(vinil alkol) (PVA) ile kaplanmıştır. PVA’nın anhidrit grupları üzerinden matrise kimyasal olarak bağlanması sağlanarak suya karşı dirençli buğu oluşumunu engelleyen kaplamalar elde edilmiştir (Chevallier vd 2011).

Yuan ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 2-hidroksietilmetakrilat (2-HEMA) önce izoforondiizosiyanat (IPDI) ile katalizör varlığında reaksiyona solularak akrilat içeren izosiyanat çapraz bağlayıcı sentezlenmiştir. Sentezlenen bileşiğe izosiyanat gurpları üzerinden bağlanabilecek –OH grupları içeren sülfö metakrilik kopolimerler eklenerek UV ile sertleşebilen hidrofilik kaplamalar elde edilmiştir. Elde edilen

süperhidrofilik kaplamalar PC ve PMMA yüzeyine iyi tutunma sağlarken cam yüzeylerine tutunamadığı gözlenmiştir (Yuan vd 2014).

Chang ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada TEOS kullanılarak asit katalizörlü ortamda silika partikülleri sentezlenmiş ve daha sonra bu partiküllerin yüzeyi metakril fonksiyonel silan kullanılarak modifiye edilmiştir. Bu karışıma çapraz bağlayıcı (dipentaeritol hekzaakrilat) ve fotobaşlatıcı eklenmiş ve poli(metilmetakrilat) (PMMA) substrat yüzeyine spin kaplama yapılarak birinci katman kaplanmış, önce termal olarak ardından da UV ile sertleşmesi sağlanmıştır. Üst katman için önce izoforondiizosiyanat (IPDI), 2-hidroksietilmetakrilat (2-HEMA) ile reaksiyona sokulmuş daha sonra bu karışıma hidrofilik ajan olarak Tween 20 sürfektanı eklenmiş ve yine spin kaplama tekniği kullanılarak ilk katmanın üzerine ikinci katman uygulanmış ve sertleştirilmiştir. Kaplamaların 5H kalem sertliğine sahip oldukları ve 60°'de suda 1 gün bekletildikten sonra bile süperhidrofilik özelliklerini koruyabildikleri tespit edilmiştir (Chang vd 2012).

Tang ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada dimetilamino metakrilat (DMAEMA) ve 1-bromotetradekanın reaksiyonu sonucu elde edilen akrilat fonksiyonel kuarternramonyum bileşiği, hidroksietil akrilat (HEA) ve polietilen glikol akrilat (PEGDA-600) poliüretan akrilat bağlayıcısı varlığında UV sertleşebilen kaplama çözeltisi hazırlanmıştır. Elde edilen çözelti kullanılarak cam yüzeyler spiral kaplama tekniği ile kaplama yapılmış ve UV ile sertleştirilmiştir. 20µm kalınlığa sahip kaplamalar buğu oluşumunu engelleme özellikleri yanı sıra yapısında var olan kuarternramonyum grupları sebebiyle *S. aureus* *E. coli* bakterilerine karşı, bakteri popülasyonunda %99,9 azalma (log3) etkinliğine sahip olduğu gözlenmiştir (Tang vd 2014).

2.2. Anti-Bakteriyel Yüzeyler

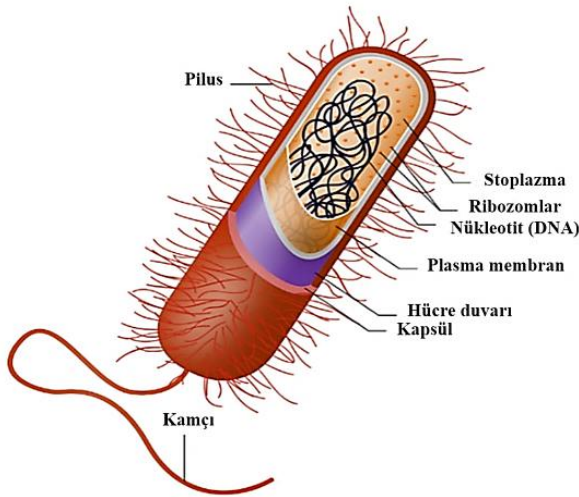
Göz ile görülmemelerine rağmen mikroorganizmalar ölüm ile sonuçlanabilen birçok hastalığa neden olmaktadır. Mikroorganizmaların olmadığı yer ve yüzey mevcut değildir. İnsanların %10'u hastanede geçirdikleri süre zarfında enfeksiyon kaparak hastalanmaktadır. Enfeksiyon kapma riski 21. yüzyılın en önemli problemlerinden biridir. Bu durum anti-bakteriyel özellik gösteren materyellerin önemini ortaya koymaktadır. Anti-bakteriyel özellik taşıyan malzemeler biyomedikal, tekstil, gıda, temizlik gibi pek çok sektörde enfeksiyon riskini minimuma indirdiklerinden dolayı yaygın olarak tercih edilmektedir. Özellikle hastane, ev, işyeri, toplu taşıma araçları gibi mikroorganizmaların varlığının yaygın olduğu ortamlarda materyallerin yüzeylerine antibakteriyel özellik gösteren kaplamaların uygulanması günden güne yaygınlaşmaktadır (Masaadeh ve Jaran 2009, Cloutier vd 2015).

Anti-bakteriyel yüzeyler genel olarak bir anti-bakteriyel aktif maddenin kaplama matrisine katılmasıyla elde edilmektedir. Aktif madde kaplamadan zamanla belli bir hızda salınarak yüzeye çıkmakta ve oradaki mikroorganizmalar ile etkileşerek etkisini göstermektedir. Kaplama teknolojisinde yaygın olarak 2,2,4-dikloro-2-hidroksidifenil eter (triklosan), klorhekzidin, benzalkonyum klorür, heksaklorofen, propamidin, 4-kloro-3,5-dimetilfenol, 3-(trimetoksil)propil dimetil oktadesil amonyum klorür, polihegzameten, gümüş, bakır gibi organik ve inorganik anti-bakteriyel ajanlar kullanılmaktadır (Nichols 2004).

2.2.1. Bakterilerin yapısı

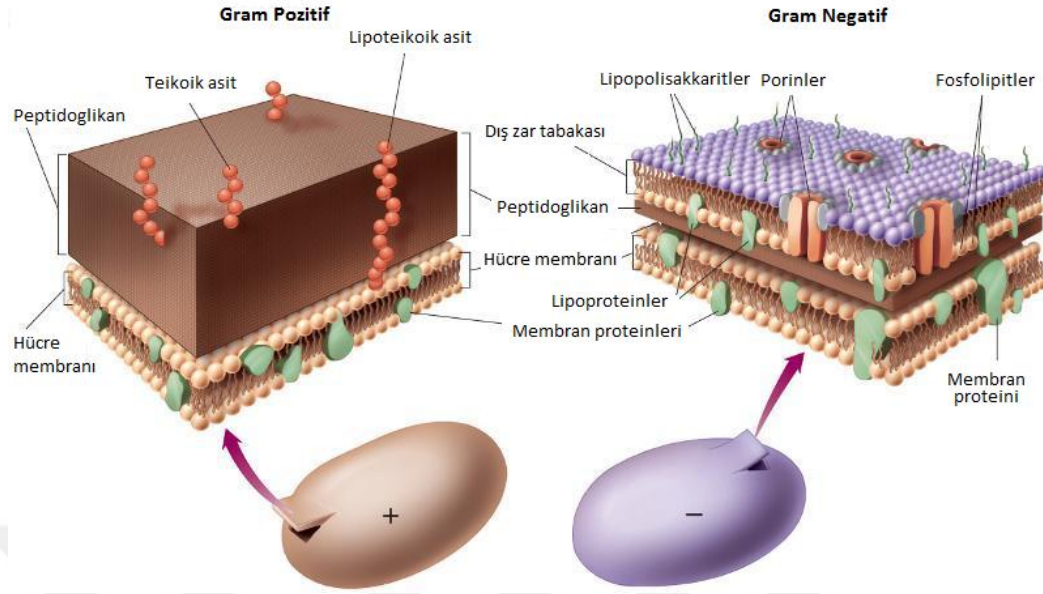
Bakteriler şekil ve boyutları bakımından büyük bir çeşitlilik göstermektedirler. Günümüzde 5000 farklı tür bakteri tanımlanabilmiştir. Bakteriler genellikle 0,5-5µm uzunluğunda olan, tek hücreli prokaryot mikroorganizmalardır. Bakteriler morfolojik olarak kokus (küresel), basil (küresel), vibrio, spiral gibi yapısal şekillere sahip olmalarına rağmen yaygın olarak gözlemlenen çoğu bakteri türü küresel ya da çubuk şeklindedir. Hücre şekillerindeki bu büyük çeşitlilik bakterinin gıda edinmesi, yüzeylere bağlanması, sıvı içinde yüzmesi ya da doğal avcılarından kaçmasına olanak sağlaması gibi pozitif etki sağlamaktadır (Raven vd 2004).

Bakteriler prokaryot hücre yapısında olduklarından dolayı, ökaryot hücrelerde bulunan zarla çevrili bir hücre çekirdeği, mitokondri, kloroplast, golgi aygıtı, endoplazmik retikulum gibi diğer organellere sahip değildirler. Bakterilerin hücresel yapıları, stoplazma, stoplazmik membran, hücre duvarı, nükleotit (DNA), ribozomlar, plazmidler ayrıca bazı bakterilerde bulunan kapsül, kamçı, pilus, spor gibi özel yapılardan oluşmaktadır (Lodish vd 2008). Şekil 2.6'da bakteri hücre yapısı şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Bakteri Hücre Yapısı (Raven vd 2004)

Bakteri yapısında var olan hücre duvarı çoğu bakterinin yaşamını sürdürebilmesi için en önemli yapılardan biridir. Hücre duvarı dayanıklılık, yapısal bütünlük ve koruyucu özellik sağlar. Bakteriler hücre duvarı yapılarına göre gram pozitif ve gram negatif olmak üzere iki alt sınıfta incelenirler. Hücre duvarı yapısı, Gram negatif ve Gram pozitif bakteriler arasında da önemli farklılıklara sahiptir. Gram negatif bakterilerin hücre duvarında, peptidoglikan tabakasını kuşatan "dış membran" tabakası mevcut iken Gram pozitiflerde bu tabaka bulunmaz. Gram pozitif bir bakterinin hücre duvarı, kalın bir peptidoglikan tabakası ve sitoplazmik membrandan oluşur. Gram negatif bir bakterinin hücre duvarı ise sitoplazmik membran, ince peptidoglikan tabakası ve dış membrandan oluşmaktadır (Beveridge ve Graham 1991). Gram negatif bakterilerin hücre duvarı Gram pozitiflere göre daha komplekstir. Şekil 2.7'de Gram pozitif ve gram negatif bakterilerin hücre duvarları şematik olarak gösterilmiştir.

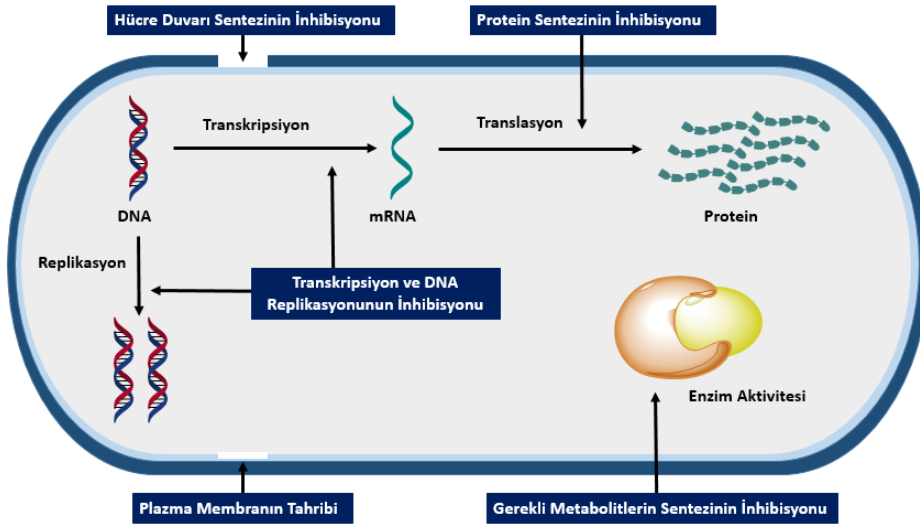


Şekil 2.8. Gram pozitif ve gram negatif bakterilerin hücre duvarları şematik gösterimi (Aryal 2016)

2.2.2. Anti-bakteriyel etki mekanizması

Mikroorganizmaların hayatta kalabilmesi ve gelişimlerini sürdürebilmesi, hücreyi oluşturan tüm etenlerin uyum içinde aktivite göstermesi yani hüresel fonksiyonların devam etmesine bağlı bir olgudur. Kullanılan anti-bakteriyel ajanların bakteriler üzerindeki etki mekanizması genellikle aynı olup, etki mekanizması bakteriyostatik ve bakterisidal etki olarak iki grupta yer alır. Bakteriyostatik etki bakterilerin gelişmesinin inhibe edilmesi böylece bakteri üremesinin durdurulmasıdır. Bakterisid etki ise bakterilerin direkt olarak öldürülerek yok edilmesidir.

Kullanılan tüm anti-bakteriyel ajanlar ilk olarak etkileşimde buldukları hücre duvarını tahrip ederek yapısını bozar. Bu durum hücre membranını geçirgenliğini etkiler. Ayrıca bu ajanlar hücrelerin hayatta kalabilmesi için gerekli olan proteinlerin denaturasyonunu gerçekleştirerek enzim aktivitesini inhibe ederler. Böylece DNA ve RNA için gerekli olan nükleik asit sentezi, hücre duvarı için gerekli olan lipit sentezi gibi hücre için önemli hayatsal fonksiyonların inhibasyonunu gerçekleştirirler. Hüresel aktivitenin sonlanması dolayısıyla hücre bütünlüğünün bozulması, hücre gelişimini durdurarak hüresel aktivitenin sonlanması ile sonuçlanır (Yuan ve Cranston 2008). Genel olarak antimikrobiyal etki mekanizması Şekil 2.8’de şematize edilmiştir.



Şekil 2.9. Anti-bakteriyel etki mekanizmaları

Çeşitli anti-bakteriyel bileşikler ve etki mekanizmaları Çizelge 2.2’de özetlenmiştir.

Çizelge 2.2. Yaygın olarak kullanılan anti-bakteriyel ajanların etki mekanizmaları (Mcdonnell ve Russell 1999)

Anti-bakteriyel Ajan	Hedef	Etki Mekanizması
Gluteraldehit	Hücre duvarı	Proteinlerin çapraz bağlanması gerçekleştirir
Kuarterner amonyum bileşikleri	Sitoplazmik iç membran	Fosfolipit tabakası içeren membran hasarına yol açar
Klorhegzidin	Sitoplazmik iç membran	Düşük konsantrasyonlarda membran hasarına yol açarak geçirgenliğini etkiler, yüksek konsantrasyonda stoplazmayı katılaştırır
Formaldehit	Makromoleküllerin çapraz bağlanması	DNA ve RNA proteinlerinin çapraz bağlanması gerçekleştirir
Gümüş bileşikleri	Tiol grupları ile etkileşim	Membrana bağlı enzimlerin tiyol grupları ile tekileşime girer
Halojenler	DNA üzerine etki	DNA sentezinin inhibisyonunu gerçekleştirir

Çizelge 2.2'nin devamı

Hidrojenperoksit, gümüş iyonları	DNA üzerine etki	DNA zincirinin kırılması sağlar
Akridin	DNA üzerine etki	DNA ile etkileşim
Peroksitler, Halojenler	Oksitleyici ajanlar	Enzim ve proteinlerin tiyol gruplarının oksidasyonu gerçekleştirirler

2.3. Sol-Jel Prosesi

Yumuşak kimya “chimie douce” olarak da adlandırılan sol- jel prosesi, sıvı formdaki çıkış maddelerinden yola çıkılarak çeşitli fonksiyonel özelliklere sahip cam, seramik ve kompozit malzemelerin üretilmesi yöntemidir. Bu proses sayesinde, çözelti ortamında kimyasal tepkime yoluyla istenilen fonksiyonel özelliklere (sertlik, optik transparanlık, gözeneklilik, kimyasal dayanıklılık vb.) sahip homojen anorganik ya da hibrit yapılar, yüksek sıcaklıklara ihtiyaç duyulmadan düşük sıcaklıklarda kolaylıkla sentezlenebilmektedir (Chinnam vd 2015).

1846 yılında Ebelman'ın çalışmaları ile SiCl_4 ve alkolün kimyasal reaksiyonu sonucu, ilk olarak metal alkoksit sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen metal alkoksitin atmosferdeki nem ile hidrolizi sonucu jelle dönüşümünün gözlenmesi sol-jel yönteminin başlangıcını oluşturmaktadır (Brinker 1990). 1930'larda Geffcken oksit filmlerin hazırlanmasında bu metal alkoksitleri kullanmıştır (Geffcken ve Berger 1930). 1970'lere geldiğinde monolitik inorganik jellerin, yüksek sıcaklıkta erime yöntemi kullanılmadan, düşük sıcaklıklarda oluşturulması ve camlara dönüştürülmesi sol-jel prosesine olan ilgiyi yeniden gündeme getirmiştir (Brinker 1990). Metal tuzlarından yola çıkılarak elde edilen inorganik jeller üzerine uzun yıllar çalışmalar yapılmıştır. Elde edilen başarılı sonuçlar bu prosesin popülaritesini büyük ölçüde arttırmıştır.

Bu proses ile çeşitli şekil ve boyutlara sahip, yüksek saflıktaki, homojen materyallerin düşük sıcaklıklarda elde edilebilmesi mümkündür. Bu sayede çeşitli katalizörler, kimyasal sensörler, membranlar, fiberler, optik sensörler, medikal uygulamalar, fonksiyonel filmler, fotokromik uygulamalar gibi pek çok alanda kullanılacak olan yeni materyallerin üretilebilmesi yöntemin bilimsel ve mühendislik alanlarındaki yaygın uygulamalarda tercih edilmesine olanak sağlamaktadır.

Sol-jel ifadesi, sıvı fazda çıkış maddelerinin (tetraetoksisilan, tetrametoksisilan vb.) bir seri hidroliz ve polikondenzasyon tepkimeleriyle oksit ağının oluşmasıdır. Başka bir ifadeyle kolloidal süspansiyonların jelleştirilmesi ile katı fazın oluşması anlamına gelmektedir. Kolloid; yerçekimi kuvvetlerinin ihmal edilebilir olduğu ve kısa mesafeli kuvvetlerin (zayıf van der Waals çekimi vb.) etkisi altında olan çapı 1-1000nm aralığındaki katı partiküllerin dispersiyeye fazı içeren süspansiyonlardır. Burada bir çözgen

içerisindeki kollodial partiküllerin kararlı dispersiyonuna “sol”, sıvı fazı saran (hapseden) üç boyutlu sürekli ağ yapısına ise “jel” denir (Brinker 1990).

Sol-Jel çalışmalarında yaygın olarak kullanılan başlangıç maddeleri metal alkoksitlerdir. Metal alkoksitler $M(OR)_n$ genel formülüyle ifade edilirler. (M: Metal, n: Değerlik, R: Alkil C_xH_{2x-1}) Metal alkoksitler içerdikleri yüksek elektronegatif OR grubu nedeniyle reaksiyonlara aktif olarak katılırlar. Bu nedenle metal alkoksitler genel olarak nem, ısı ya da ışık varlığında oldukça kolay reaksiyon verebilirler (Pierre 1998).

2.3.1. Sol-jel reaksiyon basamakları

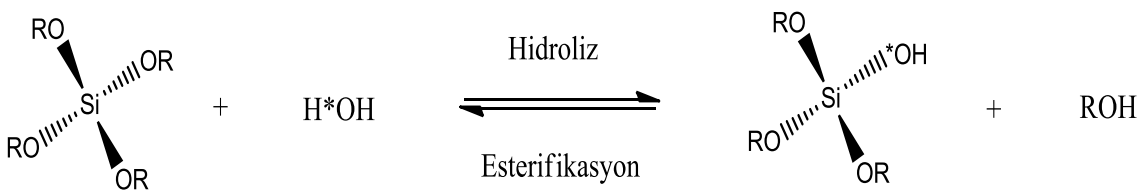
Sol- jel prosesi, hidroliz ve polikondenzasyon tepkimeleri ile sıvı bir “sol” fazın, katı bir “jel” fazına dönüşümünü kapsamaktadır. Bu yöntem genel olarak aşağıdaki basamaklardan oluşur;

- 1.İstenilen fonksiyonel özellikleri sağlayabilecek uygun başlangıç maddelerinin, uygun çözen içerisindeki homojen karışımının hazırlanması.
- 2.Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri sonucu oluşan solün bir jele dönüştürülmesi.
- 3.Elde edilen jelin istenilen malzemeye göre uygun işlemlere (yaşlandırma, kurutma, sintelleme vb.) tabi tutulması.

2.3.1.1. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları

Sol-Jel yönteminde solün hazırlanması hidroliz ve kondenzasyon olmak üzere iki temel reaksiyon üzerinden gerçekleşir.

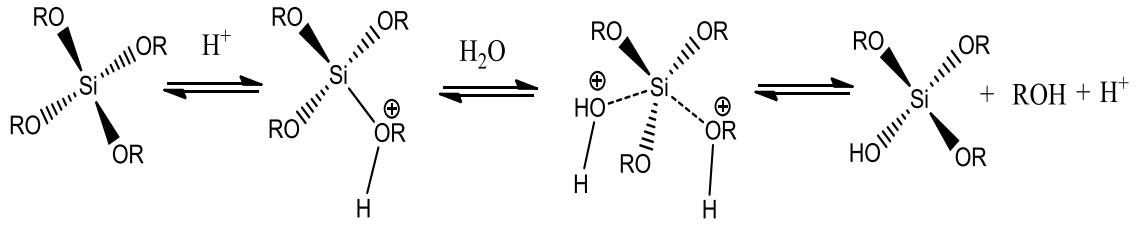
Hidroliz reaksiyonu; sudaki oksijenin silisyum atomuna nükleofilik saldırması ile SN_2 reaksiyon mekanizması üzerinden gerçekleşir. Reaksiyon alkoksil gruplarının (OR) hidroksil gruplarıyla (OH) yer değiştirmesi ile sonuçlanır. Bu tepkimenin tersi esterifikasyon reaksiyonudur.



Şekil 2.10. Metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu

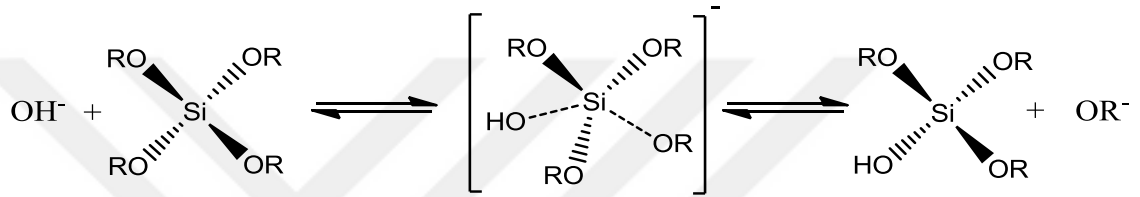
Tetraalkoksisilan ve organoalkoksisilanların hidroliz reaksiyonu asit (H^+) ya da baz (OH^-) katalizör varlığında hızlanır. Yaygın olarak kullanılan katalizörler inorganik asitler (HNO_3 ve HCl) ve amonyaktır (NH_3) (Vorankov vd 1978) . Asitler eşdeğer konsantrasyondaki bazlara göre daha etkindir.

Asit varlığında alkoksi grupları hızlıca protonlanır. Protonlanmış alkoksi grubu silisyum merkez atomunun elektron yoğunluğunu düşüreceğinden merkez atomun elektrofilik karakteri artar. Bu sebeple su molekülündeki oksijen atomunun merkez atomuna nükleofilik saldırısı kolaylaşır (Stober ve Fink 1968).



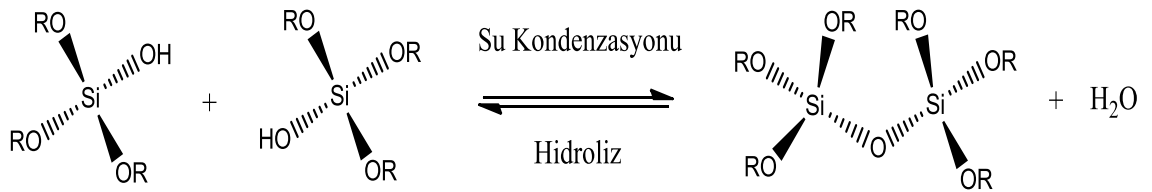
Şekil 2.11. Asit katalizörü varlığında metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu

Bazık koşullarda ise su moleküllerinin ayrışması sonucu hidroksil anyonları oluşur. Oluşan hidroksil anyonları silisyum merkez atomuna nükleofilik olarak saldırarak alkoksi gruplarının ayrılması sağlanır (Sakka ve Kamiya 1982).

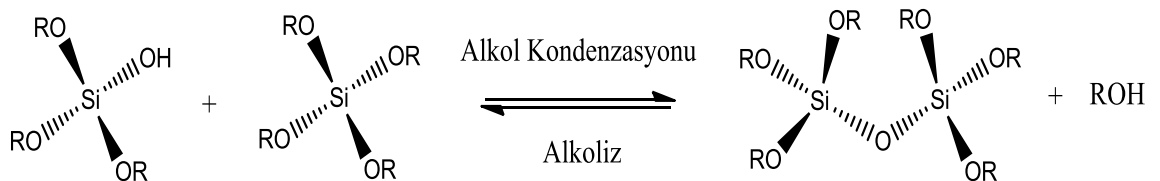


Şekil 2.12. Baz katalizörü varlığında metal alkoksitin su ile hidroliz reaksiyonu

Kondenzasyon reaksiyonu; silan gruplarının polimerleşmesi ile siloksan (Si-O-Si) bağlarının oluşması olarak tanımlanabilir. Burada kondenzasyon reaksiyonu su ve alkol kondenzasyonu olarak iki yol ile gerçekleşebilir. Su oluşumu ile gerçekleşen ileri tepkime ve bu tepkimenin tersi olan hidroliz tepkimesi su kondenzasyonu, alkol oluşumu ile gerçekleşen ileri tepkime ve bu tepkimenin tersi olan alkoliz tepkimesi alkol kondenzasyonu olarak adlandırılır. Çoğu durumlarda, kondenzasyon reaksiyonu hidroliz tepkimesi tamamlanmadan başlamaktadır (Brinker 1990).



Şekil 2.13. Su kondenzasyonu reaksiyonu



Şekil 2.14. Alkol kondenzasyonu reaksiyonu

Kullanılacak alanda istenilen özelliklere sahip malzemelerin oluşturulması, elde edilen solün farklı proseslerden geçirilmesi ile mümkündür.

2.3.1.2. Jelleşme

Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda sıvı fazı saran üç boyutlu ağ yapısının büyüyerek gelişmesi jeli meydana getiri. Jelleşme partiküllerin topaklaşması ya da polimerlerin kondenzasyonu ile kümelerin büyümesi, sonrasında ise tek bir büyük kümeyi meydana getirmek için kümeler arasında bağların oluşumu olarak ta açıklanabilir. Oluşacak olan son ürünün şekli ve boyutu jelleşme esnasında belirlendiği için bu aşamanın kontrol edilebilmesi çok önemlidir. Jelleşme, hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının gerçekleşmesiyle meydana geldiğinden dolayı bu reaksiyonları etkileyen her parametreden doğrudan etkilenir (Dilsiz ve Akovalı 2002).

2.3.1.3. Yaşlandırma

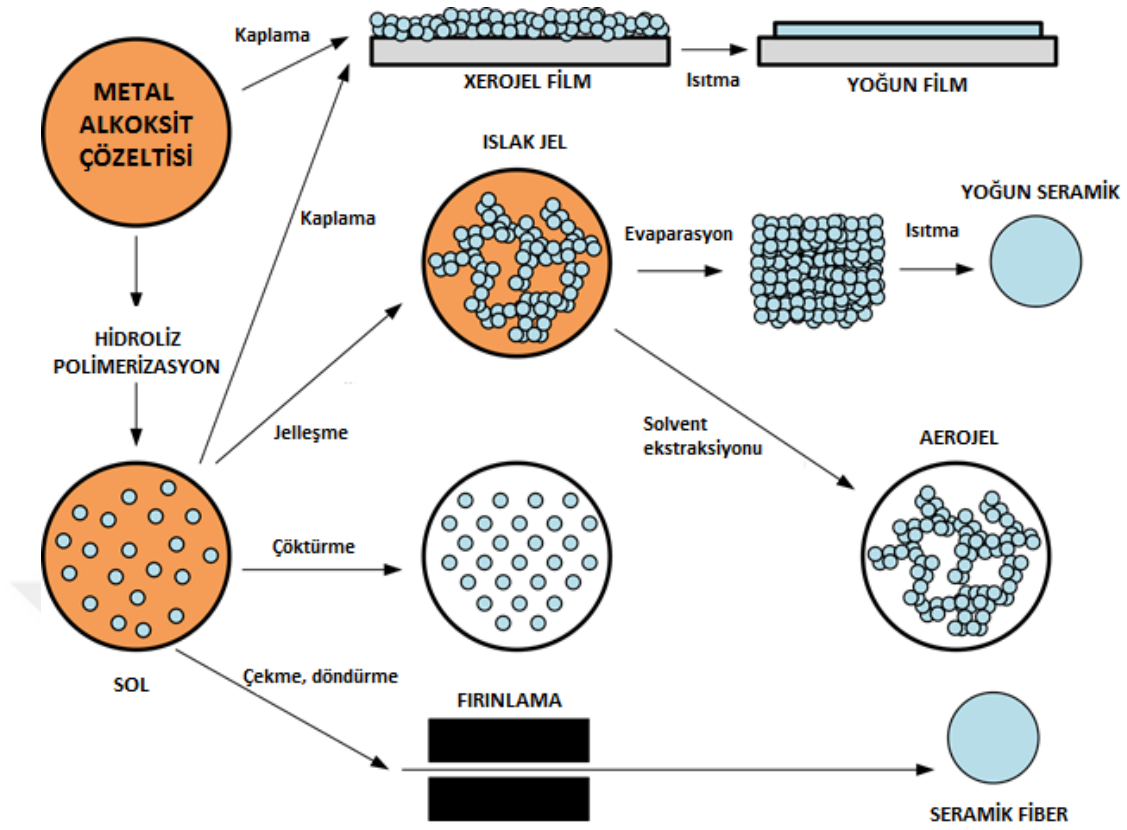
Islak bir jelin belirli bir süre saklanıp içinde bulunan kimyasalların gerçekleştirdiği reaksiyonlarla kararlı yapıya dönüşmesi için beklenen süre yaşlandırma prosesi olarak adlandırılmaktadır (Pierre 1998).

2.3.1.4. Kurutma

Sıvı fazın porlar arasından uzaklaşması işlemidir. Kurutma sol-jel prosesinin kritik aşamalarından biri olup kurutma esnasında ana gövde, buharlaşan sıvı hacmi kadar büzülür. Bu süreç boyunca kapiler stres oluşur. Burada kapiler gerilim 100-200 MPa' a kadar ulaşabilir. Kapiler basınçtan dolayı jelde büzülme (shrinkage) meydana gelir ve gözeneklerin içindeki kapiler basınçtaki değişim, mekaniksel zarara yol açabilir. Bu durum jelin yapısını bozacak şekilde büzülme ve çatlama ile sonuçlanabilir. Küçük gözenek boyutu, çok büyük miktardaki kapiler kuvvette maruz kalacağından dolayı kurutma sırasında çatlama ve kırılmalara sebep olacaktır (Siouffi 2003). Oluşan bu kapiler basıncın, gözenek boyutunun artırılması, yavaş kurutma, çeşitli surfektantların kullanılması ile azaltılabilir. Böylece çatlama ve kırılmaların oluşması engellenebilir. Ayrıca bu deformasyonun engellenmesi için solün katı madde içeriği, film kalınlığı, çözgenin buharlaşma hızı gibi birçok faktör kurutma prosesinde hesaba katılmalıdır (Keshmiri vd 2006).

2.3.1.5. Sinterleme

Sinterleme ara yüzey enerjisi ile yürüyen bir yoğunlaşma prosesi olup katı faz ve sıvı faz sinterlemesi olarak ikiye ayrılır. Katı faz sinterlemesi, katı partiküllere mukavemet ve yüksek yoğunluk kazandırmak amacıyla ergime noktasının altındaki bir sıcaklıkta katı partiküllerin ısı ile işleme tabi tutulmasıdır. Sinterlemenin başlaması noktasal olarak temas halinde bulunan partiküllerin katı-hal bağına dönüşümü ile ilerler. Noktasal temas ile başlayan ve ara parçacık bağının gelişmesi ile devam eden mekanizmayla iki parçacık daha büyük tek bir parçacık oluşturacak şekilde birleşmesi ile sinterleme işlemi tamamlanmış olur. Sıvı faz sinterlemesi ise sinterleme işleminin herhangi bir safhasında oluşan sıvı fazın gözenekleri doldurarak gözenekli yapının ortadan kalkması ve paralelinde yoğun bir yapının oluşması olarak tanımlanabilir.



Şekil 2.15. Sol-jel prosesi son ürün oluşumunun şematik gösterimi (Wikipedia 2013)

2.3.2. Sol-jel yönteminin avantaj ve dezavantajları

Sol-Jel prosesi bir çok avantaja sahiptir;

- Polimerleşebilen organik gruplar içeren çıkış maddeleri kullanılarak organik-inorganik yeni hibrit malzemeler üretilebilir (Schuber vd 1995).
- Sinterleme dışındaki tüm basamaklarda ihtiyaç duyulan sıcaklıklar düşüktür ve çoğunlukla oda sıcaklığına yakındır. Böylece malzemenin termal bozunma riski minimize edilmiş olur. Yüksek saflık ve stokiometri elde edilebilir (Kumar vd 2015).
- Çıkış maddeleri (metal alkoksitler, metal alkil/alkoksit karışımları) uçucu olduğundan yüksek derecede saflaştırılabilirler (destilasyon ya da süblimleşme). Bu da yüksek saflıkta ürün elde edilmesine olanak sağlar (Brinker 1990).
- Çok gözenekli malzemeler ve nanokristaller kolayca hazırlanabilir. Ayrıca yaşlandırma ve kurutma koşullarının kontrol edilebilir olması nedeniyle gözenek boyutu ve mekanik mukavemetin ayarlanabilmesine olanak tanır (Mackenzie 1988).

- Çıkış maddelerinin kimyasal yöntemlerle modifikasyonu ile malzemelerin özellikleri istenildiği gibi ayarlanabilir (Brinker 1990).
- Farklı metaller içeren organometalik ön başlangıç malzemeleri çoğunlukla birbiriyle karıştırılabildiğinden dolayı homojen katkılama kolayca yapılabilir (Brinker 1990).
- Ön başlangıç maddesinin uygun kimyasal modifikasyonu ile hidroliz ve yoğunlaşmanın hızı, kolloidal partikül boyutu ve gözenek boyutu ve son ürünün gözeneklilik ve gözenek yüzey kimyası kontrol edilebilir (Mackenzie 1988).
- Prosesin kimyasal şartları ılımlıdır. Enzim içeren biyolojik türler ve çoğu hücreler fonksiyonlarını sürdürebiliyor durumda oksit ağı içerisine hapsedilebilirler (Brinker 1990).
- Sıvı ön başlangıç maddeleri kullanıldığından özel bir, işleme veya eritmeye ihtiyaç olmaksızın, seramik malzemeleri çeşitli kompleks şekillerde elde etmek ve fiberler ya da ince filmler üretmek mümkündür (Sanchez ve Ribot 1994).

Tüm bu avantajlara rağmen sol-jel yöntemi bazı dezavantajlara da sahiptir (Brinker 1990);

- Çıkış maddeleri pahalı ve neme duyarlı olması
- Proses süresinin bazen uzun zaman gerektirmesi
- Yoğunlaşma ve kuruma sırasında büzülme ve çatlama meydana gelebilmesi
- Zamanla viskozitenin değişmesi
- Oluşan malzeme de kalan, istenmeyen hidroksil grupları ve organik madde kalıntılarının zor uzaklaştırılması
- Sol-Jel prosesinin her bir adımı son ürün üzerinde önemli etkilere sahiptir. Bu sebeple çok yakın deneysel koşullar kullanılmasına rağmen oldukça farklı karakteristikte son ürünlerin elde edilmesi.

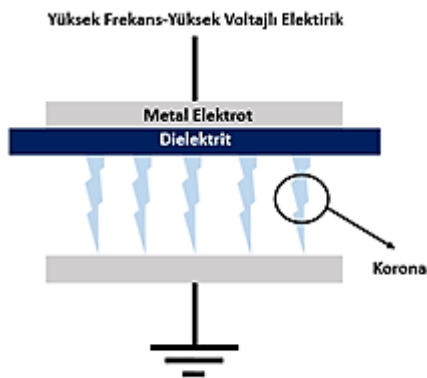
2.4. Kaplama Öncesi Uygulanan Yüzey İyileştirilmesi İşlemleri

İstenilen fonksiyonel özelliklere sahip bir kaplamanın fonksiyonel özelliklerini kaybetmeden uzun süreli kullanılabilmesi için yüzeye çok iyi tutunması gerekmektedir. Tutunmaya etki eden iki önemli faktör mevcuttur. Birisi yüzey temizliğidir. Kaplamanın yüzeye çok iyi bir şekilde tutunması için öncelikle yüzeyin yağ, toz vb. gibi kirliliklerden arındırılmış olması gerekmektedir. Bir kaplama ne kadar çok iyi özelliklere sahip olsa da kaplanacağı yüzey temiz olmadıkça ideal tutunma sağlanamaz. İkincisi ise substrat yüzeyinin kaplama bileşiminde bulunan gruplarca bağlanabileceği polar gruplar içermesidir.

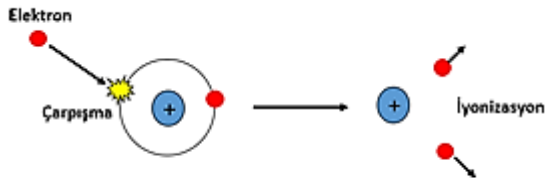
Camın doğal yapısı gereği yüzeyinde bulunan -OH fonksiyonel grupları, uygulanacak olan kaplama bileşimindeki -OH grupları ile kondenzasyon reaksiyonu gerçekleştirerek kaplamaların yüzeye yüksek performansta tutunmasını sağlar. Cam yüzeylerinde bulunan fonksiyonel -OH grupları, kaplama filmlerinin cam yüzeylere daha iyi bağlanmasına olanak sağlarken plastik yüzeylerde genel olarak bu fonksiyonel grupların olmaması sebebiyle bağlanma da daha zayıf gerçekleşir. Bazı durumlarda cam yüzeyindeki -OH gruplarının sayısı uygulanan kaplamanın tutunmasında yetersiz kalabilir. Yüzeyindeki -OH gruplarının sayısının yetersiz kaldığı cam ve plastik yüzeylerde tutunmayı kolaylaştırmak amacıyla yüzey alanının genişletilmesi ya da yüzeydeki polar grupların artırılması için kaplama öncesi yüzeylere yüzey iyileştirilmesi işlemleri uygulanmaktadır (Wegman 1989).

2.4.1. Korona

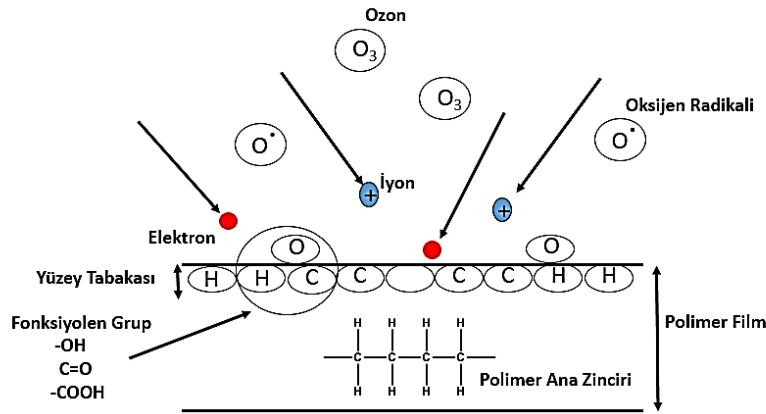
Korona genellikle plastik yüzeyler de tutunmayı güçlendirmek amacıyla kullanılan yüzey iyileştirme işlemidir. Air plazma olarak adlandırılan korona düşük sıcaklıkta yüzey özelliklerini değiştirmek amacıyla uygulanan yüzey modifikasyonu işlemidir. Korona işlemi iki elektrot arasında havanın iyonlaşmasıyla sağlanır. Bu işlem iyonize olmuş hava üzerinden yüksek voltaj geçirilerek elektrik enerjisinin yüzeye deşarj olmasıyla sağlanır. Elektrotlardan polimer yüzeyine doğru geçen güçlü akım, yüksek voltaj ve parlak ışığa dönüşür. Burada elektronlar substrat yüzeyindeki kimyasal bağları kırarak serbest radikal oluşumunu sağlarlar. Bu serbest radikaller oksijenle reaksiyona girerek substrat yüzeyinde çeşitli kimyasal fonksiyonel gruplar (karbonil, karboksil, hidroksil) oluşumunu sağlarlar (Şekil 2.17). Bu oksidasyon reaksiyonları sonucu oluşan fonksiyonel gruplar yüzey enerjisinin artmasını sağlar. Hidrofilik özellik kazanan yüzey kaplama matriksinin substrat yüzeyine kimyasal bağ kurması kolaylaştırır. Aynı zamanda bu işlem sırasında yüzeydeki pürüzlülük artar, yüzeyde meydana gelen kama etkisinden dolayı kaplama matriksinin tutunacağı yüzey alanı da arttırılmış olur. Bu sayede kaplamanın substrat yüzeyine tutunması kolaylaşır (Yoshihisa vd 2012, Yoshihisa vd 2013)



Şekil 2.16. Korona yüzey iyileştirilmesi işlemi



Şekil 2.17. İyonizasyonun şematik gösterimi

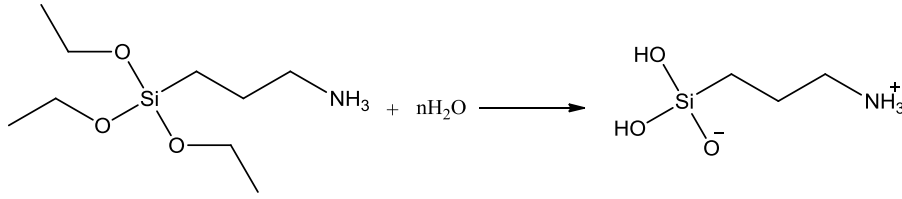


Şekil 2.18. Korona işlemi ile polimer yüzeyinde fonksiyonel grupların oluşturulması

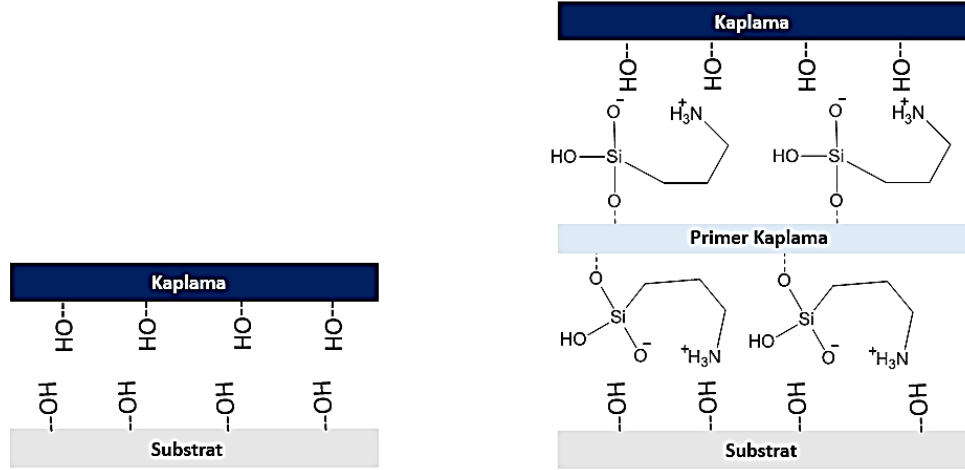
2.4.2. Primer Kaplama

Pirime kaplama ile yüzey iyileştirilmesi işlemi; plastik, cam ya da metal yüzeylerinde kaplamaların tutunmasını artırmak amacıyla, yüzeylerde ince bir polar film tabakası oluşturulması işlemidir. Organo fonksiyonel silanlar yapılarında amino, epoksi, vinil ve alkil fonksiyonel grupları içermeleri sebebiyle tutunma artırıcı olarak yaygın kullanım alanına sahiptirler (Witucki 1993). Hem alkoksi grupları hem de polar fonksiyonel gruplar bulundurmaları sebebiyle çift fonksiyonel özellik sağlayan bu ajanlar, kaplama materyalindeki bağlayıcı gruplar ve substrat yüzeyindeki aktif bölgelerle kimyasal bağ oluşturabilme özelliğine sahiptirler. Bu fonksiyonel özellik substrat ve kaplama arasında stabil yüksek enerjili bağlanmanın gerçekleşmesine olanak sağlar (Mohseni vd 2006).

Amino fonksiyonel grubuna sahip silanlar su ve solvent bazlı sistemler için pirime kaplama olarak tercih edilmektedirler. Burada pirime standart çözelti, genellikle uygun bir amino silanın hidroliz edilmiş seyreltik çözeltiden oluşmaktadır. Aminosilanın hidrolizi sonucunda çok sayıda $-OH$, O^- ve NH_3^+ grubu oluşmaktadır. Bu polar karakteri yüksek gruplar, kaplama matrisi ve substrat yüzeyindeki aktif bölgelerle çift taraflı etkileşimi sağlayarak tutunmayı kolaylaştırır. Amino silanın substrat yüzeyindeki çift fonksiyonel bağlanma mekanizması Şekil 2.19'da görülmektedir.



Şekil 2.19. 3-aminopropiltrietoksilan'ın hidroliz reaksiyonu



Şekil 2.20. Primer kaplama mekanizması gösterimi, primersiz kaplama (sol) primerli kaplama (sağ)

2.5. İnce Film Oluşturulmasında Kullanılan Kaplama Teknikleri

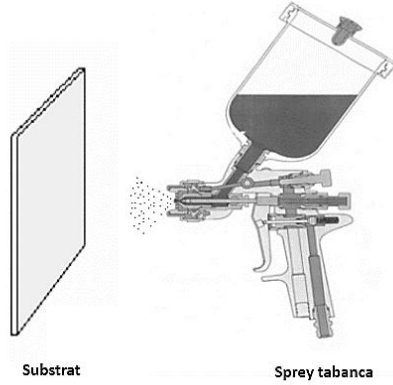
Farklı kullanım alanlarına uygun olarak geliştirilen birçok kaplama tekniği günümüz teknolojisinde kullanılmaktadır. Kaplama yapılacak substratın cinsi (cam, metal, seramik, polimer vb.) ve fiziksel yapısı uygulanacak olan kaplama metodunun seçimini belirlemektedir. Fonksiyonel kaplama sektöründe yaygın olarak püskürtme (spray), daldırma (dip) ve döndürme (spin) kaplama teknikleri kullanılarak istenilen yüzeyler ince film şeklinde kaplanabilir. Bu yöntemlerin yaygın olarak tercih edilmesi, yüzeyde oluşturulan kaplamaların mikro yapısının (kalınlık, yüzey alanı, gözenek boyutu ve hacim vb.) kontrol edilebilmesi ve oda koşullarında çalışılabilme imkanı sunmasıdır (Attia vd 2002).

2.5.1. Püskürtme ile kaplama (spray coating) tekniği

Püskürtme ile kaplama tekniği endüstride otomobil bölümleri, mobilya, zemin gibi yüzeylerin kaplanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu teknik özellikle daldırma ve döndürme gibi kaplama teknikleri ile kaplanamayacak kadar düzgün olmayan cam, polimer, seramik, paslanmaz çelik gibi materyallerden üretilmiş olan karmaşık şekilli yüzeylerin kaplanmasında kullanılmaktadır. Endüstriyel olarak kolay ve hızlı uygulanabilme, kaplamada oluşan atık çözelti miktarı diğer kaplama tekniklerine göre daha az olması dolayısıyla düşük maliyet özelliğine sahip olması bu tekniği diğer yöntemlerden ayırmaktadır. Fakat bu teknik ile elde edilen kaplamaların kalınlığı yüzeyin

her tarafında homojen olarak dağılım göstermediği ve yüzeyde pürüzlülük oluşmasına neden olması sebebiyle ileri optik kaplamaların endüstriyel üretimlerinde uygulanamamaktadır.

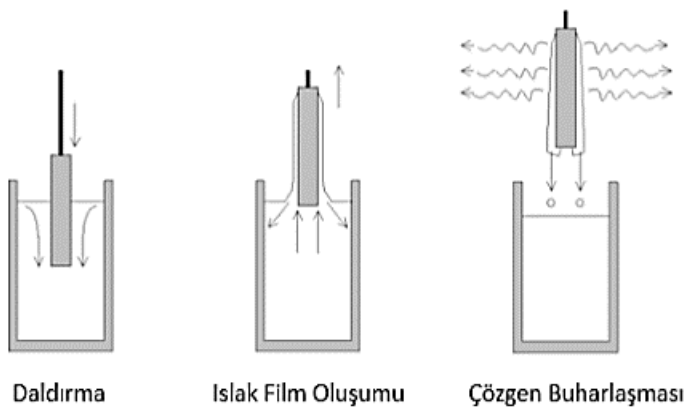
Püskürtme ile kaplama prosesi, kaplama malzemesi olan solun, püskürtme tabancası vasıtasıyla bir nozuldan belirli bir basınçta hava yardımıyla yüzeye püskürtülerek yüzeyde ince bir film tabakası oluşturulması prensibine dayanır (Schmidt ve Mennig 2000).



Şekil 2.21. Sprey kaplama prosesi

2.5.2. Daldırma ile kaplama (dip-coating) tekniği

Daldırma ile kaplama tekniği yüksek optik kalite ve homojen kalınlığa sahip kaplamaların elde edilmesinde kullanılan ve aynı zamanda en çok tercih edilen kaplama yöntemidir. Kaplama tekniği ile kaplama, kaplama çözeltisinin bulunduğu kap içerisine sabit sıcaklık ve atmosferik koşullarda sabit bir hızla daldırılıp sonrasında tekrar sabit bir hızla yukarı doğru çekilmesi prosesine dayanmaktadır. Kaplanmış yüzeyler oda sıcaklığında bir süre bekletilerek fazla olan çözücü moleküllerinin buharlaşması sağlanır. Daha sonra kontrollü ısıtma işlemleri ile kaplama uygun sertliğe getirilir.



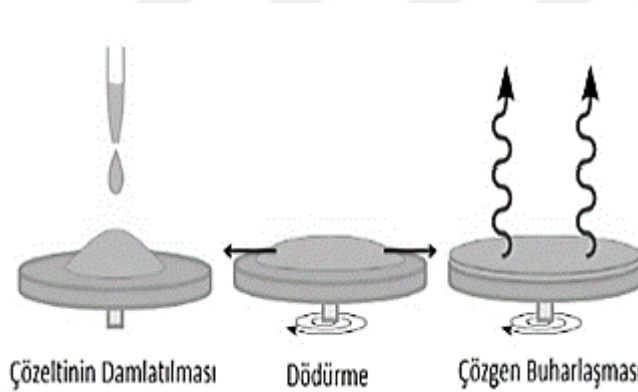
Şekil 22. Daldırma ile kaplama prosesi (Schmidt ve Mennig 2000)

Bu teknikle elde edilen kaplamanın kalınlığı substratın geri çekilme hızı, çözeltinin katı içeriği ve viskozitesine bağlıdır. Eğer substratın kaplama çözeltisinde sabit geri çekme hızı (u), kaplama çözeltinin viskozitesi (η), sıvı-gaz ara yüzey gerilimi (γ_{SG}), kaplama çözeltisinin yoğunluğu (ρ) ve yerçekimi ivmesi (g) bilirse kaplama kalınlığı (h) Landau-Levich eşitliği kullanılarak hesaplanabilir (Schmidt ve Mennig 2000). Landau-Levich eşitliği

$$h = 0,49 \cdot \frac{(\eta \cdot u)^{2/3}}{\gamma_{SG} \cdot (\rho \cdot g)^{1/2}}$$

2.5.3. Döndürerek kaplama (spin coating) tekniği

Döndürme ile kaplama tekniği, substrat yüzeyinde ince film oluşturmada oluşturma da kullanılan en yaygın uygulamalardan biridir. Bu yöntem ile kaplama işlemi, kaplanacak olan materyalin ortasına küçük miktarda kaplama çözeltisinin damlatılması ve sonrasında substratın yüksek hızla döndürülmesi ile yüzeyde homojen ince bir film oluşumunun sağlanması prensibine dayanır. Döndürme ile kaplamanın işlem sırası temel olarak, substrat yüzeyinde kaplama çözeltisinin dağıtılması, sıvının ince bir şekilde yayılması için yüksek hızla (500-3000 rpm) döndürme ve film üzerinden çözeltinin fazlasının uzaklaştırılması için kurutma basamaklarını içerir (Schmidt ve Mennig 2000).



Şekil 2.23. Döndürerek kaplama prosesi

Elde edilecek olan kaplamanın kalınlığını, substratın döndürme hızı, döndürme süresi, kaplama çözeltisinin viskozitesi, katı içeriği, dönme esnasındaki birim hacimdeki buharlaşma miktarı gibi faktörler belirlemektedir. Kaplama kalınlığı nanometre ile mikrometre aralığında değişiklik gösterebilir. Nanometre ve mikrometre kalınlıklarında homojen film oluşturabilmenin yanı sıra hızlı ve kolay uygulama imkanı sağlaması bu yöntemin en büyük avantajıdır.

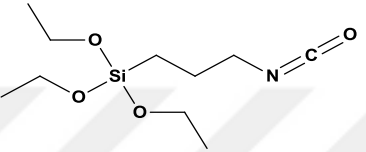
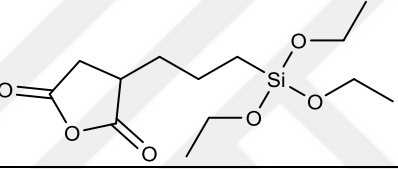
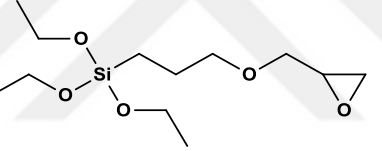
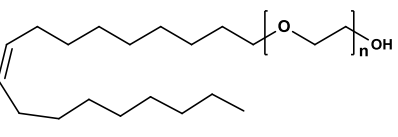
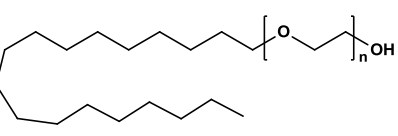
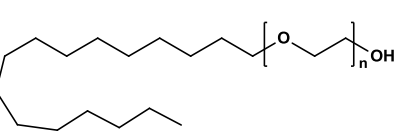
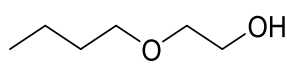
3. METARYAL VE METOT

3.1. Materyal

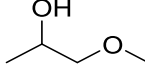
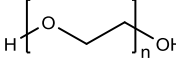
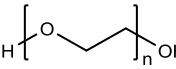
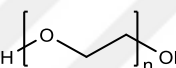
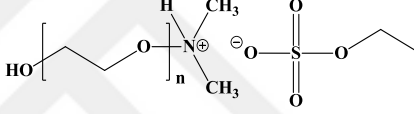
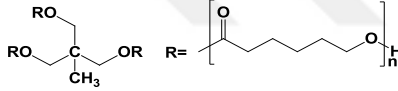
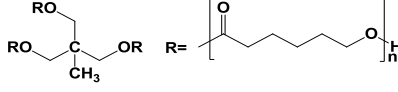
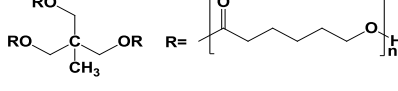
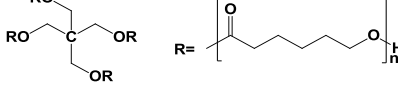
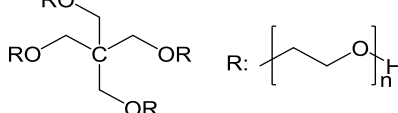
3.1.1. Kullanılan kimyasallar

Kaplamaların hazırlanmasında kullanılan kimyasallar Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan kimyasallar

Kimyasal Adı	Kısa Adı	Moleküler Yapı	Molekül Ağırlığı (g/mol)
3-İzosiyanat propiltrietoksisilan	IPTES		247,37
3-Trietoksilpropil süksinik anhidrit	GF-20		304,41
3-Glisidipropil trietoksisilan	GLYEO		278,42
Polietilen oleil eter	Brij-O10		709
Polietilen stearil eter	Brij-S10		711
Polietilen setil eter	Brij-C10		683
Bütül glikol	BG		118,17

Çizelge 3.1'in devamı

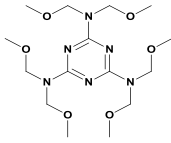
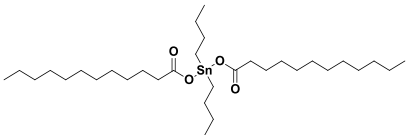
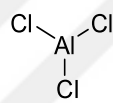
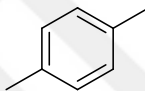
1-Meoksi-2-propanaol	PM		90,12
Polietilen glikol	PEG-200		200
Polietilen glikol	PEG-400		400
Polietilen glikol	PEG-600		600
Polietilen glikol amonyum etoksisülfat	Atlas g-265		-
TONE 0301 POLYOL (Polikaprolaktontriol)	PK-triol-300		300
TONE 0305 POLYOL (Polikaprolaktontriol)	PK-triol-540		540
TONE 0310 POLYOL (Polikaprolaktontriol)	PK-triol-900		900
Capa 4101 (Polikaprolaktontetraol)	PK-tetraol-1000		1000
Polyol 3610 (Tetra fonksiyonel polieter)	TPE-280		280

Devamı arkada

Çizelge 3.1'in devamı

Polyol 4640 (Tetra fonksiyonel polietil)	TPE-360		360
Triton X-100	-		625
Polipropilenglikol- diglisidileter	RD-19		305-335
İtakonik asit	-		130,10
Etilasetoasetat	HacacOEt		130,14
Alüminyum-tri-sekonder- bütoksit	Al(OsBu) ₃		246,32
Klorhekzidin	-		505,45
Sodyumdioktil sulfosüksinat	SDDS		444,56
Tween-80	-		1310
Desmodur BL 33175 SN	BHDI	-	-

Çizelge 3.1'in devamı

Kolloidal silika	Levasil 200s/30	SiO ₂	-
Luwipal 068	MF		390,44
Dibutylkalay dilaurat	DBTL		631,56
Alüminyum(III)klorür	AlCl ₃		133,34
Ksilen	-		106,17

3.1.2. Kullanılan Cihazlar

Çalışmalar sırasında kullanılan cihazların markaları ve hangi amaç için kullanıldıkları Çizelge 3.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Kullanılan cihazlar ve kullanım amaçları

Cihazın Adı	Markası	Çalışmadaki Kullanım Amacı
Terazi	Precisa	Tartım işlemlerinde kullanıldı.
Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı	IKA	Çözeltilerin hazırlama esnasında karıştırmada ve alkoksi fonksiyoneel bileşiklerin sentezinde kullanıldı.
Sprey Tabancası	Sata Minijet 4HVLP	Substrat yüzeylerinin kaplanmasında kullanıldı.

Devamı arkada

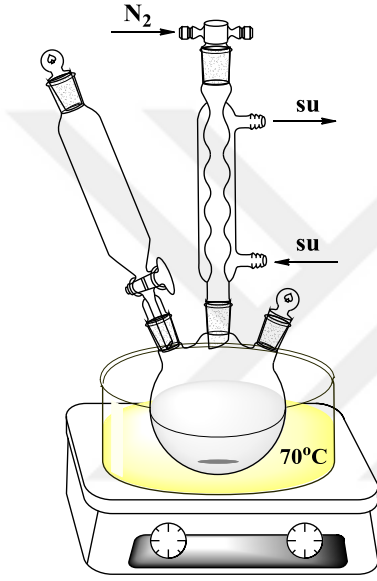
Çizelge 3.2'nin devamı

Etüv	Thermo Heraeus	Kaplamaların sertleştirilmesinde kullanıldı.
Tutunma Testi Aparatı	Erichsen Cross Hatch Cutter Model 295	Kaplamaların tutunmalarının ölçmede kullanıldı.
Kalem Sertlik Testi Aparatı	Erichsen Scratch Hardness Tester Model 291	Kaplamaların kalem sertlik değerlerinin ölçümlerinde kullanıldı.
Çizilme Direnci Testi Aparatı	Hardness Test Pencil Model 318S	Kaplamaların çizilme direnci değerlerinin ölçümlerinde kullanıldı.
Hava Nemlendirme Cihazı	Uydu NB-218 iyonizerli hava nemlendirme cihazı	Kaplamaların buğu testi için kullanıldı.
Çalkalayıcı İnkübatör	Labnet international inc. 311 DS model çalkalayıcı inkübatör	Bakterilerin inkübasyonunda kullanıldı.
Otoklav	Hırayama HA 240M	Bakteri testlerinde kullanılan malzemelerin sterilizasyonu için kullanıldı.
Krokmetre	A&T 104-A Otextlab	Kaplamaların sürtünme haslığı testinde kullanıldı.
Transparanlık Ölçümü Cihazı	BYK Gardner Haze-Gard Plus	Kaplamaların % Pusluluk ve % Işık geçirgenlik değerlerinin belirlenmesinde kullanıldı.
FT-IR Spektrofotometresi	Bruker Tensor 27	Sentezlenen alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşiklerin yapı tayininde kullanıldı.
UV-VIS-NIR Spektrofotometresi	Varian Carry 5000	Kaplamaların % Işık geçirgenliklerinin belirlenmesinde kullanıldı.
Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	FEI, Quanta 200 FEG SEM-EDX	Kaplamaların yüzey morfolojisi ve kalınlıklarının belirlenmesinde kullanıldı.
Buzdolabı	Beko	Kaplamaların buzdolabı testi için kullanıldı.

3.2. Metot

3.2.1. Alkoksi fonksiyonel hidrofilik bileşiklerin sentezi

Alkoksi fonksiyonel hidrofilik bileşiklerin (HB) sentezinde, izosiyanat ve anhidrit fonksiyonel grubuna sahip trialkoksi silan bileşikler olan 3-izosiyanat propiltrioksosilan (IPTES) ve 3-trietoksilpropilsüksinik anhidrit (GF-20), hidrofilik polimer olarak polietilen glikol PEG (Mn: 200, 400, 600) ve polietilen glikol amonyum etoksisülfat (Atlas g-265) bileşikler kullanıldı. Trialkoksi silan bileşikler ile hidrofilik polimerlerin ikili kombinasyonlarının azot atmosferinde katalizör varlığında reaksiyonu gerçekleştirilerek çeşitli alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşikler sentezlendi.

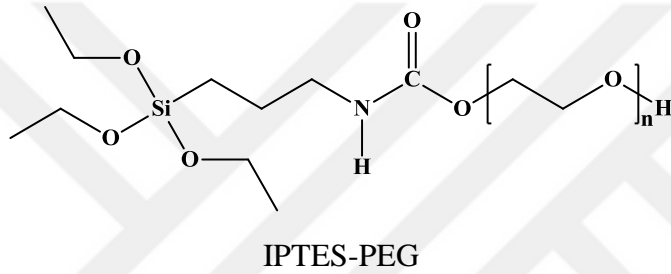
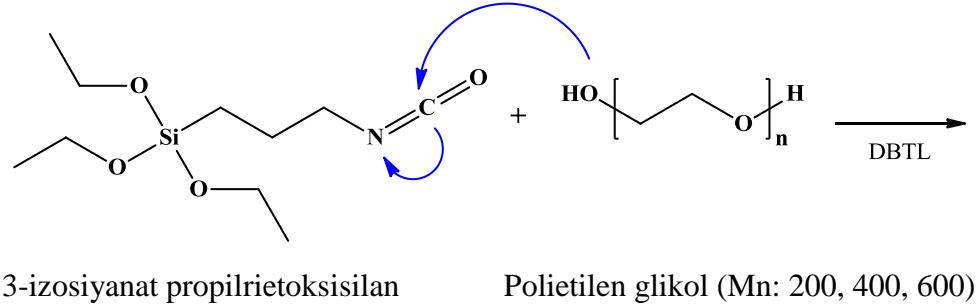


Şekil 3.1. HB sentezinde kullanılan reaksiyon düzeneği

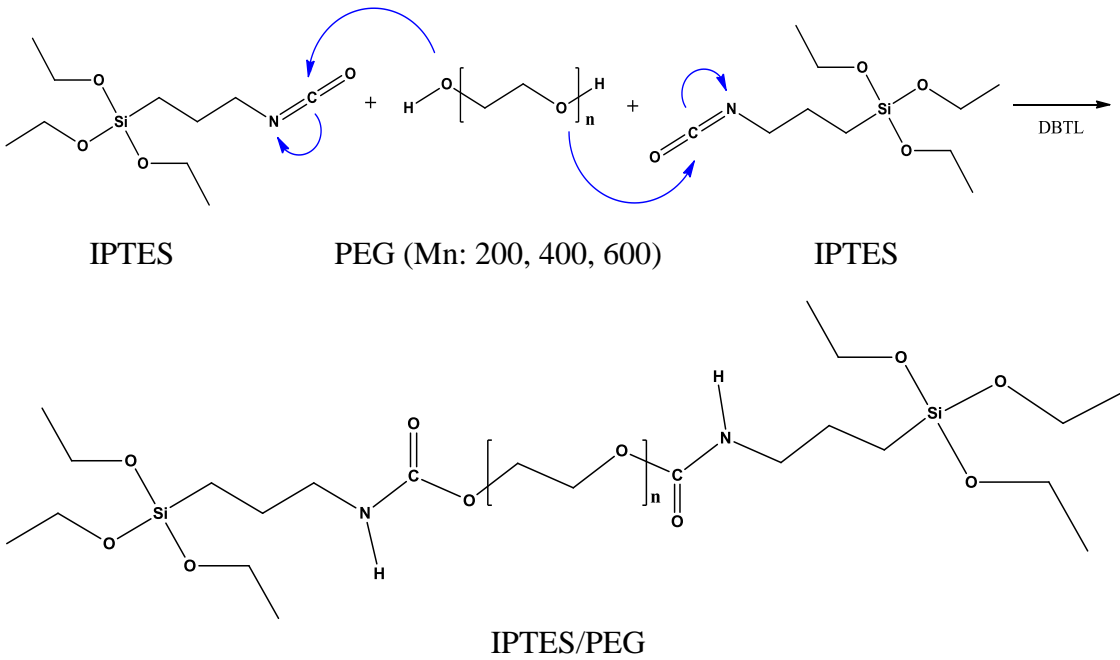
Alkoksi fonksiyonel hidrofilik bileşiklerin sentezi için Şekil 3.1’de görülen reaksiyon düzeneği hazırlandı. Sisteme azot gazı bağlanarak inert atmosfer oluşturuldu. Üç boyunlu balon içerisine izosiyanat ya da anhidrit fonksiyonelli trialkoksi silan bileşiklerinden birisi, damlatma hunisine ise bir hidrofilik polimer konuldu. Damlatma hunisi açılarak balonda karışır durumda bulunan fonksiyonel silan bileşiği üzerine hidrofilik polimer eklendi. Ardından reaksiyon balonu içerisine katalizör ilave edildi. Isıtıcı manyetik karıştırıcının üzerinde bulunan yağ banyosunun sıcaklığı 70°C’de sabitlendi. Kullanılan kimyasalların miktarları ve reaksiyonların tamamlanması için gereken süreler Çizelge 3.3 ve Çizelge 3.4’de yer almaktadır.

3.2.1.1. 3-İzosiyanat propiltrioksisilan-polietilen glikol bileşiklerinin sentezi

IPTES-PEG bileşiklerinin sentezi Şekil 3.2 ve Şekil 3.3’de verilen reaksiyon üzerinden gerçekleştirilmektedir.



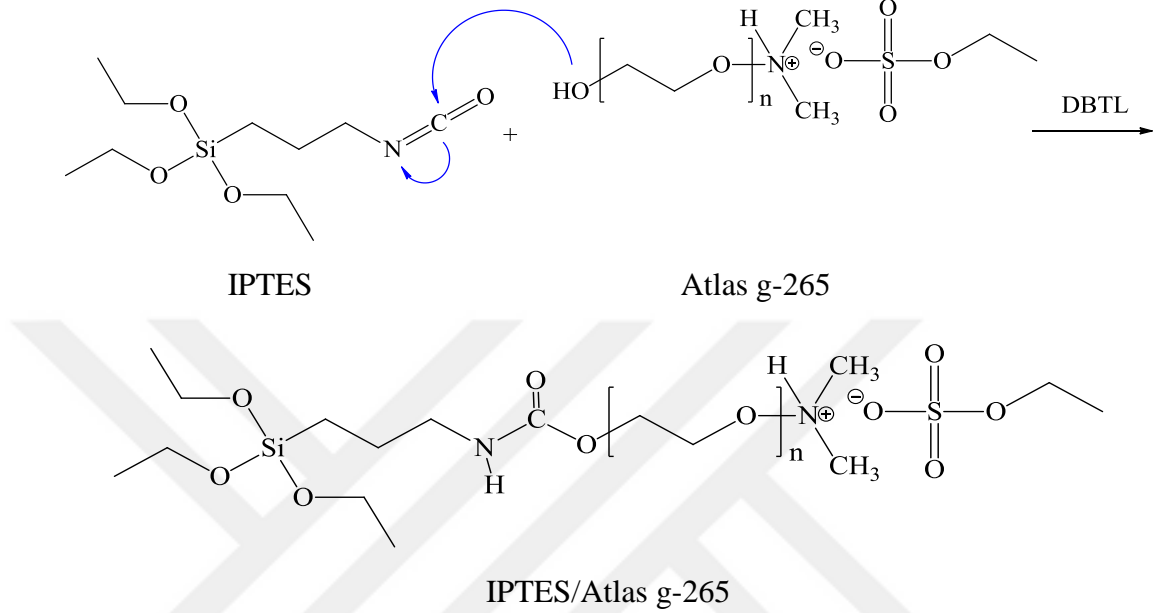
Şekil 3.2. HB-1, HB-2 ve HB-3 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon



Şekil 3.3. HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon

3.2.1.2. 3-İzosiyanat propiltrietoksisilan-polietilen glikol amonyum etoksisülfat bileşiğinin sentezi

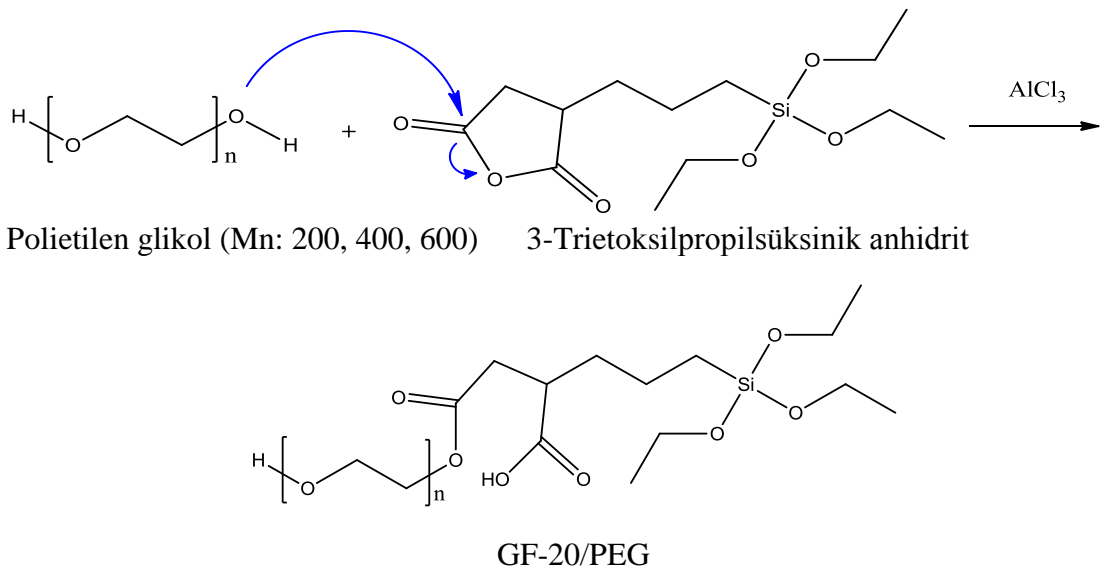
IPTES/Atlas g-265 bileşiği sentezi Şekil 3.4'de verilen reaksiyon üzerinden gerçekleştirilmektedir.



Şekil 3.4. HB-7 bileşiğinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon

3.2.1.3. 3-Trietoksilpropilsüksinik anhidrit-polietilen glikol bileşiklerinin sentezi

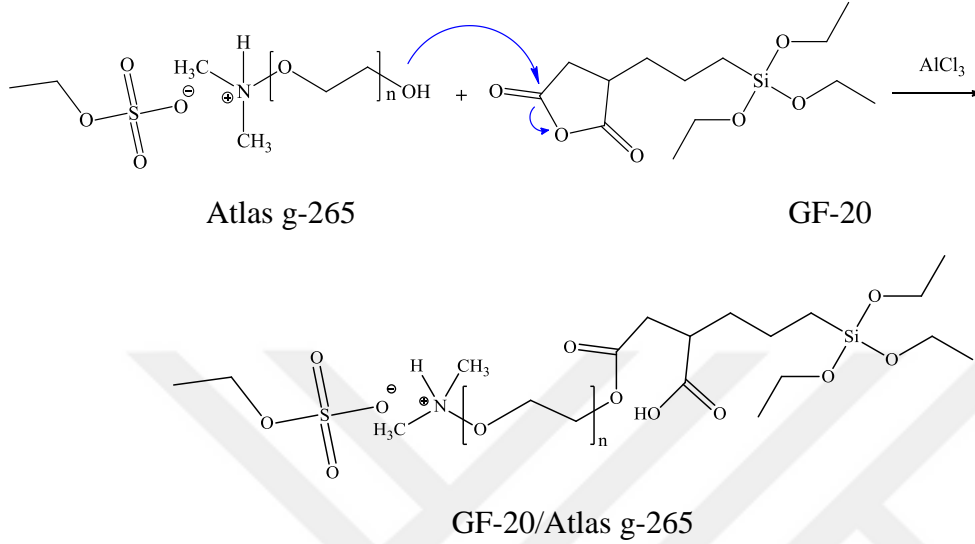
GF-20/PEG (Mn: 200, 400, 600) bileşiklerinin sentezi Şekil 3.5'de verilen reaksiyon üzerinden gerçekleştirilmektedir.



Şekil 3.5. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin sentezinde gerçekleşen reaksiyon

3.2.1.4. 3-Trietoksilpropilsüksinik anhidrit-polietilen glikol amonyum etoksisülfat bileşiminin sentezi

GF-20/Atlas g-265 bileşiği sentezi Şekil 3.6'da verilen reaksiyon üzerinden gerçekleştirilmektedir.



Şekil 3.6. HB-11 bileşiminin sentezinde gerçekleşen reaksiyon

Çizelge 3.3. HB-1, HB-2, HB-3, HB-4, HB-5, HB-6 ve HB-7 bileşiklerinin sentezinde kullanılan kimyasal miktarları ve reaksiyon süreleri

Bileşik No	Kullanılan Kimyasallar [g]						Reaksiyon Süresi (Saat)
	IPTES	PEG-200	PEG-400	PEG-600	Atlas g-265	DBTL	
HB-1	20	15,36	-	-	-	0,01	6
HB-2	20	-	30,72	-	-	0,01	5
HB-3	20	-	-	46,08	-	0,01	4
HB-4	40	15,36	-	-	-	0,02	6
HB-5	40	-	30,72	-	-	0,02	5
HB-6	40	-	-	46,08	-	0,02	4
HB-7	6,94	-	-	-	13,74	0,01	24

Çizelge 3.4. HB-8, HB-9, HB-10 ve HB-11 bileşiklerinin sentezinde kullanılan kimyasal miktarları ve reaksiyon süreleri

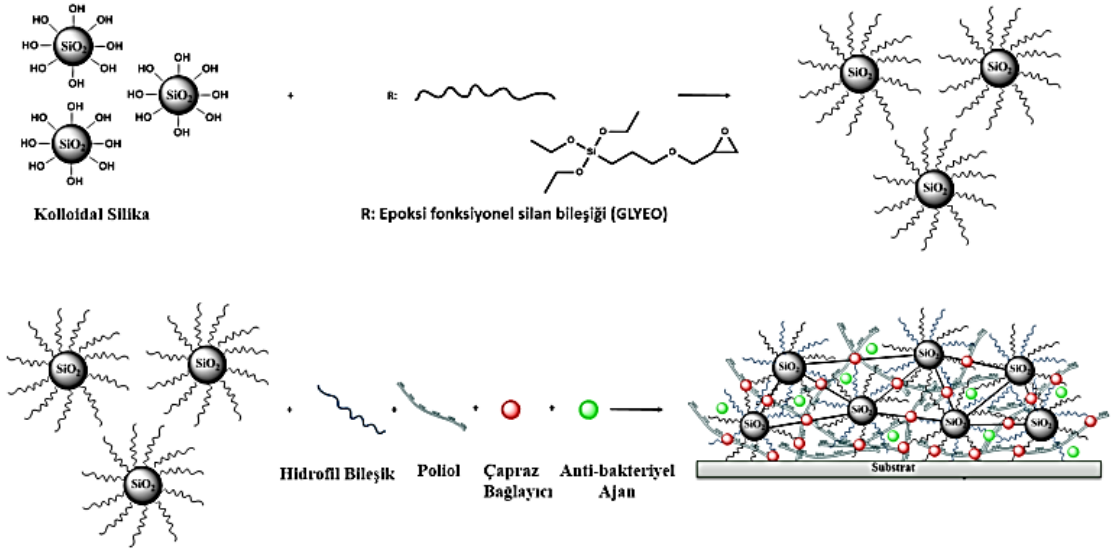
Bileşik No	Kullanılan Kimyasallar [g]							Reaksiyon Süresi (Saat)
	GF-20	PEG-200	PEG-400	PEG-600	Atlas g-265	AlCl ₃	Ksilen	
HB-8	20	12,35	-	-	-	0,01	-	3
HB-9	20	-	24,7	-	-	0,01	-	2
HB-10	20	-	-	37,06	-	0,01	-	1
HB-11	8,138	-	-	-	14,704	0,01	23,92	24

3.2.2. Kaplama çözeltilerinin hazırlanması

Kaplama çözeltisi bir alkoksi fonksiyonel hidrofilik bileşik, bağlayıcı, sürfektan, nano partikül dispersiyonu, katalizör ve anti-bakteriyel (AB) ajandan oluşmaktadır.

Kaplama çözeltisinin hazırlanması üç basamakta gerçekleştirildi;

- İlk basamakta izosiyanat ve anhidrit foksiyonel grubuna sahip trialkoksi silanlar, hidrofilik polimerlerle kombine edilerek çeşitli alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşiklerin sentezi gerçekleştirildi.
- İkinci basamakta ise ticari olarak temin edilen epoksi fonksiyonel silan bileşiği kullanılarak kolloidal silika partiküllerinin yüzeyleri modifiye edildi. Yüzeyleri fonksiyonel hale getirilen silika içerisine sentezlenen farklı alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşikler eklenerek katalizör varlığında anorganik-organik kompozit matriks elde edildi. Bu basamakta çözelti viskozitesi alkol kullanılarak ayarlandı. Uygun viskozitenin elde edilmesi homojen ve kararlı bir kompozit matriksin oluşumuna olanak sağlamaktadır.
- Son basamakta elde edilen kompozit matriks içerisine, bir sürfektan, poliol ve çapraz bağlayıcı eklendikten sonra sisteme anti-bakteriyel özellik kazandıracak AB ajan eklenerek çözelti kullanıma hazır hale getirildi. Kaplama matriksinin oluşum mekanizması Şekil 3.7’de gösterilmiştir.

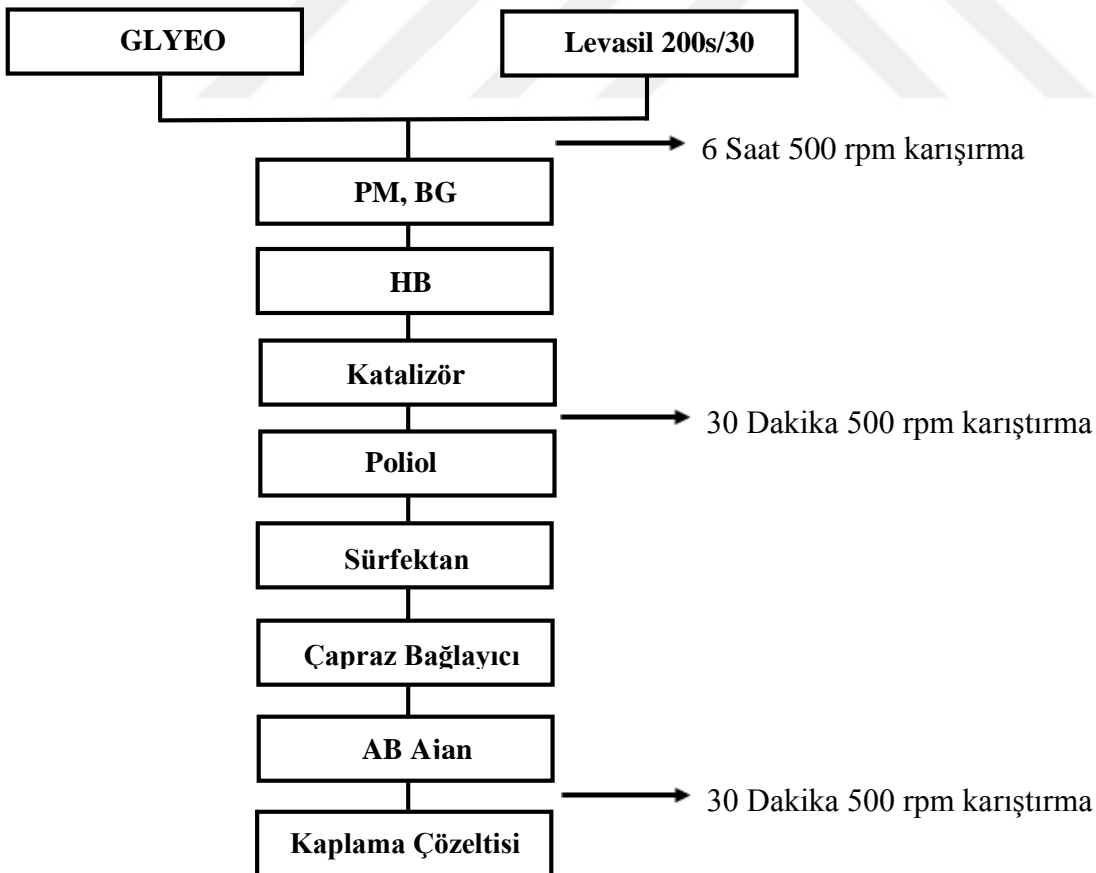


Şekil 3.7. Buğu oluşumunu engelleyen ve anti-bakteriyel özellik taşıyan kaplamaların oluşum mekanizması

Çizelge 3.5'den 3.13'e kadar verilen formülasyonlardaki miktarlar kullanılarak ve Şekil 3.8'de belirtilen proses basamakları izlenerek çeşitli kaplama çözeltileri hazırlandı. Tüm çözeltilerin hazırlanması için gerçekleştirilen proses aynı olup, sadece çözeltide kullanılan bileşenlerin türleri ve toplam katıdaki ağırlıkça % miktarları değişiklik göstermektedir.

Ağırlıkça toplam katıda %19 GLYEO, % 15 SiO₂, %25 HB-6, %10 HB-7, %5 itakonik asit, %6 poliol, %10 sürfektan, %10 melamin çapraz bağlayıcı ve %0,5 klorhekzidin kullanılarak hazırlanan 44 No'lu kaplama sistemi için çözeltisinin hazırlanması şu şekildedir;

- 6,29g GLYEO ve 10,08g Levasil 200s/30 100ml'lik beher içerisine alındı ve manyetik karıştırıcı üzerinde 500 rpm'de 6 saat karıştırıldı.
- Elde edilen çözelti üzerine 8,21g 1-metoksi-2-propanol (PM) ve 10,00g bütül glikol (BG) eklendi. Karışmakta olan çözeltiye 6,43g HB-6, 2,38g HB-7 ve 1,01g itakonik asit eklendi. İtakonik asit tamamen çözününceye kadar 500 rpm'de 30 dakika karıştırıldı.
- Son olarak karışıma 1,20g TPE-360, 2,00g Bri-O10, 2,41g MF ve 0.1g klorhekzidin eklendi. Klorhekzidin tamamen çözününceye kadar 500 rpm'de 30 dakika karıştırıldı.



Şekil 3.8. Kaplama çözeltisinin hazırlanması prosesi

Hazırlanan çeşitli kaplama kompozisyonu Çizelge 3.5'den 3.13'e kadar verilmiştir.

Çizelge 3.5. Poliizosiyanat sisteminde farklı polioller kullanılarak hazırlanan kaplama çözelisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No					
	1	2	3	4	5	6
GLYEO	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15
Levasil200s/30	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15
PM	14,79	14,79	14,79	14,79	14,79	14,79
HB-4	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76
HB-7	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73
İtakonik Asit	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15
TPE-280	1,19	-	-	-	-	-
TPE-360	-	1,19	-	-	-	-
PK-triol-300	-	-	1,19	-	-	-
PK-triol-540	-	-	-	1,19	-	-
PK-triol-900	-	-	-	-	1,19	-
PK-tetraol-1000	-	-	-	-	-	1,19
SDDS	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16
BHDI	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40	40	40

Çizelge 3.6. Farklı HB'ler kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No																	
	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	
GLYEO	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15
Levasil200s/30	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15	8,15
PM	14,92	15,45	15,71	14,31	14,92	15,25	15,63	15,02	15,51	14,73	10,93	15,18	15,51	15,68	14,79	15,18	15,39	
HB-1	5,36	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,37	-	-	-	-	-	-
HB-2	-	4,83	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,04	-	-	-	-	-
HB-3	-	-	4,57	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,87	-	-	-	-
HB-4	-	-	-	5,97	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,76	-	-	-
HB-5	-	-	-	-	5,36	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,16	-
HB-6	-	-	-	-	-	5,03	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,16
HB-7	-	-	-	-	-	-	4,46	-	-	-	-	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73	1,73
HB-8	-	-	-	-	-	-	-	5,26	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HB-9	-	-	-	-	-	-	-	-	4,77	-	-	-	-	-	-	-	-	-
HB-10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4,55	-	-	-	-	-	-	-	-
HB-11	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	9,35	-	-	-	-	-	-	-
İtakonik Asit	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15	1,15
PK-triol-540	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19	1,19
SDDS	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16	2,16
BHDI	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83	3,83
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40

Çizelge 3.7. Epoksi sisteminde farklı sürfektanlar kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No			
	24	25	26	27
GLYEO	8,89	8,89	8,89	8,89
Levasil200s/30	8,89	8,89	8,89	8,89
PM	12,65	12,65	12,65	12,25
HB-6	6,43	6,43	6,43	6,43
HB-7	2,38	2,38	2,38	2,38
Al:HaccacOEt	5,56	5,56	5,56	5,56
RD-19	3,00	3,00	3,00	3,00
Tween-80	1,00	-	-	-
Triton X-100	-	1,00	-	-
Brij-O10	-	-	1,00	-
SDDS	-	-	-	1,43
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40

Epoksi halkasının açılmasında kullanılan molce 1:0,25 alüminyum bütilat/etilasetoasetat kompleksini hazırlamak için 253,9g Alüminyum-tri-sekonder-bütoksit [Al(OsBu)₃] ve 32,86g etilasetoasetat [HacacOEt] bir cam şişe içerisine alındı. Manyetik karıştırıcı üzerinde 12 saat süre ile 500 rpm'de karıştırılarak alüminyum kompleksi hazırlandı.

Çizelge 3.8. Epoksi sisteminde farklı oranlarda Brij-O10 içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No			
	26	28	29	30
GLYEO	8,89	8,44	8,00	7,56
Levasil200s/30	8,89	8,44	8,00	7,56
PM	12,65	14,35	14,84	15,33
HB-6	6,43	6,43	6,43	6,43
HB-7	2,38	2,38	2,38	2,38
Al:HaccacOEt	5,56	5,56	5,56	5,56
RD-19	3,00	3,00	3,00	3,00
Brij-O10	1,00	1,40	1,80	2,20
Toplam katıda ağırlıkça % Brij-O10	5	7	9	11
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40

Çizelge 3.9. Epoksi sisteminde farklı oranlarda SiO₂ içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No		
	30	31	32
GLYEO	7,56	6,29	5,66
Levasil200s/30	7,56	10,08	11,34
PM	15,33	14,07	13,44
HB-6	6,43	6,43	6,43
HB-7	2,38	2,38	2,38
Al:HaccacOEt	5,56	5,56	5,56
RD-19	3,00	3,00	3,00
Brij-O10	2,20	2,20	2,20
Toplam katıda ağırlıkça % SiO ₂	11	15	17
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40

Çizelge 3.10. Melamin sisteminde farklı polioller kullanılarak hazırlanan kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No					
	33	34	35	36	37	38
GLYEO	6,29	6,29	6,29	6,29	6,29	6,29
Levasil200s/30	10,08	10,08	10,08	10,08	10,08	10,08
PM	8,21	8,21	8,21	8,21	8,21	8,21
BG	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00	10,00
HB-6	6,43	6,43	6,43	6,43	6,43	6,43
HB-7	2,38	2,38	2,38	2,38	2,38	2,38
İtakonik Asit	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01	1,01
TPE-280	1,20	-	-	-	-	-
TPE-360	-	1,20	-	-	-	-
PK-triol-300	-	-	1,20	-	-	-
PK-triol-540	-	-	-	1,20	-	-
PK-triol-900	-	-	-	-	1,20	-
PK-tetraol-1000	-	-	-	-	-	1,20
Brij-O10	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	2,00
MF	2,41	2,41	2,41	2,41	2,41	2,41
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40	40	40

Çizelge 3.11. Melamin sisteminde farklı oranlarda MF içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No			
	34	39	40	41
GLYEO	6,29	6,29	6,29	6,29
Levasil200s/30	10,08	10,08	10,08	10,08
PM	8,21	8,21	8,21	8,21
BG	10,00	10,00	10,00	10,00
HB-6	6,43	6,43	6,43	6,43
HB-10	2,38	2,38	2,38	2,38
İtakonik Asit	1,01	1,01	1,01	1,01
TPE-360	1,20	1,20	1,20	1,20
Brij-O10	2,00	2,00	2,00	2,00
MF	2,41	2,83	5,42	7,22
Toplam katıda ağırlıkça % MF	10	15	20	25
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40	40

Çizelge 3.12. Melamin sisteminde farklı oranlarda klorhekzidin içeren kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No		
	42	43	44
GLYEO	6,29	6,29	6,29
Levasil200s/30	10,08	10,08	10,08
PM	8,21	8,21	8,21
BG	10,00	10,00	10,00
HB-6	6,43	6,43	6,43
HB-7	2,38	2,38	2,38
İtakonik Asit	1,01	1,01	1,01
TPE-360	1,20	1,20	1,20
Brij-O10	2,00	2,00	2,00
MF	2,41	2,41	2,41
Klorhekzidin	0,41	0,20	0,10
Toplam katıda ağırlıkça % Klorhekzidin	2	1	0,5
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40

Çizelge 3.13. Melamin sisteminde farklı sürfektan içeren anti-bakteriyel kaplama çözeltisi kompozisyonları

Bileşenler [g]	Sistem No		
	44	45	46
GLYEO	6,29	6,29	6,29
Levasil200s/30	10,08	10,08	10,08
PM	8,21	8,21	8,21
BG	10,00	10,00	10,00
HB-6	6,43	6,43	6,43
HB-10	2,38	2,38	2,38
İtakonik Asit	1,01	1,01	1,01
TPE-360	1,20	1,20	1,20
Brij-O10	2,00	-	-
Brij-S10	-	2,00	-
Brij-C10	-	-	2,00
MF	2,41	2,41	2,41
Klorhekzidin	0,41	0,41	0,41
Toplam katıda ağırlıkça % Klorhekzidin	0,5	0,5	0,5
Ağırlıkça % katı miktarı	40	40	40

3.2.3. Kaplama çözeltisinin uygulanması ve sertleştirilmesi

Elde edilen çözeltiler ile sprey kaplama tekniği kullanılarak cam substrat yüzeylerine kaplama yapıldı. Sprey uygulamalarının başlangıcında etanol, izopropanol gibi kaynama noktası düşük olan çözümler kullanıldı. Fakat uygulama esnasında kaynama noktası düşük olan bu çözümlerin daha substrat yüzeyine ulaşmadan buharlaştığı gözlemlendi. Bu durum bağlayıcı sistemin substrat yüzeyinde homojen bir film oluşturacak şekilde dağılamamasına ve pürüzlü bir yüzeyin oluşmasına sebep olmaktadır. Bu dezavantajları ortadan kaldırmak için kaplama sistemlerinde kaynama noktası yüksek olan çözümlerin kullanımı tercih edildi. Bu amaçla kaplama çözeltilerinde çözümler olarak kaynama noktası 120°C olan PM ve kaynama noktası 171°C olan BG kullanılmıştır. Bu sayede hem nanopartiküllerin dispersiyonunun iyileştirilmesi hem de ıslak film kaplamaların sertleştirilmesi esnasında çözümlerin substrat yüzeyinden kademeli olarak buharlaşması ile daha homojen bir film elde edilebilmesi hedeflenmiştir.

Kullanılan püskürtme tabancası nozzle çapı 0,8 mm olup, kaplama işlemi kaplama çözeltisinin 2-3 bar basınç da 8-10cm uzaklıktaki substrat yüzeyine püskürtülmesi ile gerçekleştirildi. Tek katmanda yüzey kontrollü bir şekilde kaplanarak homojen bir kaplama elde edildi.

Elde edilen kaplamaların sertleştirilme sıcaklığı ve süresi kaplama matriksinde kullanılan ana bağlayıcı olan polizosiyanat, epoksi reçine ve melamin türüne bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Poliizosiyanat ve epoksi bağlayıcı içeren sistemler 130°C' 2

saat, melamin bağlayıcı içeren kaplama sistemleri ise 120°C’de 2 saat süre ile sertleştirilir.

3.2.4. Kullanılan Analiz ve Test Yöntemleri

3.2.4.1. Fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR) analizleri

Tez kapsamında sentezi gerçekleştirilen çeşitli alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşiklerin yapısının araştırılması amacıyla Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi (FT-IR) analizi yapıldı. FT-IR analizleri Brucker marka Tensor 27 model FT-IR spektroskopi cihazının ZnSe yatay ATR aparatı ile gerçekleştirildi.

3.2.4.2. Hidrofilik performans testleri

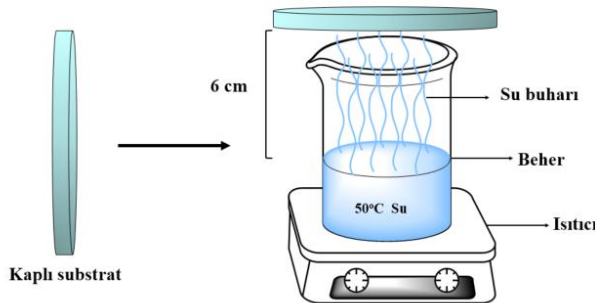
Hazırlanan kaplamaların hidrofilik derecesini belirlenmek ve buğu oluşumunu engelleme özelliğinin tespiti için suya karşı temas açısı ölçümü, nefes testi, beher testi, oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi, kaynar su-emme buğulanma testi, buğu testi, buzdolabı testi ve uzun süreli performans testleri gerçekleştirildi. Uygulanan performans testleri US2012/0045650 A1 No’lu patent, referans alınarak gerçekleştirildi.

i. Temas açısı ölçümü

Elde edilen yüzeylerin hidrofilik derecesini belirleyebilmek için suya karşı temas açısı analizi gerçekleştirildi. Temas açısı ölçümleri Rame-hart marka Goniometer Model 100-00 temas açısı ölçüm cihazı kullanılarak gerçekleştirildi.

ii. Beher testi

Kaplanmış örnekler, içinde 50°C sıcaklığında su bulunan behere 6 cm mesafede yatay pozisyonda 3 dakikaya kadar bekletilerek su buharına maruz bırakıldı. Hidrofilik kaplamalar su buharına maruz bırakıldığı andan itibaren yüzeyde buğu oluşumu gözlenmez ise kaplamalar beher testini başarı ile geçmiştir. Test Şekil 3.9’da şematize edilmiştir.



Şekil 3.9. Beher testi

iii. Oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi

Kaplanmış örnekler oda sıcaklığındaki su içerisine batırılıp bir saat bekletildi. Daha sonra su içerisinden çıkarılarak 12 saat boyunca oda sıcaklığında kurutuldu ve beher testine tabi tutuldu. Beher testinde başarı gösteren kaplamalar oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinden başarı ile geçmiştir.

iv. Kaynar su emme-buğulanma testi

Kaplanmış örnekler kaynar su içerisine batırılıp bir saat bekletildi. Daha sonra su içerisinden çıkarılarak 12 saat boyunca oda sıcaklığında kurutuldu ve beher testine tabi tutuldu. Beher testinde başarı gösteren kaplamalar kaynar su emme-buğulanma testinden başarı ile geçmiştir.

v. Buğu testi

Kaplanmış örnekler 60 saniye hava nemlendirici cihaz ile soğuk buhara maruz bırakıldı ve buğu göstermeme özelliklerine göre görsel olarak değerlendirildi. Buğu göstermeme derecesi 4'lük skala oluşturularak incelendi.

- A: Buğulanma yok
- B: Hafif buğulanma var
- C: Orta seviyede buğulanma var
- D: Yoğun buğulanma var

vi. Nefes testi

Kaplanmış yüzeyler test yapan kişinin ağzına 3-8 cm mesafede olacak şekilde yatay pozisyonda tutuldu ve ardından analizcinin nefesini üflemesi (hohlamak şeklinde) sonucunda kaplama üzerinde buharın yoğunlaşması sağlandı. Bu işlem boyunca kaplanmış örnek şeffaf kalır, buğu oluşmaz veya matlık gözlenmezse kaplama nefes testini başarı ile geçmiştir.

viii. Buzdolabı testi

Ortam şartlarında bulunan +4°C'deki buzdolabı içine kaplamasız ve kaplamalı örnekler yerleştirildi, buzdolabı kapısı 90° açılarak 60 sn. bekletildi. Kaplamaların buğulanma derecesi belirlendi. Değerlendirme buğu testinde olduğu gibi 4'lük skala halinde gerçekleştirildi.

ix. Uzun süreli performans testi

Kaplamalı örnekler 30 gün boyunca 38°C'de 90% neme ve buzdolabında +4°C'de 66% neme maruz bırakıldı. Her gün suya karşı temas açısı ölçülerek buzdolabında buğulanma dereceleri incelendi. (Test ASTM D2247 standardı modifiye edilerek gerçekleştirilmiştir.)

x. Deterjan dayanımı testi

Kaplanmış örnekler; bulaşık deterjanı, çamaşır suyu ve karbonatlı (sodyum karbonat) su (%50'lik) ile 1000 çevrim silindi. Testin sonunda numuneler su ile durulanıp 24 saat sonra suya karşı temas açısı değişimi ve buğulanma derecesine incelendi.

3.2.4.3. Optik analizler

Elde edilen kaplamaların % Işık geçirgenlik ve % Pusululuk değerlerinin belirlenmesi için pusluluk ve ışık geçirgenliği analizleri yapıldı.

i. % Pusluluk ve % Işık geçirgenliği analizi

Kaplanmış örneklerin % Pusluluk (Haze) ve ve % Işık geçirgenlik değerlerinin belirlenmesi amacıyla tek dalga boyunda (550nm) % Pusluluk ve % Işık geçirgenlikleri ölçüm yapan BYK Gardner Haze-Gard Plus cihazı kullanılarak ASTM D 1003 standardına göre analiz yapıldı. Ayrıca elde edilen kaplamaların % Işık geçirgenlikleri Varian Carry 5000 UV-VIS-NIR Spektrofotometresi kullanılarak analiz edildi.

3.2.4.4. Mekanik testler

Hazırlanan kaplamaların substrat yüzeyine tutunma, çizilme direnci, kalem sertlik ve sürtünme haslığı özelliklerinin incelenmesi için kaplamalara tutunma, çizilme direnci, kalem sertlik ve sürtünme haslığı testleri uygulandı. Çizilme direnci ve kalem sertlik testleri ASTM D 3363, tutunma testi ise ASTM D 3359 standartı dikkate alınarak gerçekleştirildi.

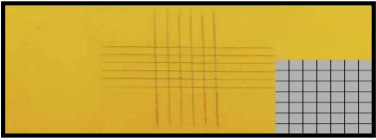
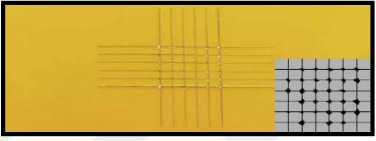
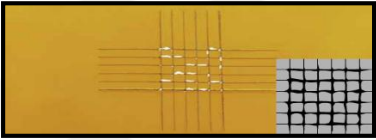
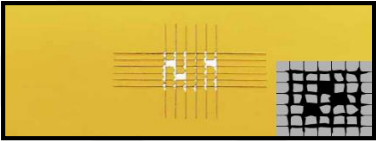
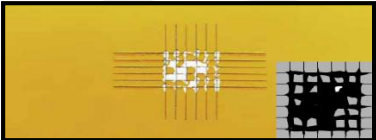
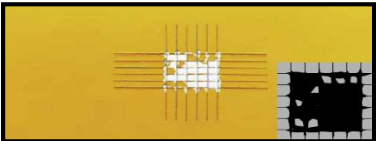
i. Tutunma testi

Bu testte kaplanmış örnekler bir saat boyunca kaynar su içerisine daldırılarak bekletildi. Süre sonunda dışarıya çıkartılan örneklerin soğumasının ve yüzeylerinin tamamen kurumalarının sağlanması için oda sıcaklığında 24 saat bekletildi. Tamamen kuruyan kaplı yüzeyler, tutunma testi aparatı ile birbirine dikey yönde ve bir artı şekli oluşturacak şekilde çizildi. Çizilen bölge üzerine bant yapıştırılarak yüzeye iyice yapışması sağlandı. Bant hızlıca kaldırıldı. Bu bant yapıştırılması ve hızlıca kaldırılması ard arda üç kez tekrarlandı. Çizilen bölgenin etrafında kaplamanın yüzeyden ne ölçüde kalktığı ASTM D 3359 standardına (Çizelge 3.14) göre incelendi.



Şekil 3.10. Tutunma testi aparatı

Çizelge 3.14. Cross-cut tutunma testinde ASTM D 3359 standartı sınıflandırması

Tutunma Testi Sınıflandırması		
Sınıf	Kaybedilen Alan %	Çizilen Bölgede Görsel Olarak Kaybedilen Alan
5B	%0 (Hiç)	
4B	% 5 veya daha az	
3B	%5-15	
2B	%15-35	
1B	%35-65	
0B	%65 veya daha çok	

ii. Çizilme direnci testi

Kaplanmış yüzeylere Erichsen firmasına ait Hardness Test Pencil Model 318S cihazı ile Üniversal Çizilme Direnci Testi uygulandı. Bu cihaz kalem şeklinde olup, yan tarafında bulunan ayarlama aparatı ile istenilen çizilme direnci değerine ayarlanabilmektedir. Cihaz kaplanmış yüzeye dik (90°) olacak şekilde tutularak farklı çizilme direnci değerlerinde çizilmeye çalışıldı. Böylece yüzeyin hangi çizilme direnci değerinde çizilip çizilmediği incelendi.



Şekil 3.11. Çizilme direnci testi aparatı

iii. Kalem sertlik testi

Kaplanmış yüzeylerin kalem sertlik değerlerinin belirlenmesi için farklı sertlikteki kalemler, kendi standart ağırlığı olan ve hareket edebilen aparata yerleştirildi. Bu konumda kalem kaplama yüzeyine $\sim 45^\circ$ 'lik bir açı oluşturmaktadır. Daha sonra herhangi bir ağırlık uygulamadan, hareket eden parçanın kendi ağırlığı ile kaplama yüzeyinden yüzeyi çizer yönde çekilmesiyle yüzey çizilmeye çalışıldı. Böylece yüzeyin hangi sertlikte çizilip çizilmediği belirlendi.



Şekil 3.12. Kalem sertlik testi aparatı

iv. Sürtme haslığı testi

Kaplamaların kullanım alanlarına bağlı olarak maruz kalabilecekleri sürtünme durumlarında (temizlik vb.) yüzeyde meydana gelebilecek puslanma oluşumunun belirlenmesi amacıyla krokmetre cihazı kullanıldı. Bu testte krokmetre sürtme ayağı beyaz pamuklu kumaştır. Kumaş test yüzeyine 1000 çevrim sürtüldü. Sürtünme sonrası kaplamalı yüzeyin % Pusluluk değerleri ölçülerek başlangıçtakine göre meydana gelebilecek değişim belirlendi.

3.2.4.5. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi

Elde edilen kaplamaların yüzey morfolojisi ve kaplama kalınlıklarının belirlenmesi amacıyla kaplama yüzeyinden ve yan kesitinden SEM analizi yapıldı. Analizlerde FEI, Quanta 200 FEG SEM-EDX cihazı kullanıldı.

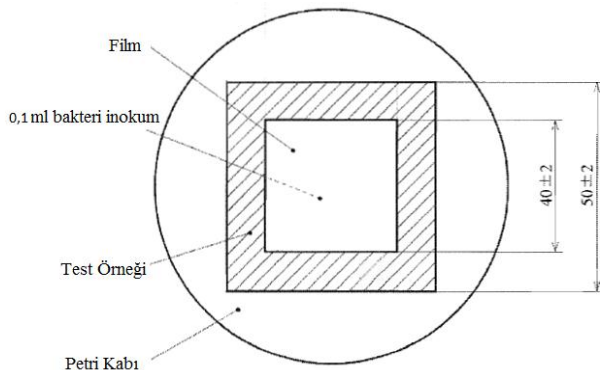
3.2.4.6. Anti-bakteriyel aktivite testi

Elde edilen kaplamaların anti-bakteriyel aktiviteleri, Halk Sağlığı Bakanlığı tarafından yetkilendirilmiş Akdeniz Üniversitesi Kimya Bölümü Mikrobiyoloji Laboratuvarımızda incelenmiş olup Testler “JIS Z 2801 Antibacterial products-Test for antibacterial activity and efficacy” standardı dikkate alınarak yapıldı.

Anti-bakteriyel kaplamaların bakteriyel aktiviteleri, en yaygın olarak bulunan bakteri türlerinden gram negatif *Escherichia coli* (*E. coli*) ve gram pozitif *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) bakterilerine karşı incelendi. Bakteriyel testlerde kontrol grubu olarak kaplama yapılmamış cam substrat yüzeyler kullanıldı. Kaplamaların anti-bakteriyel etkinlikleri kontrol grubu ile karşılaştırılarak belirlendi.

Kaplamaların anti-bakteriyel aktivite testleri yapılmadan önce *S.aureus* ve *E.coli* bakterilerinin, Laktoz Broth ortamında bakteriyel populasyon artış eğrileri oluşturuldu. Tek koloni ekiminden alınan bir koloni, öze ile 5ml’lik besi ortamına ekildi ve 24 saat 37°C’de inkübe edildi. Bu kültürden, 100 µl alınarak 50ml’lik sıvı besiyeri içeren erlene aktarıldı. 37°C’de orbital çalkalayıcı inkübatörde 200 rpm dönme hızında inkübe edildi. Belirli zaman aralıklarında optik yoğunlukları ölçülerek bakteriyel populasyon artış eğrileri oluşturuldu. Elde edilen eğriler, Şekil 4.33 ve Şekil 4.34’te görülmektedir. Bu eğriler kullanılarak çalışılan koşullar altında bakterilerin populasyon artışının maksimum olduğu süre belirlenmiştir. Bu süreler *E. coli* için 5.30 saat, *S. aureus* için ise 6 saat olarak belirlenmiş olup, analizlerde buradan alınan bakteri inokulumları kullanılmıştır.

Anti-bakteriyel test öncesi kaplamalı ve kaplamasız 25 cm² (5cm x 5cm) yüzey alanına sahip örnekler ve 16 cm² (4cm x 4cm) yüzey alanına sahip şeffaf filmler ayrı ayrı petri kaplarına alınarak UV ışık altında 30 dakika süresince steril edildi. *S.aureus* ve *E.coli* bakteri türlerinin 37°C’deki inokulumları hazırlandı. İnkübe edilen bakteri inokulumları Laktoz Broth içeren steril sıvı besi yeri çözeltisi ile seri dilüsyon tekniği kullanılarak mililitresinde 3,0-4x10⁵ koloni oluşturma birimi (kob) içerecek şekilde seyreltildi. Ardından örnekler üzerine 100µl 3,0-4x10⁵ kob/ml içeren bakteri çözeltisi yayıldı ve üzerlerine steril filmle Şekil 3.12’de gösterildiği gibi kapatılarak 37°C’de 24 saat süresince inkübe edildi.



Şekil 3.13. Örnek yüzey üzerine bakteri çözeltilerinin uygulanması ve film ile kapatılması (JIS Z 2801)

37°C’de inkübatörden çıkarılan örneklerin yüzeyleri steril % 0.9 izotonik sodyum klorür çözeltisi ile yıkandı. Yıkama çözeltisinden katı besi yerlerine belirli miktarlarda ekim yapıldı ve 37°C’de 24 saat süresince inkübe edildi. Süre bitiminde inkübasyon fırınından çıkarılan katı besi yerindeki bakteri kolonileri sayılarak kob sayıları belirlendi. Böylece kaplama yüzeylerine uygulanan bakterilerin, bakteri yükündeki yüzde azalma miktarları tespit edildi. Tüm örnek yüzeyleri için anti-bakteriyel test prosedürü 3 paralel olarak çalışıldı ve çıkan sonuçların ortalamaları alınarak değerlendirme yapıldı.

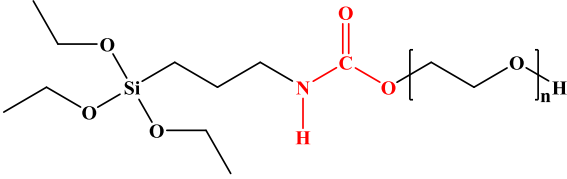


4. BULGULAR VE TARTIŞMA

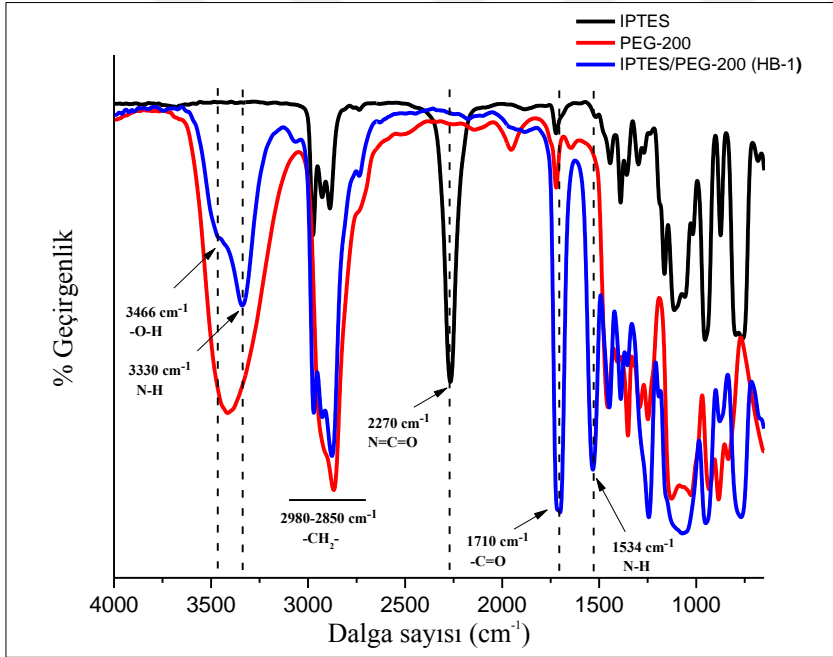
4.1. FT-IR Analiz Sonuçları

Sentezlenen alkoksi fonksiyonel hidrofil bileşiklerinin yapıları FT-IR spektroskopik analiz yöntemi kullanılarak karakterize edildi.

4.1.1. HB-1, HB-2, HB-3, HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin FT-IR analizi



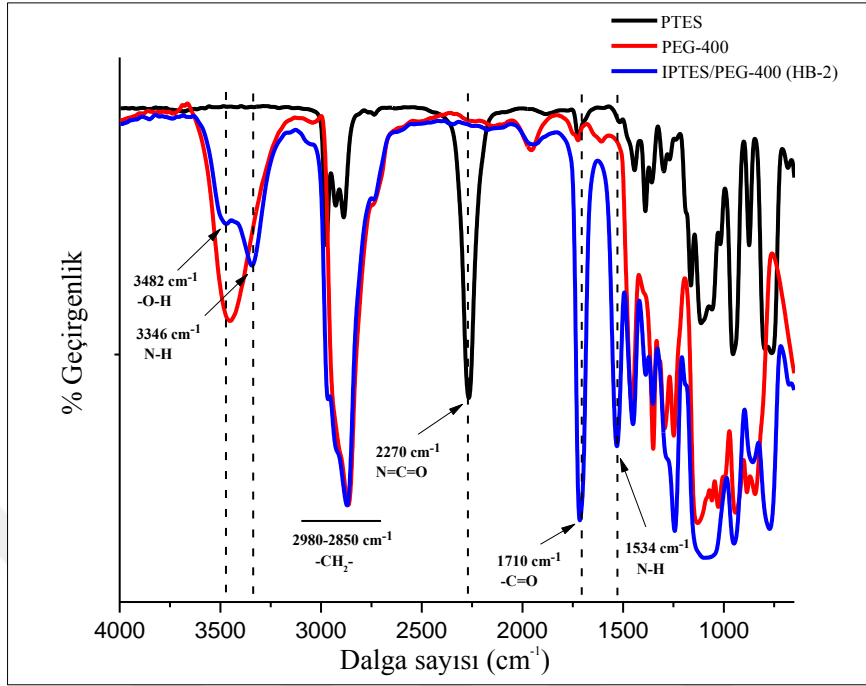
Şekil 4.1. HB-1, HB-2 ve HB-3 bileşiklerinin kimyasal yapısı



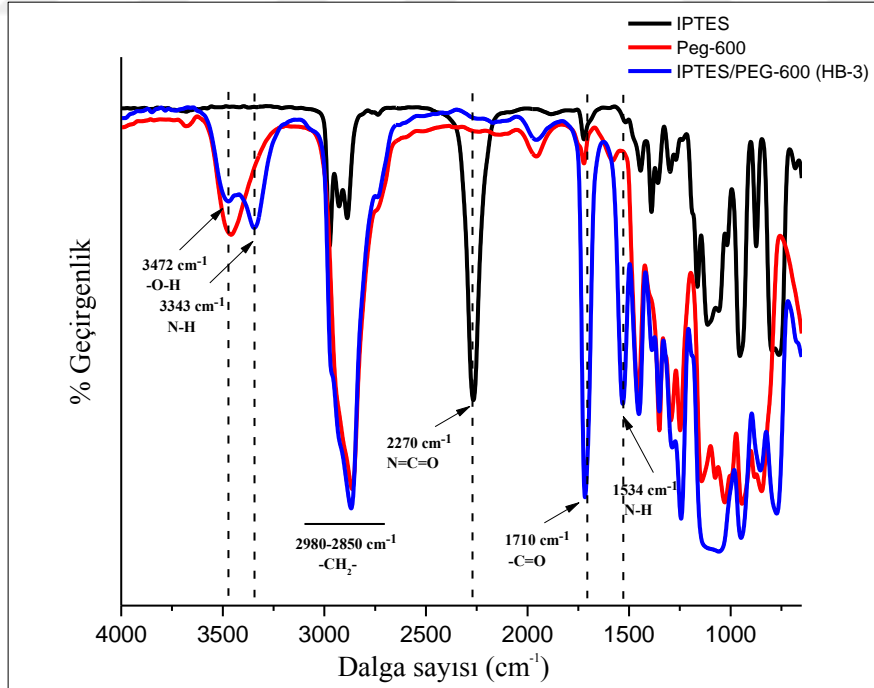
Şekil 4.2. IPTES/PEG-200 (HB-1) bileşiği FT-IR spektrumu

Şekil 4.2’de verilen spektrumlar incelendiğinde, IPTES ve PEG-200 arasında gerçekleşen reaksiyon sonrasında, 2270 cm^{-1} ’deki IPTES’e ait izosiyanat ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) karakteristik asimetrik gerilme pikinin tamamen ortadan kaybolduğu görülmektedir. Buna paralel olarak oluşan üretan grubuna ait 3330 cm^{-1} , 1534 cm^{-1} ’deki N-H ve 1710 cm^{-1} ’deki $-\text{C}=\text{O}$ gerilme piklerinin oluşması IPTES ve PEG-200 arasında gerçekleşen reaksiyonun tamamlandığı HB-1 bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca 3466 cm^{-1} ’de gözlenen $-\text{O}-\text{H}$ gerilme piki bileşik yapısında var olan $-\text{OH}$ fonksiyonel grubunu karakterize etmektedir.

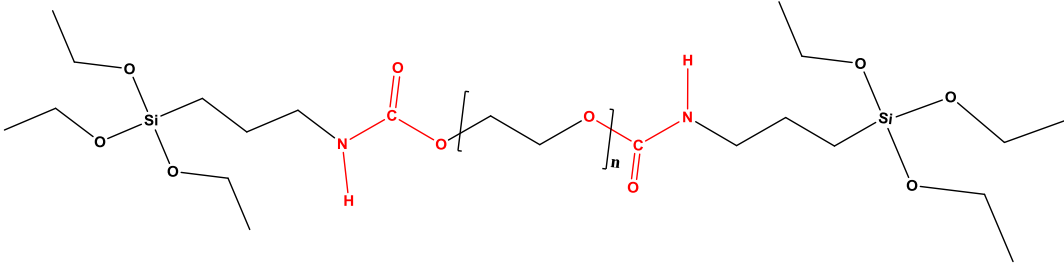
HB-2 ve HB-3 bileşikleri için FT-IR spektrumları Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te verilmiştir.



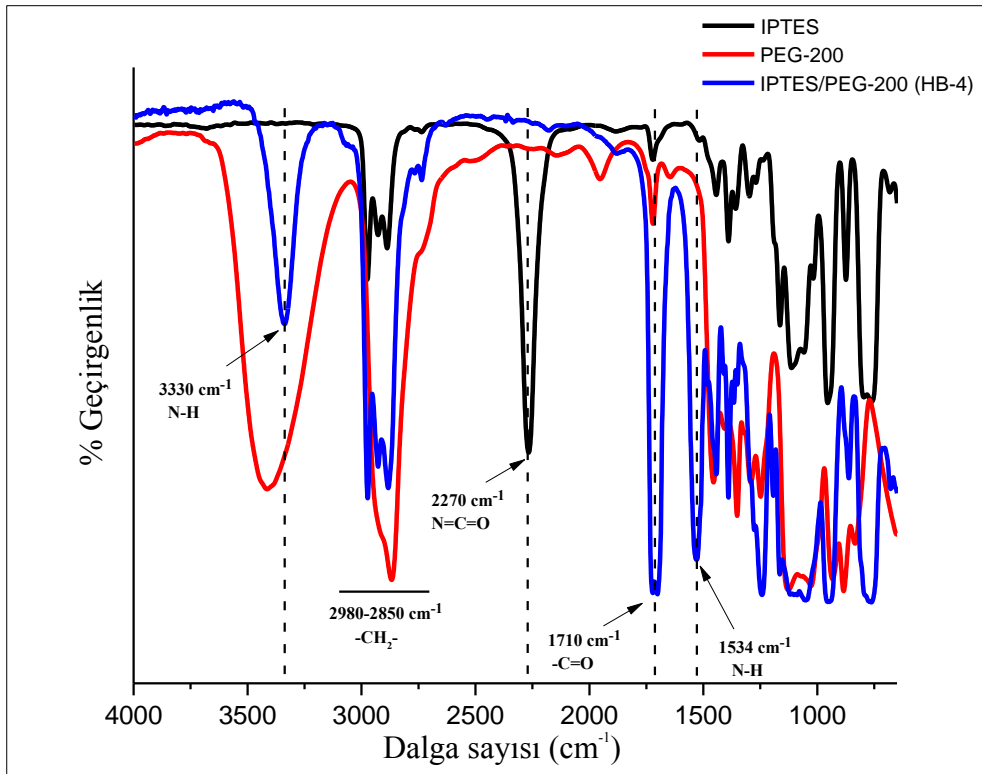
Şekil 4.3. IPTES/PEG-400 (HB-2) bileşiği FT-IR Spektrumu



Şekil 4.4. IPTES/PEG-600 (HB-3) bileşiği FT-IR Spektrumu



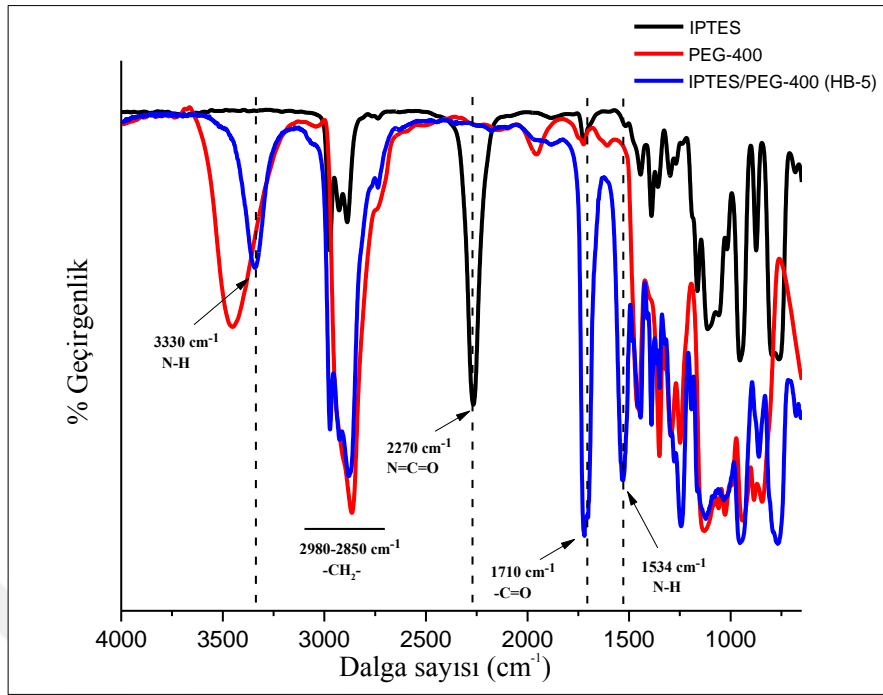
Şekil 4.5. HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin kimyasal yapısı



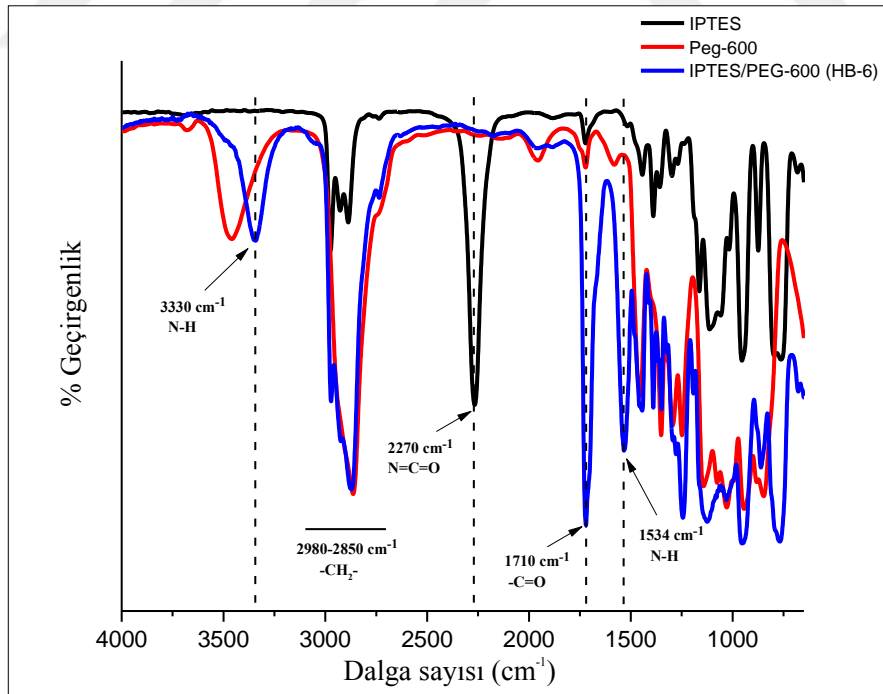
Şekil 4.6. IPTES/PEG-200 (HB-4) bileşiği FT-IR Spektrumu

Şekil 4.6’da verilen spektrumlar incelendiğinde, IPTES ve PEG-200 arasında gerçekleşen reaksiyon sonrasında, 2270 cm^{-1} ’deki IPTES’e ait izosiyanat ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) karakteristik asimetrik gerilme piki ve 3415 cm^{-1} ’deki PEG-200’e ait -O-H karakteristik gerilme piklerinin tamamen ortadan kaybolduğu görülmektedir. Buna paralel olarak oluşan ürean grubuna ait 3330 cm^{-1} , 1534 cm^{-1} ’deki N-H ve 1710 cm^{-1} ’deki $-\text{C}=\text{O}$ gerilme piklerinin oluşması IPTES ve PEG-200 arasında gerçekleşen reaksiyonun tamamlandığı HB-4 bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir.

HB-5 ve HB-6 bileşikleri için FT-IR spektrumları Şekil 4.7 ve Şekil 4.8’de verilmiştir.

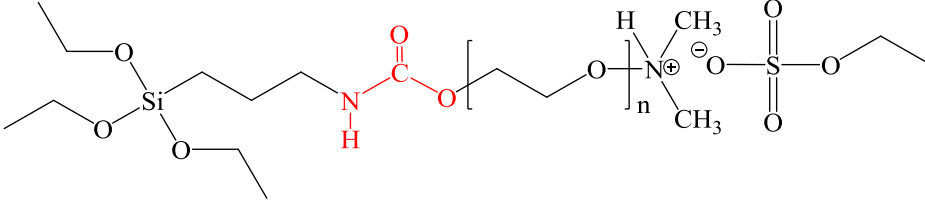


Şekil 4.7. IPTES/PEG-400 (HB-5) bileşiği FT-IR Spektrumu



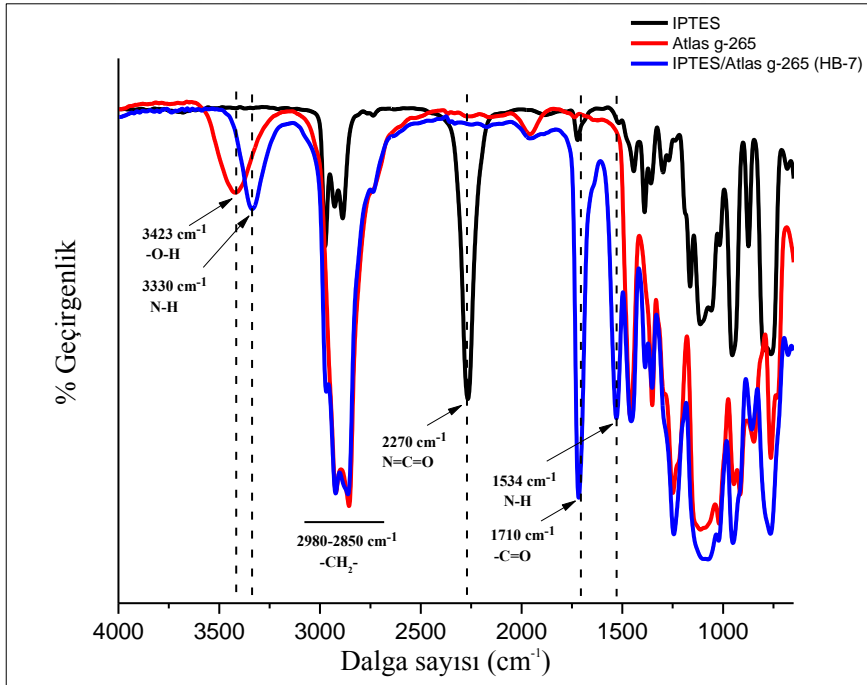
Şekil 4.8. IPTES/PEG-600 (HB-6) bileşiği FT-IR Spektrumu

4.1.2. HB-7 bileşiğinin FT-IR analizi



Şekil 4.9. HB-7 bileşiğinin kimyasal yapısı

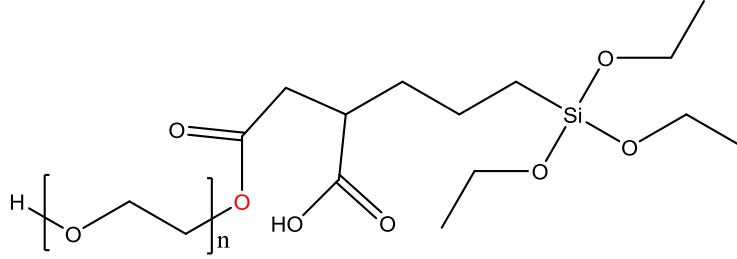
HB-7 bileşiği için FT-IR spektrumları Şekil 4.10’da verilmiştir.



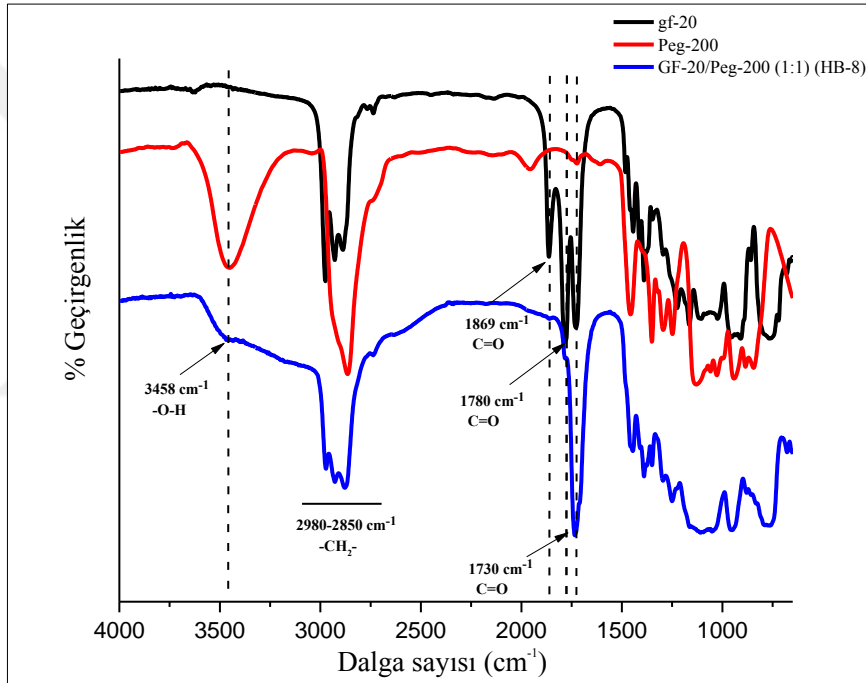
Şekil 4.10. IPTES/Atlas g-265 (HB-7) bileşiği FT-IR Spektrumu

Şekil 4.10’da verilen spektrumlar incelendiğinde, IPTES ve Atlas g-265 arasında gerçekleşen reaksiyon sonrasında, 2270 cm^{-1} ’deki IPTES’e ait izosiyanat ($\text{N}=\text{C}=\text{O}$) karakteristik asimetrik gerilme piki ve 3423 cm^{-1} ’deki Atlas g-265’e ait -O-H karakteristik gerilme piklerinin tamamen ortadan kaybolduğu görülmektedir. Buna paralel olarak oluşan üretan grubuna ait 3330 cm^{-1} , 1534 cm^{-1} ’deki N-H ve 1710 cm^{-1} ’deki -C=O gerilme piklerinin oluşması IPTES ve Atlas g-265 arasında gerçekleşen reaksiyonun tamamlandığı HB-7 bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir.

4.1.3. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin FT-IR analizi



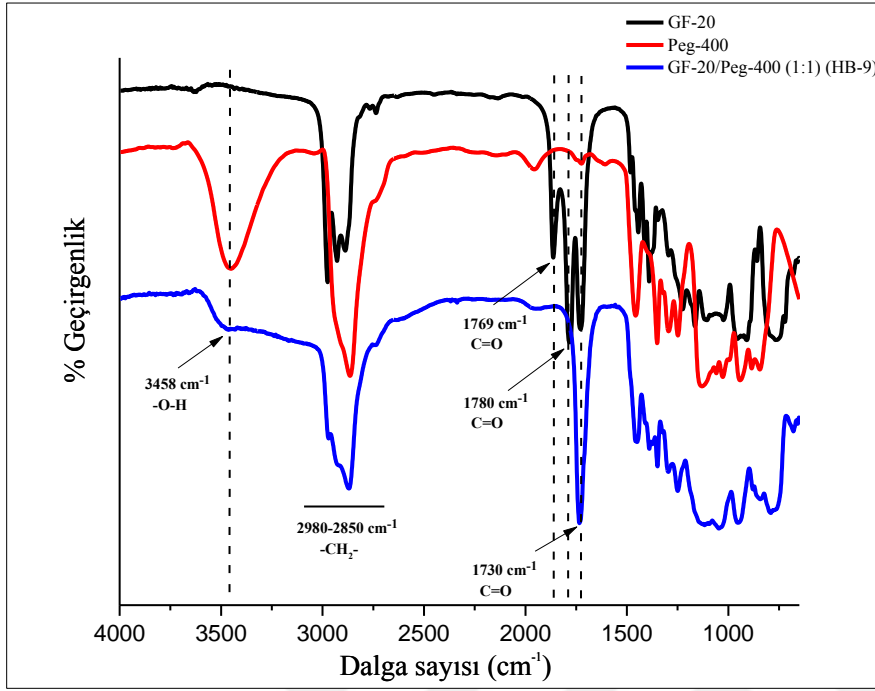
Şekil 4.11. HB-8, HB-9 ve HB-10 bileşiklerinin kimyasal yapısı



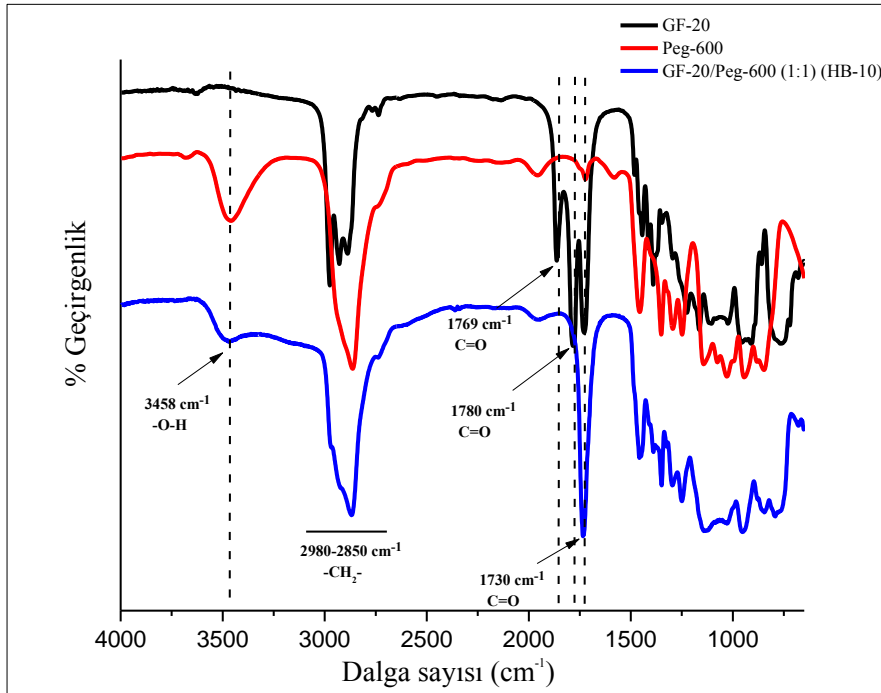
Şekil 4.12. GF-20/PEG-200 (HB-8) bileşiği FT-IR Spektrumu

Şekil 4.12’de verilen spektrumlar incelendiğinde, GF-20 ve PEG-200 arasında gerçekleşen reaksiyon sonrasında, GF-20’ye ait karakteristik 1869 cm^{-1} (C=O asimetric gerilme), 1780 cm^{-1} ’deki (C=O simetric gerilme) piklerinin tamamen ortadan kaybolduğu görülmektedir. Buna paralel olarak 1730 cm^{-1} ’deki estere ait C=O gerilme pikinin oluşması GF-20 ve PEG-200 arasında gerçekleşen esterifikasyon reaksiyonunun tamamlandığını HB-8 bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir. Ayrıca PEG-200’e ait 3458 cm^{-1} ’deki O-H gerilmesinin şiddetinde gözlenen azalma bu yaklaşımı desteklemektedir. Burada oluşan estere ait $1050\text{--}1160\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlenmesi gereken C-O-C asimetric gerilme piki, Si-OC₂H₅ gerilme piki ile örtüşmesinden dolayı gözlenmemektedir.

HB-9 ve HB-10 bileşikleri için FT-IR spektrumları Şekil 4.13 ve Şekil 4.14'de verilmiştir.

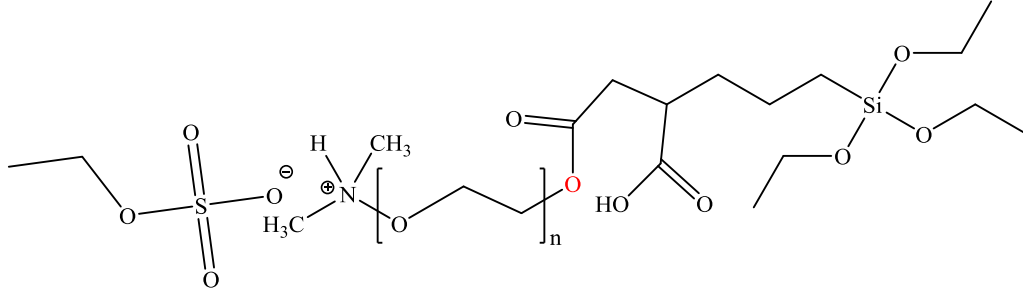


Şekil 4.13. GF-20/PEG-400 (HB-9) bileşigi FT-IR Spektrumu



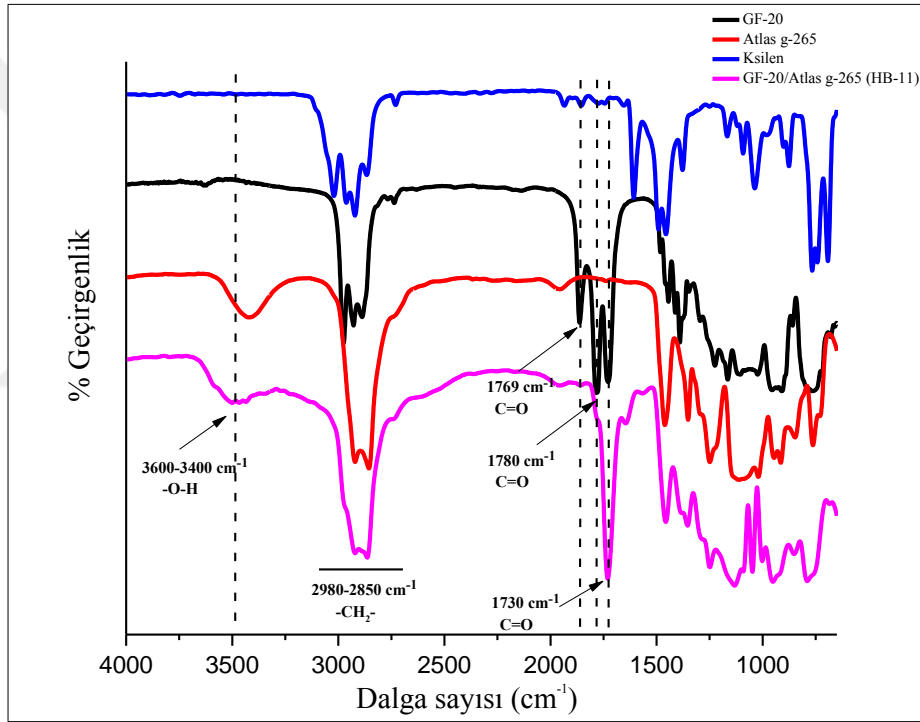
Şekil 4.14. GF-20/PEG-600 (HB-10) bileşigi FT-IR Spektrumu

4.1.4. HB-11 bileşiğinin FT-IR analizi



Şekil 4.15. HB-11 bileşiğinin yapısı

HB-11 bileşiği için FT-IR spektrumları Şekil 4.16'da verilmiştir.



Şekil 4.16. GF-20/Atlas g-265 (HB-11) bileşiği FT-IR Spektrumu

Şekil 4.16'da verilen spektrumlar incelendiğinde, GF-20 ve Atlas g-265 arasında gerçekleşen reaksiyon sonrasında, GF-20'ye ait karakteristik 1869 cm⁻¹ (C=O asimetrik gerilme), 1780 cm⁻¹'deki (C=O simetrik gerilme) piklerinin tamamen ortadan kaybolduğu görülmektedir. Buna paralel olarak 1730 cm⁻¹'deki estere ait C=O gerilme pikinin oluşması GF-20 ve Atlas g-265 arasında gerçekleşen esterifikasyon reaksiyonunun tamamlandığını HB-11 bileşiğinin oluştuğunu göstermektedir. Burada oluşan estere ait 1050-1160 cm⁻¹ aralığında gözlenmesi gereken C-O-C asimetrik gerilme piki, Si-OC₂H₅ gerilme piki ile örtüşmesinden dolayı gözlenmemektedir.

4.2. Hidrofilik Performans Test Sonuçları

4.2.1. Oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi

Buğu oluşumunu engelleyen hidrofilik kaplamaların bu fonksiyonel özelliklerini su ile temas ettikten sonra da koruyabilmeleri gerekmektedir. Bu fonksiyonel özelliğin sürekliliğinin tespit edilebilmesi için kaplamalara oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi uygulandı.

Bağlayıcı olarak poliizosiyanat (BHDI), epoksi (RD-19) ve melamin (FM) kullanılarak hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi sonuçları incelenmiştir.

Çizelge 4.1’de poliizosiyanat sisteminde farklı tür ve farklı moleküler ağırlıklarındaki poliollerin kullanılmasıyla elde edilen kaplamaların test sonuçları gösterilmiştir.

Çizelge 4.1. Poliizosiyanat sisteminde hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları

Sistem No	Kullanılan Poliöl	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
1	TPE-280	Başarılı	10°	Başarısız	50°
2	TPE-360	Başarılı	10°	Başarısız	50°
3	PK-triol-300	Başarılı	10°	Başarısız	47°
4	PK-triol-540	Başarılı	10°	Başarılı	42°
5	PK-triol-900	Başarılı	10°	Başarısız	50°
6	PK-tetraol-1000	Başarılı	10°	Başarısız	55°

Çapraz bağlayıcı varlığında PK-triol-540 poliöl ile hazırlanan kaplamanın oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı gösterdiği Çizelge 4.1’de görülmektedir. Fakat uygulanan test sonrasında kaplamanın hidrofilik özelliğini belirleyen suya karşı temas açısı değerinin 10°’den 42°’ye yükseldiği görülmüştür. Bu durumun, kaplamada kullanılan hidrofilik ajanların yüzeyden salınarak uzaklaşması sonucu gerçekleştiği düşünülmektedir.

BHDI/PK-triol-540 bağlayıcı matriksinde farklı HB’ler kullanılarak çeşitli kaplamalar hazırlanmıştır. Hazırlanan kaplamalarda kullanılan HB’lerin kaplamaların hidrofilik karakter üzerine olan etkisi araştırılmıştır. Elde edilen kaplamaların test sonuçları Çizelge 4.2’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.2. BHDİ/PK-triol-540 sistemi ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilitik performans sonuçları

Sistem No	Kullanılan HB	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
7	HB-1	Başarılı	15°	Başarısız	50°
8	HB-2	Başarılı	15°	Başarısız	50°
9	HB-3	Başarılı	15°	Başarısız	50°
10	HB-4	Başarılı	10°	Başarısız	50°
11	HB-5	Başarılı	10°	Başarısız	50°
12	HB-6	Başarılı	7°	Başarısız	50°
13	HB-7	Başarılı	12°	Başarısız	50°
14	HB-8	Başarılı	15°	Başarısız	50°
15	HB-9	Başarılı	12°	Başarısız	50°
16	HB-10	Başarılı	10°	Başarısız	50°
17	HB-11	Başarılı	13°	Başarısız	50°
18	HB-7/HB-1	Başarılı	15°	Başarısız	50°
19	HB-7/HB-2	Başarılı	15°	Başarısız	50°
20	HB-7/HB-3	Başarılı	15°	Başarısız	50°
21	HB-7/HB-4	Başarılı	10°	Başarılı	42°
22	HB-7/HB-5	Başarılı	7°	Başarılı	40°
23	HB-7/HB-6	Başarılı	5°	Başarılı	39°

Çizelge 4.2 incelendiğinde HB-4, HB-5 ve HB-6 bileşiklerinin ayrı ayrı HB-7 bileşiği varlığında kullanılması ile hazırlanan 21, 22 ve 23 No'lu kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı gösterdiği görülmektedir.

Elde edilen 21, 22 ve 23 No'lu kaplamalarda kullanılan HB'lerin PEG zincir uzunluğu arttıkça kaplamanın suya karşı yaptığı temas açısı değerinin düştüğü görülmüştür. Hidrofilitik karakterin iyileşmesi kullanılan PEG'ün moleküler ağırlığındaki artıştan kaynaklanmaktadır.

Hidrofilitik kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı sağlayabilmesi için kullanılan sürfektanın kaplama matrisine kimyasal bağ ile bağlanabilmesi gerekmektedir. Bu kapsamda epoksi sisteminde farklı sürfektanların kullanılmasının kaplamaların hidrofilitik karakterleri üzerine olan etkisi araştırılmıştır. Elde edilen kaplamaların test sonuçları Çizelge 4.3'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.3. Epoksi sistemi ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilitik performans sonuçları

Sistem No	Kullanılan Sürfektan	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
24	Tween-80	Başarısız	40°	Başarısız	50°
25	Triton X-100	Başarılı	15°	Başarısız	50°
26	Brij-O10	Başarılı	15°	Başarılı	40°
27	SDDS	Başarılı	5°	Başarısız	50°

Çizelge 4.3 incelendiğinde epoksi sisteminde Tween-80, Triton X-100 ve SDDS sürfektanları kullanılarak hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı gösteremediği, Brij-O10 sürfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamaların ise testi başarı ile geçtiği görülmüştür.

Tween-80 sürfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamanın suya karşı temas açısı değerinin yüksek (suya karşı temas açısı 40°) olması kullanılan sürfektanın istenilen hidrofilik karaktere sahip olmadığını göstermektedir.

Triton X-100 ve SDDS sürfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamada istenilen hidrofilik karakter sağlamıştır (suya karşı temas açısı 5° ve 15°). Fakat uygulanan test sonrası kaplamaların suya karşı temas açısı değerinin 50°'ye yükseldiği görülmüştür. Kullanılan sürfektanların matris içersine kimyasal olarak bağlanamayıp yüzeyden salınımı ile hidrofilik özelliğin değiştiği düşünülmektedir.

Brij-O10 sürfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamada ise uygulanan test sonrası yüzeylerin suya karşı temas açısı değerleri 15°'den 40°'ye yükseldiği görülmüştür. Temas açısı değerinin test sonrasında başlangıç değerini koruması için Brij-O10'un kaplama matrisindeki miktarının artırılması gerektiği düşünülmüştür. Brij-O10 toplam katıdaki ağırlıkça %5'ten %11'e kadar kademeli olarak artırılarak kaplama performansları incelenmiştir. Test sonuçları Çizelge 4.4'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.4. Farklı oranlarda Brij-O10 içeren kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları

Sistem No	Ağırlıkça % Brij-O10	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
26	5	Başarılı	15°	Başarılı	40°
28	7	Başarılı	13°	Başarılı	37°
29	9	Başarılı	10°	Başarılı	35°
30	11	Başarılı	10°	Başarılı	32°

Çözeltideki Brij-O10 miktarının artırılması uygulanan test sonrasında kaplamaların suya karşı temas açısı değerlerini 40°'den 32°'ye kadar düşürdüğü görülmüştür. Brij-O10 miktarının tek başına artırılması sadece kaplamanın suya karşı performans dayanım süresini bir miktar daha arttırmaktadır. Fakat uzun süreli performans sağlamak için sürfektanın kimyasal olarak bağlanabileceği uygun kaplama matrisi oluşturulması gerekmektedir. Bu sebeple epoksi bağlayıcı yerine altı adet çapraz bağlama yapabilecek grup taşıyan melamin reçine kullanılmasına karar verilmiştir. Böylece hidrofilik bileşenlerin kaplama matrisine kimyasal olarak bağlanması kolaylaşacaktır. Ayrıca bileşenlerin birden fazla çapraz bağlanması ile dallanmaların ve moleküler ağırlığın artması sonucu kaplamaların sudan etkilenmesinin engellenebileceği düşünülmektedir.

Çizelge 4.5'te melanin bağlayıcı sisteminde farklı sürfektanların kullanılmasıyla hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve test

sonrasında yüzeylerin suya karşı temas açısı değerleri ve beher testi sonuçları gösterilmiştir.

Çizelge 4.5. Melamin sistemi ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları

Sistem No	Kullanılan Sürfektanlar	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
44	Brij-O10	Başarılı	10°	Başarılı	10°
45	Brij-S10	Başarılı	10°	Başarılı	15°
46	Brij-C10	Başarılı	10°	Başarılı	20°

Çizelge 4.5 incelendiğinde melamin bağlayıcı sisteminde farklı sürfektanların kullanılması ile hazırlanan kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı sağladığı görülmektedir. Ayrıca bu üç sürfektan içerisinde Brij-O10 kullanılarak hazırlanan 44 No'lu kaplamaya uygulanan test sonrasında suya karşı temas açısı değerlerinin sabit kaldığı (değişmediği) gözlenmiştir. Bu kaplamaya ait beher testi görüntüsü Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4.17. Oda sıcaklığında su emme-buğulanma testi sonrası 44 No'lu kaplamaya ait beher testi görüntüsü

4.2.2. Kaynar su emme-buğulanma testi

Hidrofilik kaplamaların fonksiyonel özelliklerini kaynar su ile temas ettikten sonra da ne derecede koruyabildiklerini tespit edebilmek için oda sıcaklığında su emme-buğulanma testinde başarı gösteren kaplamalara kaynar su emme-buğulanma testi uygulanmıştır. Test sonuçları Çizelge 4.6'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.6. Farklı bağlayıcı sistemleri ile hazırlanan kaplamaların kaynar su emme-buğulanma testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları

Sistem No	Kaplama Matriksi	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Beher Testi	Temas Açısı	Beher Testi	Temas Açısı
21	BHDI:(HB-4/HB-7)/SDDS	Başarılı	10°	Başarısız	75°
22	BHDI:(HB-5/HB-7)/SDDS	Başarılı	7°	Başarısız	75°
23	BHDI:(HB-6/HB-7)/SDDS	Başarılı	5°	Başarısız	75°
26	RD-19:(HB-6/HB-7)/Brij-O10	Başarılı	15°	Başarısız	65°
44	MF:(HB-6/HB-7)/Brij-O10	Başarılı	10°	Başarılı	10°
45	MF:(HB-6/HB-7)/Brij-S10	Başarılı	10°	Başarılı	30°
46	MF:(HB-6/HB-7)/Brij-C10	Başarılı	10°	Başarılı	35°

Çizelge 4.6 incelendiğinde poliizosiyanat ve epoksi bağlayıcı sistemleri kullanılarak hazırlanan kaplamalar uygulanan testte başarı sağlayamazken melamin bağlayıcı sisteminin kullanılmasıyla hazırlanan kaplamaların testte başarı gösterdiği görülmektedir. Ayrıca melamin matrisinde kullanılan sürfektanlar içerisinde Brij-O10 kullanılarak hazırlanan 44 No'lu kaplamaya uygulanan test sonrasında suya karşı temas açısı değerlerini sabit kaldığı gözlenmiştir. Bu kaplamaya ait beher testi görüntüsü Şekil 4.18'de verilmiştir.



Şekil 4.18. Kaynar su emme-buğulanma testi sonrası 44 No'lu kaplamaya ait beher testi görüntüsü

Elde edilen bu sonuçlar doğrultusunda testlerde başarı sağlayan melamin bağlayıcı sistemi kullanılarak hazırlanan kaplamalara diğer hidrofilik performans testlerin uygulanması uygun görülmüştür.

4.2.3. Buğu testi

Birj-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 sürfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No'lu kaplamalara buğu testi uygulandı. Kaplamaların buğu testinde dörtlük skalada A (buğulanma yok) performansı gösterdikleri belirlendi. 44 No'lu kaplamaya ait buğu testi görüntüsü Şekil 4.19'da verilmiştir.



Şekil 4.19. 44 No'lu kaplamaya ait buğu testi testi görüntüsü

4.2.4. Nefes testi

Birj-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 sürfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No'lu kaplamalara nefes testi uygulandı. Kaplamalar nefes testini başarı ile geçtiği gözlemlendi. 44 No'lu kaplamaya ait nefes testi görüntüsü Şekil 4.20'de verilmiştir.



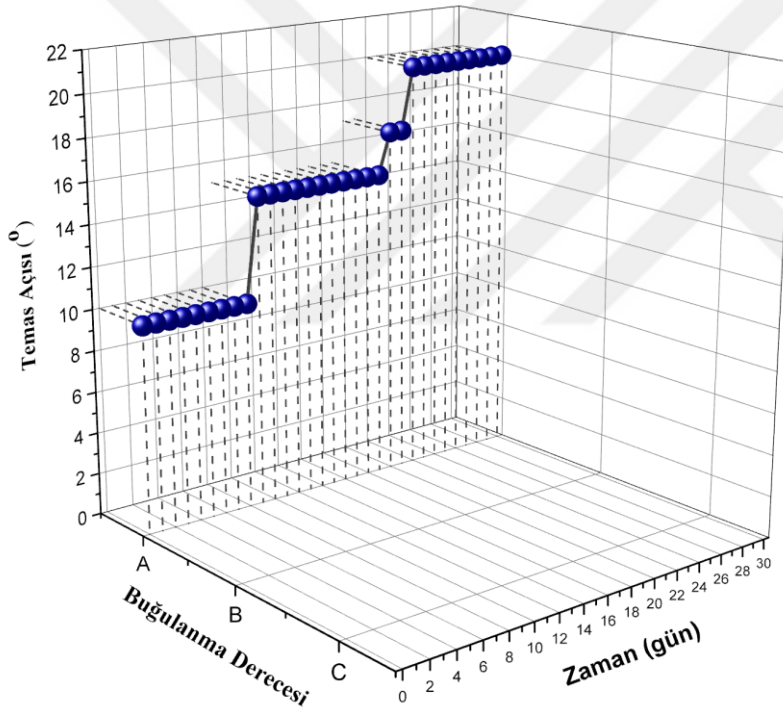
Şekil 4.20. 44 No'lu kaplamaya ait nefes testi testi görüntüsü

4.2.5. Uzun süreli performans testi

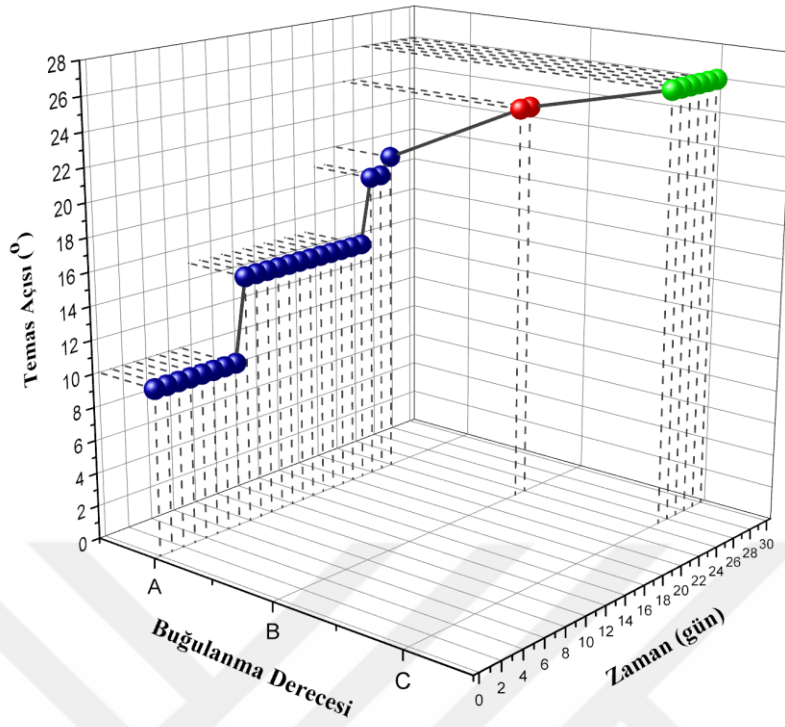
Kaplamaların yüksek nem içeren sıcak ve soğuk koşullarında hidrofilik performans özelliklerinin nasıl etkilendiğini araştırmak için; +38°C’de %90 bağıl nem ve +4°C’de %66 bağıl nem koşullarında kaplamalar 30 gün bekletildi. Bu süre içerisinde kaplamaların hidrofilik performans özelliklerinde meydana gelebilecek değişimler incelendi.

4.2.5.1. +38°C’de %90 bağıl nem koşulunda uzun süreli performans testi

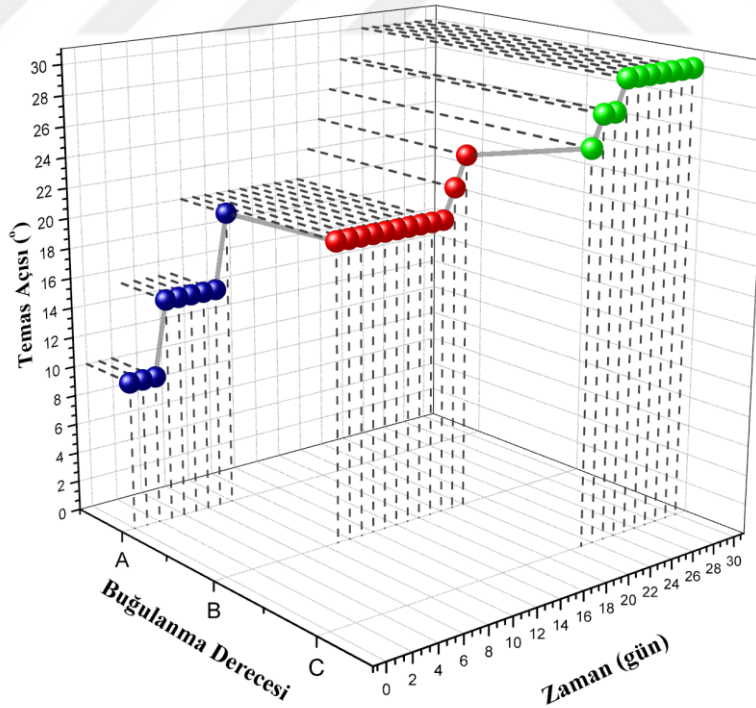
Melamin bağlayıcı sisteminde Birj-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 sürfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No’lu kaplamalar 30 gün boyunca 38°C’de %90 bağıl neme maruz bırakıldı. Kaplamaların her gün suya karşı temas açısı değerleri ölçülerek buzdolabında buğu göstermeme dereceleri belirlendi. Suyu karşı temas açısı ve buzdolabında buğu göstermeme dereceleri Şekil 21, Şekil 22 ve Şekil 23’te verilmiştir.



Şekil 4.21. 44 No’lu kaplamanın +38°C’de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi



Şekil 4.22. 45 No'lu kaplamanın +38°C'de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi

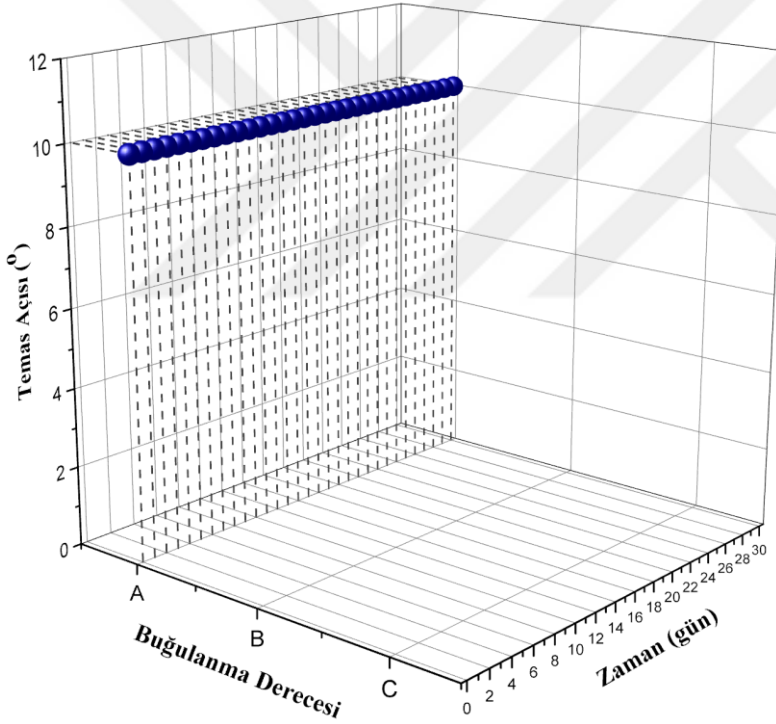


Şekil 4.23. 46 No'lu kaplamanın +38°C'de %90 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi

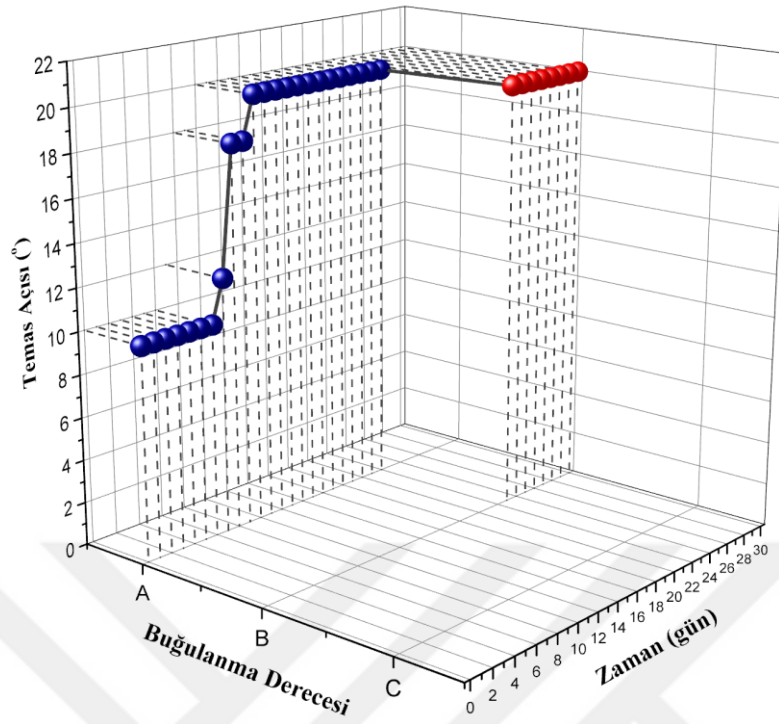
Şekil 4.21, Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'de kaplamalara uygulanan +38°C'de %90 bağıl nem koşullarında uzun süreli performans test sonuçları şematize edilmiştir. Test sonuçları değerlendirildiğinde Birj-O10 surfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamaların Brij-S10 ve Brij-C10 kullanılarak hazırlanan kaplamalara göre daha üstün performans sergilediği görülmektedir. Brij-O10 içeren kaplamanın suya karşı temas açısı değerinin bu koşullar altında 30. gün sonunda max 20°'ye yükseldiği, buzdolabında buğulanma derecesinde ise (A- buğulanma yok) bir değişimin gerçekleşmediği gözlenmiştir.

4.2.5.2. +4°C'de %66 nem koşulunda uzun süreli performans testi

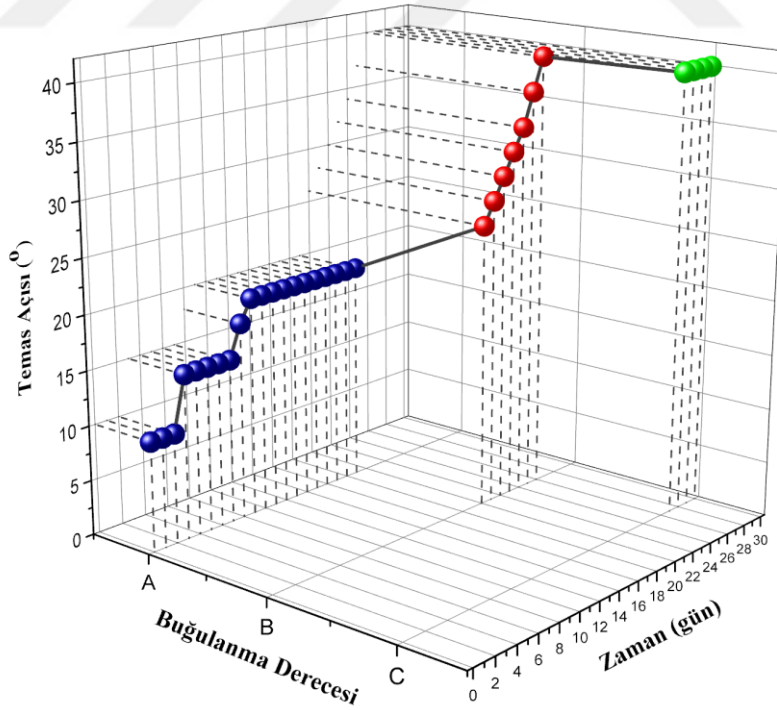
Melamin bağlayıcı sisteminde Birj-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 surfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No'lu kaplamalar 30 gün boyunca +4°C'de %66 neme maruz bırakıldı. Kaplamaların her gün suya karşı temas açısı değerleri ölçülerek buzdolabında buğu gösterme dereceleri belirlendi. Suya karşı temas açısı ve buzdolabında buğu gösterme dereceleri Şekil 4.24, Şekil 25 ve Şekil 26'da verilmiştir.



Şekil 4.24. 44 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi



Şekil 4.25. 45 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi



Şekil 4.26. 46 No'lu kaplamanın +4°C'de %66 nem koşulunda zamana karşı gösterdiği hidrofilik performans değişimi

Şekil 4.24, Şekil 4.25 ve Şekil 4.26’de kaplamalara uygulanan +4°C’de %66 bağıl nem koşullarında uzun süreli performans test sonuçları şematize edilmiştir. Test sonuçları değerlendirildiğinde Birj-O10 surfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamaların Brij-S10 ve Brij-C10 kullanılarak hazırlanan kaplamalara göre daha üstün performans sergilediği görülmektedir. Brij-O10 içeren kaplamanın suya karşı temas açısı değeri ve buzdolabında buğulanma derecesinde (10°, A-buğulanma yok) 30. gün sonunda herhangi bir değişim olmadığı gözlenmiştir.

4.2.6. Deterjan dayanımı testi

Melamin bağlayıcı sisteminde Birj-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 surfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No’lu kaplamalara deterjan dayanımı testi uygulandı. Test sonrası kaplamaların suya karşı temas açısı değerleri ve buğu testi sonuçları Çizelge 4.7’de özetlenmiştir.

Çizelge 4.7. Kaplamaların deterjan dayanımı testi öncesi ve sonrası hidrofilik performans sonuçları

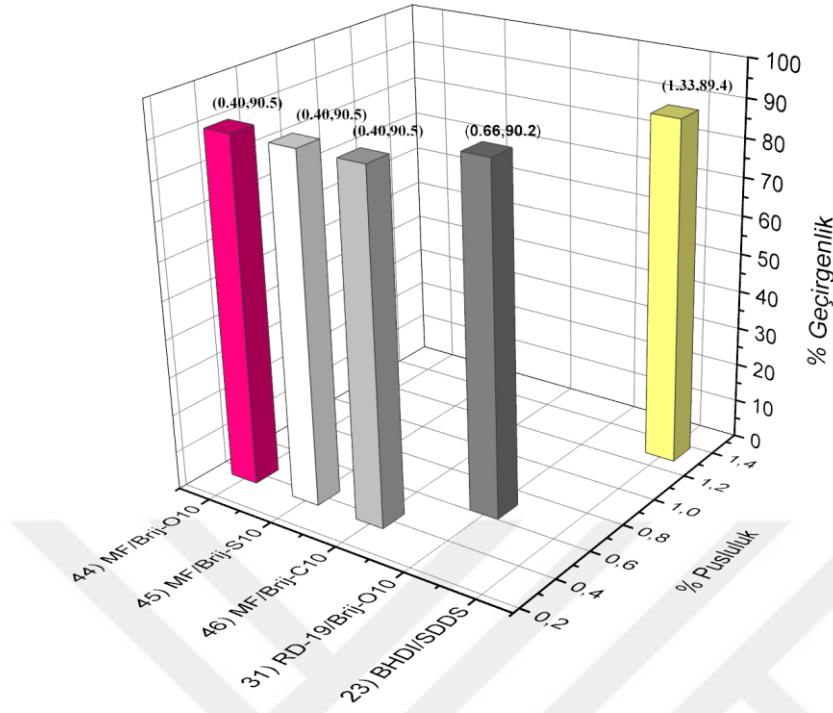
Kullanılan Kimyasal (%50 Suda)	Sistem No	Test Öncesi		Test Sonrası	
		Temas Açısı	Buğu Testi	Temas Açısı	Buğu Testi
Bulaşık deterjanı	44	10°	A	12°	A
	45	10°	A	15°	A
	46	10°	A	17°	A
Çamaşır suyu	44	10°	A	11°	A
	45	10°	A	16°	A
	46	10°	A	20°	A
Sodyum Karbonat	44	10°	A	13°	A
	45	10°	A	15°	A
	46	10°	A	20°	A

Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde Birj-O10 surfektanı kullanılarak hazırlanan kaplamaların Brij-S10 ve Brij-C10 kullanılarak hazırlanan kaplamalara göre daha başarılı performans sergilediği görülmektedir. 44 No’lu kaplamaların bulaşık deterjanı, çamaşır suyu ve sodyum karbonatlı su ile 1000 çevrim silindikten sonra yüzeylerin suya karşı temas açısı değerlerinin 10°’den sırasıyla 12°, 11° ve 13°’ye yükseldiği görülmüştür. Ayrıca temas açısındaki bu artışın buğu testi performansında herhangi bir değişime sebep olmadığı “A (buğulanma yok)” belirlenmiştir.

4.3. Optik Analiz Sonuçları

4.3.1. % Pusluluk ve % Işık geçirgenliği analizi

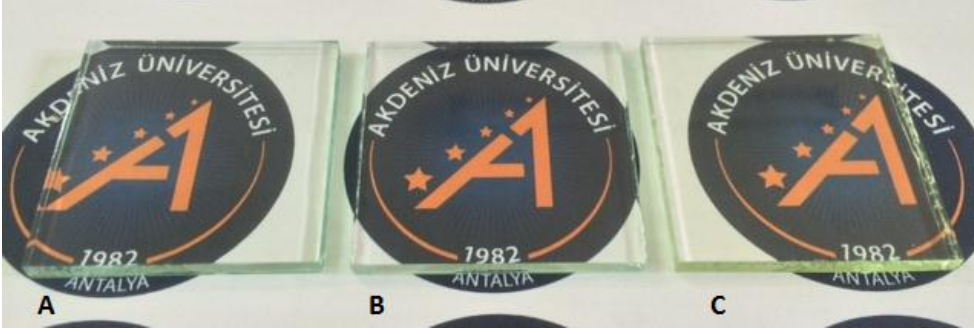
Şekil 4.27’de poliizosiyanat, epoksi ve melamin bağlayıcı sistemlerinin kullanılması ile hazırlanan 23, 31 44, 45 ve 46 No’lu (BHDI/SDDS, MF/Brij-O10, MF/Brij-S10, MF/Brij-C10 ve RD-19/Brij-O10) kaplamaların % Pusluluk ve % Işık geçirgenlik sonuçları gösterilmiştir.



Şekil 4.27. Kaplamaların % Pisluluk ve % Işık geçirgenlik özellikleri

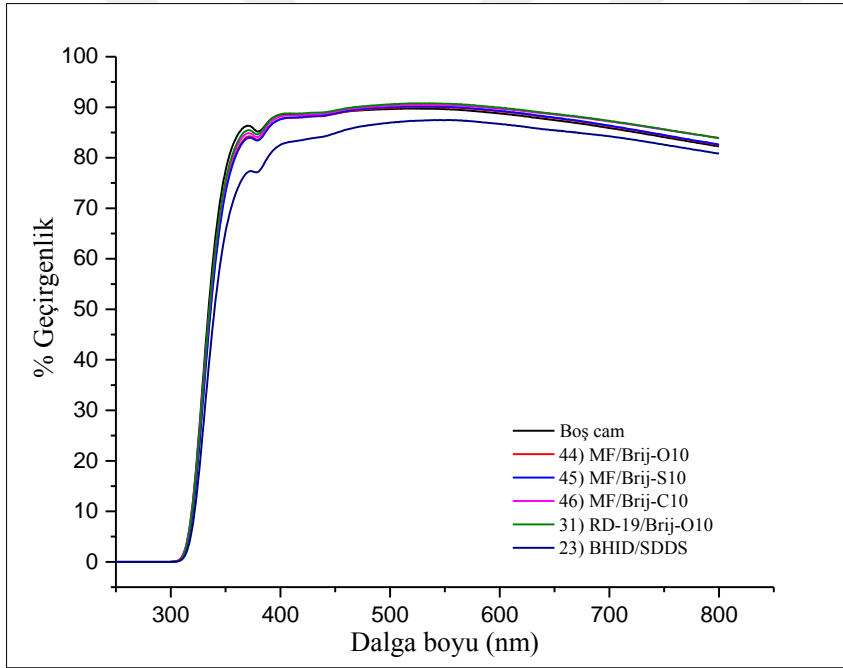
Işık geçirgenliği ve haze cam gibi optik materyallerde son derece önemlidir. Şeffaf materyaller yüksek ışık geçirgenliğine ve düşük haze değerine sahiptirler. Elde edilen kaplamalar şeffaf yüzeylerde kullanılacağı için kaplamaların % Pisluluk ve % Işık geçirgenliği değerleri önem teşkil etmektedir. Işık geçirgenliği yüksek, şeffaf bir kaplamada % Pisluluk değerinin ≤ 1 olması beklenmektedir.

Şekil 4.27 incelendiğinde melamin ve epoksi bağlayıcıları kullanılarak hazırlanan kaplamaların % Pisluluk değerleri ≤ 1 iken poliizosiyanat bağlayıcısı kullanılarak hazırlanan kaplamaların % Pisluluk değeri >1 'dir. Poliizosiyanat içeren kaplamaların sertleştirme işlemi esnasında yüzeylerinde meydana gelen sararma ışık geçirgenliğinin düşmesine pisluluk değerinin yükselmesine neden olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.28'de verilen kaplamalara ait fotoğraflarda bu sararma görülmektedir. Bu durum % Pisluluk değerinin yüksek olmasına neden olurken kaplamanın % Işık geçirgenliğini de azaltmaktadır.



Şekil 4.28. MF/Brij-O10 (A), RD-19/Brij-O10 (B) ve BHDI/SDDS (C) sistemleri ile hazırlanan kaplamalara ait fotoğraflar

Şekil 4.29'da MF/Brij-O10, MF/Brij-S10, MF/Brij-C10, RD-19/Brij-O10 ve BHDI/SDDS sistemleri ile hazırlanan kaplamaların % Işık geçirgenlik sonuçları görülmektedir.



Şekil 4.29. Kaplamaların UV spektrumları

Kaplamaların % Işık geçirgenlikleri 200-800 nm dalga boyu aralığında UV spektrumları incelendiğinde, MF/Brij-O10, MF/Brij-S10, MF/Brij-C10 ve Epoksi/Brij-O10 sistemleri kullanılarak hazırlanan kaplama filmlerinin camın görünür bölgedeki ışık geçirgenliğini etkilemediği gözlenmiştir.

4.4. Mekanik Test Sonuçları

4.4.1. Tutunma, çizilme direnci ve kalem sertlik testi

Epoksi bağlayıcı sisteminde kullanılan SiO₂ miktarının kaplamaların mekanik performansları üzerine olan etkisi araştırıldı. SiO₂ miktarı toplam katıda ağırlıkça %11'den %17'ye kadar kademeli olarak artırılarak kaplamaların mekanik performansları incelendi. Kaplamaların mekanik test sonuçları Çizelge 4.8'de gösterilmiştir.

Çizelge 4.8. Epoksi bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda SiO₂ içeren kaplamaların mekanik test sonuçları

Sistem No	Ağırlıkça % SiO ₂ Miktarı	Tutunma Testi	Çizilme Direnci Testi	Kalem Sertlik Testi
30	11	5B	1,0N	F
31	15	5B	1,2N	F
32	17	0B	1,2N	HB

Çizelge 4.8 incelendiğinde ağırlıkça %15'ten fazla SiO₂ içeren kaplamaların tutunma performansı başarısının 5B'den 0B'ye düştüğü görülmektedir. Bu sebeple kaplama sistemine ağırlıkça en fazla %15 SiO₂ eklenmesi gerektiğine karar verildi.

Çizelge 4.9. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı polioller içeren kaplamaların mekanik test sonuçları

Sistem No	Kullanılan Poliöl	Tutunma Testi	Çizilme Direnci Testi	Kalem Sertlik Testi
33	TPE-280	5B	1,5N	F
34	TPE-360	5B	2,0N	F
35	PK-triöl-300	0B	2,0N	F
36	PK-triöl-540	0B	2,0N	F
37	PK-triöl-900	0B	2,0N	F
38	PK-tetraöl-1000	0B	2,5N	H

Melamin bağlayıcı sisteminde farklı poliollerin kullanılmasıyla elde edilen kaplamaların mekanik özellikleri Çizelge 4.9'da incelendiğinde en iyi performans TPE-360 poliölünün kullanıldığı kaplamada elde edildi. Bu sebeple çalışmalara bu poliöl kullanılarak devam edilmesi gerektiğine karar verildi.

Melamin bağlayıcı sisteminde kullanılan MF miktarının kaplamaların mekanik performansları üzerine olan etkisi araştırıldı. MF miktarı toplam katıda ağırlıkça %10'den %25'e kadar kademeli olarak artırılarak elde edilen kaplamaların mekanik performansları incelendi. Kaplamaların mekanik test sonuçları Çizelge 4.10'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.10. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda MF içeren kaplamaların mekanik test sonuçları

Sistem No	Ağırlıkça % MF Miktarı	Tutunma Testi	Çizilme Direnci Testi	Kalem Sertlik Testi
34	10	5B	2,0N	F
39	15	3B	2,0N	H
40	20	3B	2,0N	H
41	25	1B	2,5N	H

Çizelge 4.10 incelendiğinde ağırlıkça %10'dan fazla MF içeren kaplamaların tutunma performansı başarısını 5B'den 1B'ye kadar düşürdüğü görüldü. Çapraz bağlayıcı miktarının artması, substrat yüzeyine tutunmayı sağlayacak olan fonksiyonel grupların matriks içerisine kimyasal olarak bağlanmasını gerçekleştirmiş olabilir. Yüzeyde tutunmayı sağlayan fonksiyonel grup sayısında meydana gelmiş olabilecek bu azalmanın, tutunma performansını zayıflatmış olabileceği düşünülmektedir. Bu sebeple kaplama sistemine ağırlıkça en fazla %10 MF kullanılması gerektiğine karar verildi.

Buğu oluşumunu engelleyen kaplamalara AB özellik kazandırmak için kullanılan AB ajan miktarının kaplamaların mekanik performansları üzerine olan etkisi araştırıldı. AB ajan miktarı toplam katıda ağırlıkça %0,5'den %2'ye kadar kademeli olarak artırılarak elde edilen kaplamaların mekanik kaplama performansları incelendi. Kaplamaların mekanik test sonuçları Çizelge 4.10'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.11. Melamin bağlayıcı sisteminde farklı oranlarda AB ajan içeren kaplamaların mekanik test sonuçları

Sistem No	Ağırlıkça % Klorhekzidin Miktarı	Tutunma Testi	Çizilme Direnci Testi	Kalem Sertlik Testi
42	2	3B	1,5N	B
43	1	4B	1,5N	B
44	0,5	4B	2,0N	F
34	0	5B	2,0N	F

Çizelge 4.11 incelendiğinde kaplamalara AB ajan eklenmesi sonucu kaplamaların tutunma performansında 5B'den 3B'ye kadar bir düşüşün gerçekleştiği görüldü. Kullanılan AB ajanın bazik karaktere sahip olması, kondenzasyon reaksiyonlarının hızlanmasına sebep olmaktadır (Orcel vd 1988). Silanol gruplarının kendi arasında hızlıca kondenze olması, yüzeye tutunacak olan silanol grup sayısının azalmasına sebep olmaktadır. Bu durum tutunmanın 5B'den 4B'ye zayıflaması ile sonuçlanmıştır. Bu sebeple kaplama sisteminde ağırlıkça en fazla %0,5 AB ajan kullanılması gerektiğine karar verildi.

Melamin bağlayıcı sisteminde farklı sürfektanlar kullanılarak hazırlanan anti-bakteriyel kaplamaların mekanik performans test sonuçları Çizelge 4.11'de gösterilmiştir.

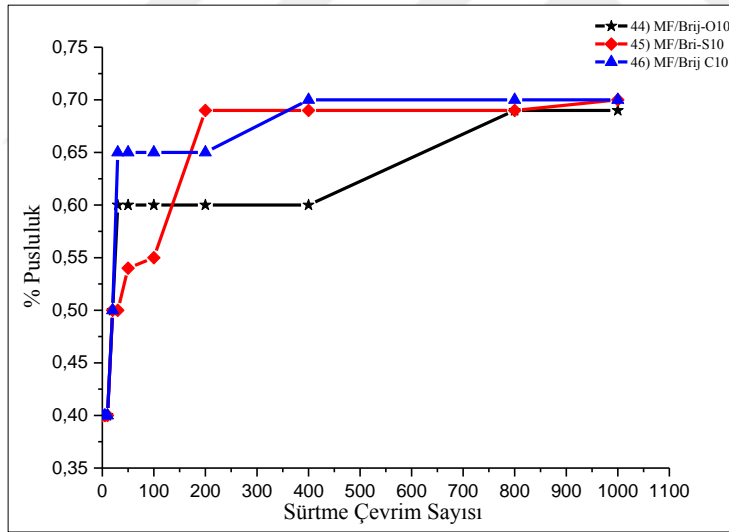
Çizelge 4.12. Melamin bağlayıcı sisteminde AB ajan içeren kaplamaların mekanik test sonuçları

Sistem No	Kullanılan Sürfektan	Tutunma Testi	Çizilme Direnci Testi	Kalem Sertlik Testi
44	Brij-O10	4B	2,0N	F
45	Brij-S10	4B	2,0N	F
46	Brij-C10	0B	2,0N	F

Çizelge 4.12 incelendiğinde elde edilen kaplamalardan Brij-O10 ve Brij-S10 sürfektanı içeren kaplamaların tutunma testi sonucu 4B iken Brij-C10 kullanılarak hazırlanan kaplamada bu değer 0B olduğu görülmüştür.

4.4.2. Sürtme hashğı testi

Elde edilen MF/Brij-O10, MF/Brij-S10 ve MF/Brij-C10 sistemlerine ait 44, 45, 46 No'lu kaplamaların maruz kalabilecek sürtünme koşullarına karşılık kaplama yüzeylerinde meydana gelebilecek optik deęişim knokmetre cihazı kullanılarak incelendi. Deęerlendirme sürtünme sayısına (çevrim) karşılık yüzeydeki % Pusluluk deęeri ölçülerek belirlenmiştir.

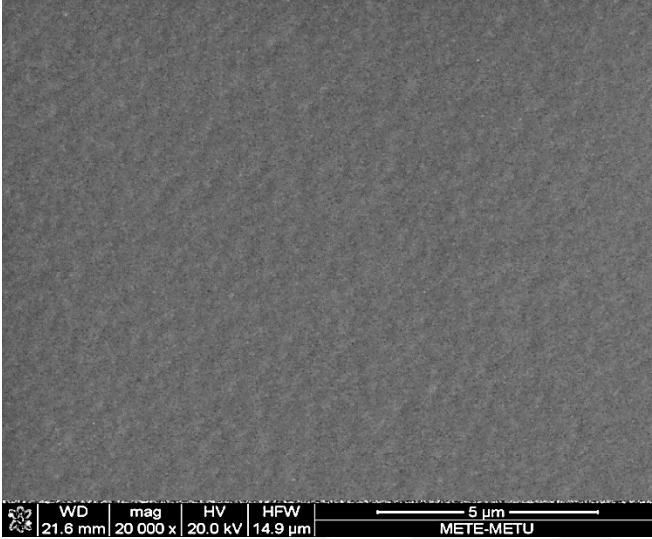


Şekil 4.30. Kaplamaların sürtünme çevrim sayısına baęlı % Pusluluk özellikleri

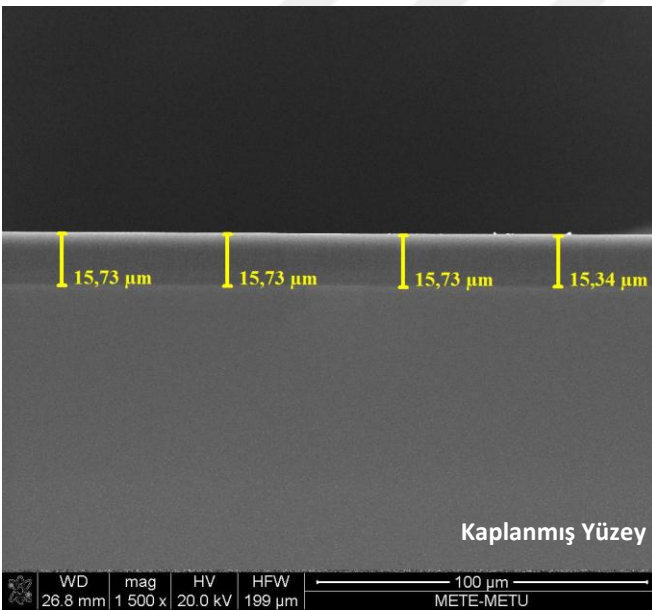
Şekil 4.30'da kaplamaların sürtme çevrim sayısına karşılık % Pusluluk deęerlerinde meydana gelen deęişim görülmektedir. Kaplamalı yüzeylere uygulana 1000 çevrim sürtme sonrası % Pusluluk deęerinin %0,4'den %0,7'ye yükseldięi tespit edildi. 1000 çevrim sürtme uygulanması sonrası % Pusluluk deęeri 1'den küçük kalmaktadır. Bu deęer elde edilen kaplamaların maruz kalabilecekleri sürtünme kuvvetleri (temizlik vb.) karşısında optik özelliklerini koruyabiliyor olduęunun bir göstergesi olarak ifade edilebilir.

4.5. SEM Analiz Sonuçları

MF/Brij-O10 sistemine ait 44 No'lu kaplamanın yüzey ve yan kesit SEM fotoğrafları Şekil 4.31 ve Şekil 4.31'de görülmektedir.



Şekil 4.31. 44 No'lu kaplamanın yüzey SEM fotoğrafı

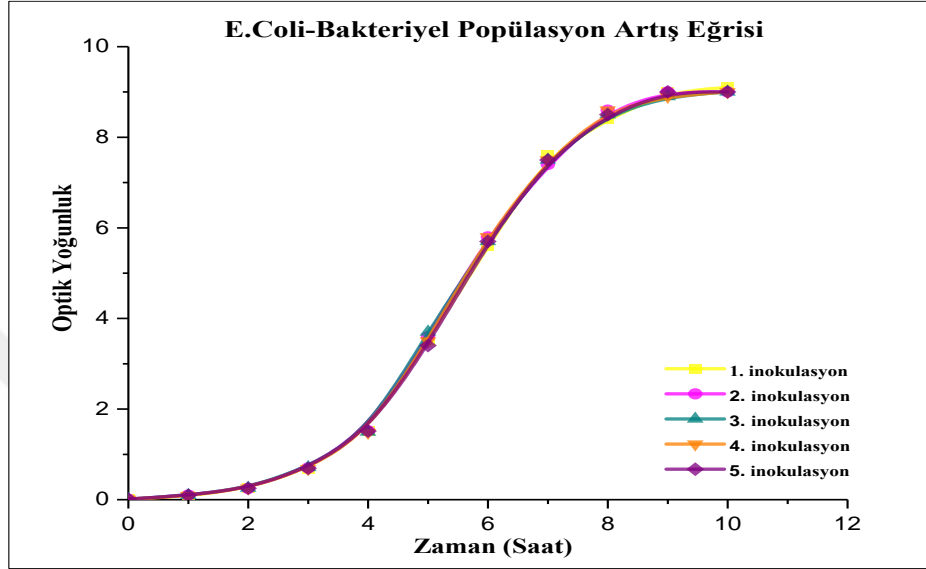


Şekil 4.32. 44 No'lu kaplamanın yan kesitinden alınan SEM fotoğrafı

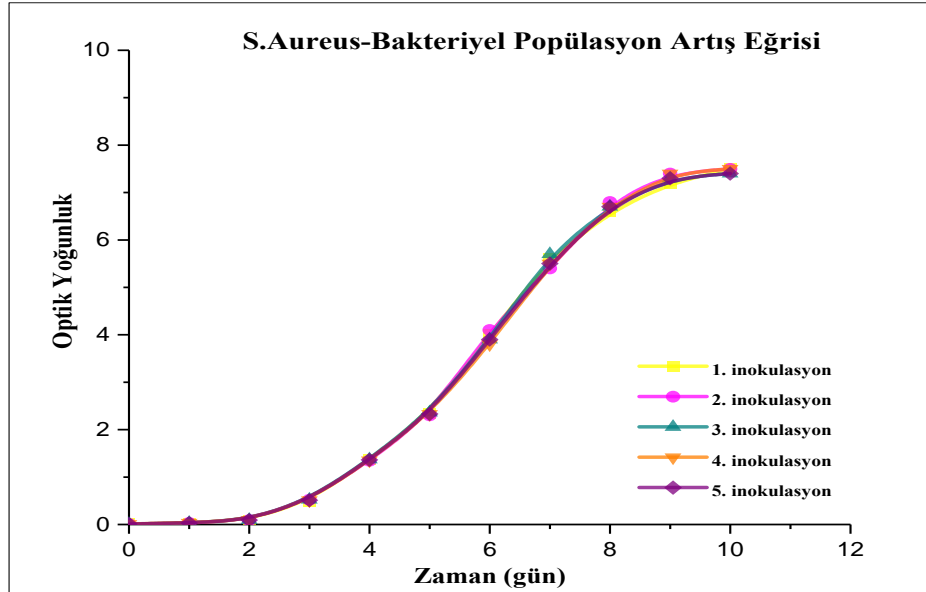
Şekil 4.31'de verilen kaplamalı yüzeye ait SEM fotoğrafı incelendiğinde homojen bir kaplamanın elde edildiği tespit edilmiştir. Şekil 4.32'de verilen kaplamanın yan kesitine ait SEM fotoğrafında ise spray yöntemi ile elde edilen kaplamanın homojen dağılıma ve $15 \pm 1 \mu\text{m}$ kaplama kalınlığına sahip olduğu gözlenmektedir.

4.6. Anti-Bakteriyel Test Sonuçları

Elde edilen kaplamaların anti-bakteriyel aktivite testleri yapılmadan önce testte kullanılacak olan *E. Coli* ve *S. Aureus* bakterilerinin Laktoz Broth ortamında bakteriyel populasyon artışları eğrileri oluşturuldu. Elde edilen *E. Coli* ve *S. Aureus* populasyon artış eğrileri Şekil 4.33 ve Şekil 4.34’de görülmektedir.



Şekil 4.33. *E. coli* bakterisinin 37°C’de inkübasyonu sonucunda oluşan büyüme eğrisi



Şekil 4.34. *S. aureus* bakterisinin 37°C’de inkübasyonu sonucunda oluşan büyüme eğrisi

Bakterilerin sıvı kültür içindeki üreme dönemleri başlangıç, logaritmik üreme, durma ve ölüm dönemleri olmak üzere dört dönemden oluşmaktadır. Başlangıç döneminde bakteri çoğalma hazırlıkları yapar, metabolizmaları hızlanır ve bakterilerin üremesinde yavaş bir artış olur. Logaritmik üreme dönemi ise bakterilerin sayısının hızla arttığı bir safhadır. Bakteri testlerinde inokulumlar bu logaritmik artış döneminde alınmaktadır. Şekil 4.33 ve Şekil 4.34’de görüldüğü gibi 4-8 saat arasında popülasyonda hızlı bir artış oluşmuştur. İki bakteri için de büyüme eğrisi çıkarılırken tekrarlına bilirligi sağlamak amacıyla 5 farklı deney yapılmıştır. Bu eğriler kullanılarak çalışılan koşullar altında bakterilerin popülasyon artışının maksimum olduğu süre belirlenmiştir. Bu sürelerin *E. coli* için 5.30 saat, *S. aureus* için ise 6 saat olduğu gözlenmiştir. Anti-bakteriyel analizde bu süre sonunda alınan bakteri inokulumları kullanılmıştır.

Brij-O10, Brij-S10 ve Brij-C10 sürfektanları kullanılarak hazırlanan 44, 45 ve 46 No’lu kaplamaların *E. Coli* ve *S. Aureus* bakteri türlerine karşı anti-bakteriyel etkinlik testleri incelenmiştir. Örneklerin bakteriler ile 24 saat temas süresi sonrasında gözlenen kob sayıları, buna karşılık bakteri popülasyonundaki % azalmalar Çizelge 4.13 ve Çizelge 4.14’de verilmiştir.

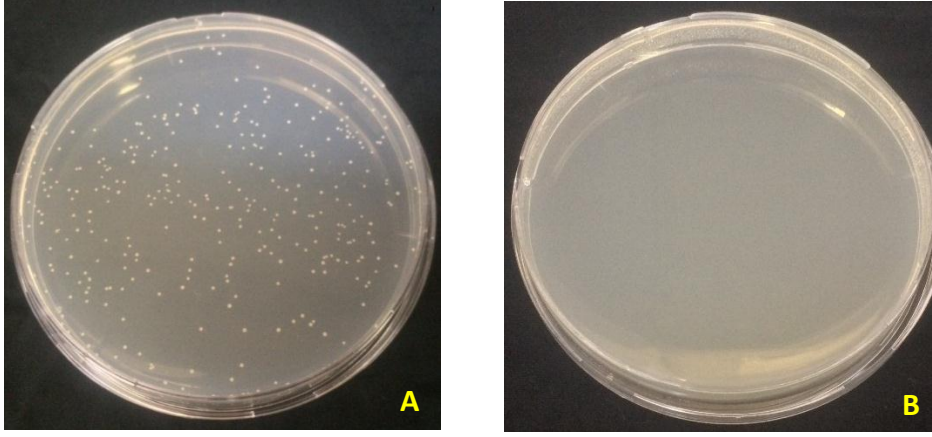
Çizelge 4.13. *E. coli* için AB test sonrası besin ortamında gözlenen kob sayıları ve test sonrası bakteri popülasyonundaki % azalma

Sistem No	<i>E. coli</i>			
	Bakteri Sayısı (kob)			% Azalma
	Başlangıç	24 Saat Sonra		
		Kontrol	Örnek	
44	3,7x10 ⁴	2,7x10 ⁶	< 10	99,9999
45		2,7x10 ⁶	< 10	99,9999
46		2,7x10 ⁶	< 10	99,9999

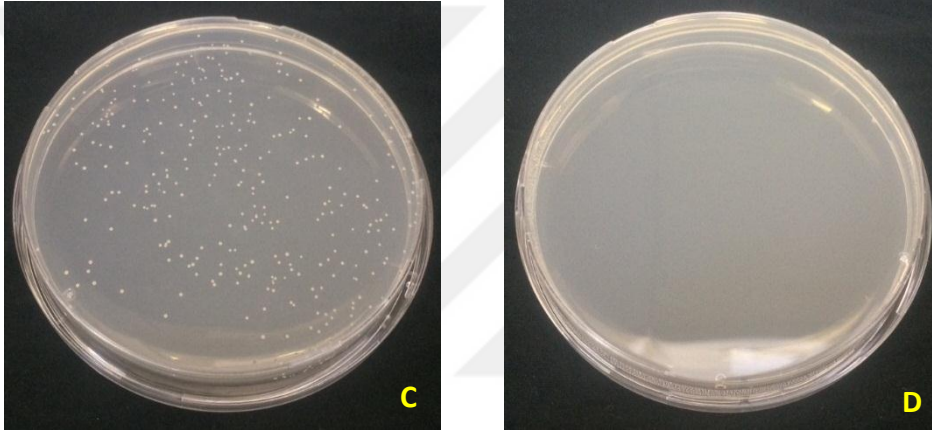
Çizelge 4.14. *S. aureus* için AB test sonrası besin ortamında gözlenen kob sayıları ve test sonrası bakteri popülasyonundaki % azalma

Sistem No	<i>S. aureus</i>			
	Bakteri Sayısı (kob)			% Azalma
	Başlangıç	24 Saat Sonra		
		Kontrol	Örnek	
44	3,7x10 ⁴	3,5x10 ⁶	< 10	99,9999
45		3,5x10 ⁶	< 10	99,9999
46		3,5x10 ⁶	< 10	99,9999

Şekil 4.35 ve Şekil 4.36’da *E.coli* ve *S.aureus* bakterilerine karşı kaplamasız ve toplam katıda ağırlıkça %0,5 AB ajan içeren kaplamalı örneklerin AB testi sonrası katı besi ortamında oluşan kob’leri görülmektedir. Fotoğraflardaki her bir beyaz yuvarlak nokta bir kob’ni göstermektedir.



Şekil 4.35. E.coli bakterisine karşı kaplamasız (A) ve kaplamalı (B) örneklerin AB test fotoğrafi



Şekil 4.36. S.aureus bakterisine karşı kaplamasız (C) ve kaplamalı (D) örneklerin AB test fotoğrafi

Elde edilen sonuçlar kontrol grubundaki bakteriyel popülasyonlar dikkate alınarak değerlendirildiğinde (Çizelge 4.13 ve Çizelge 4.14) toplam katıda ağırlıkça %0,5 AB ajan içeren kaplamaların E.coli ve S.aureus bakterilerine karşı bakteri popülasyonunda %99,9999 (log6) azalma etkinliğine sahip olduğu gözlenmiştir. Sonuç olarak elde edilen kaplamaların güçlü AB etkiye sahip olduğu tespit edilmiştir.

5. SONUÇ

Doygun su buharının bulunduğu ortamda yer alan nesnelere yüzeyine yoğunlaşması sonucu oluşan su damlacıkları, görünür ışığın saçılmasına yol açarak yüzeylerin buğulu gözükmesine neden olmaktadır. Bu istenmeyen durum günlük yaşamımızda mutfaklarda önemli bir yer tutan beyaz eşya grubuna ait olan buzdolapların iç yüzeylerinde yaygın olarak görülmektedir. Hidrofilik yüzeyler su moleküllerini yüzeyde çok iyi bir şekilde yaydığı için yüzeylerde buğu oluşumunu göstermezler.

Yüksek lisans tez çalışmasında uzun süreli kullanımlarda buğu oluşumunu engelleyen özelliğe sahip, sudan etkilenmeyen, tek katmanlı, ışık geçirgenliği yüksek (şeffaf) ve aynı zamanda anti-bakteriyel özellik taşıyan hidrofilik kaplamalar elde edilmiştir.

Çalışmaların ilk aşamasında kaplamalara uzun süreli hidrofilik özellik sağlayacak olan alkoksil fonksiyonel hidrofil bileşiklerin sentezi için çeşitli hidrofilik polimerler, izosiyanat ve anhidrit fonksiyoneli alkoksil silan bileşikleriyle reaksiyona sokularak çeşitli alkoksil fonksiyonel hidrofil bileşikler sentezlenmiştir. Sentezlenen bileşiklerin kimyasal yapıları FT-IR spektroskopik analiz ile karakterize edilmiştir. İkinci aşamada ise sentezlenen bir ya da birkaç alkoksil fonksiyonel hidrofilik bileşik, yüzeyleri modifiye olmuş silika ile etkinleştirilerek çeşitli anorganik-organik kompozit matrisler oluşturulmuştur. Elde edilen matrisler bir hidrofilik sürfektan varlığında farklı çapraz bağlayıcılar ile desteklenerek çeşitli hidrofilik kaplamalar üretilmiştir. Kullanılan farklı alkoksil fonksiyonel hidrofil bileşik, sürfektan ve bağlayıcıların kaplamaların hidrofilik ve mekanik karakterleri üzerine olan etkisi araştırılmıştır. Ayrıca elde edilen kompozit matris içerisine farklı oranlarda anti-bakteriyel ajan katılarak kaplamalara anti-bakteriyel özellik kazandırılmıştır.

Elde edilen kaplamaların suya karşı temas açısı değeri 10° olup kaplamaların oda sıcaklığında su emme-buğulanma ve kaynar su emme-buğulanma testleri sonrası temas açısı değerini koruduğu yani hidrofilik özelliğini kaybetmediği saptanmıştır. Sprey kaplama metodu ile elde edilen kaplamaların, homojen dağılıma ve $15 \pm 1 \mu\text{m}$ kalınlığına sahip olduğu görülmüştür.

Sonuç olarak tez kapsamında geliştirilen buğu oluşumunu engelleyen kaplamalar, uygun alkoksil fonksiyonel bileşik, kolloidal silika, sürfektan ve bağlayıcı içeriği ile uzun süreli kullanımlarda hem hidrofilik hem de transparan özelliğini koruyabilmektedir. Bu özelliklerinin yanı sıra anti-bakteriyel etkisi ile hijyenik ortam sağlayan multifonksiyonel yüzeyler elde edilmiştir.

6. KAYNAKLAR

- ARYAL, S. Online microbiology notes <http://www.microbiologyinfo.com/differences-between-gram-positive-and-gram-negative-bacteria/> [son erişim tarihi: 04.05.2016].
- ATTIA, S.M., WANG, J., WU, G., SHEN, J. and MA, J. 2002. Review sol-gel derived coatings: Process techniques and optical applications. *Journal of Materials Science and Technology*, 18 (3): 211-218.
- BBEVERIDGE, T. and GRAHAM, L.L. 1991. Surface layers of bacteria. *American Society for Microbiology*, 55 (4): 684-705.
- BRINKER, C.J. 1990. The physics and chemistry of sol-gel processing. *Sol-Gel Science*, New Mexico.
- CEBECI, F.C., WU, Z., ZHAI, L., COHEN, R., E. and RUBNER, M.F. 2006. Nanoporosity-driven superhydrophilicity: A means to create multifunctional antifogging coatings. *Langmuir*, 22 (6): 2856-2862.
- CHANG, C.C., HUANG, F.H., CHANG, H.H., DON, T.M., CHEN, C.C. and CHENG, L.P. 2012. Preparation of water-resistant antifog hard coatings on plastic substrate. *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids*, 28 (49): 17193-17201.
- CHEVALLIER, P., TURGEON, S., SARRA-BOURNET, C., TURCOTTE, R. and LAROCHE, G. 2011. Characterization of multilayer anti-fog coatings. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 3 (3): 750-758.
- CHINNAM, J., DAS, D. K., VAJJHA, R. S. and SATTI, J. R., 2015. Measurements of the surface tension of nanofluids and development of a new correlation. *International Journal of Thermal Sciences*, 98: 68-80.
- CLOUTIER, M., MANTOVANI, D. and ROSEI, F. 2015. Antibacterial coatings: Challenges, perspectives, and opportunities. *Trends in Biotechnology* 33 (11): 637-652.
- DEE, K.C, PULEO, A.D., BIZIOS R. 2002. An introduction to tissue-biomaterial interactions. JOHN WILEY & SONS, INC. pp.248-251
- DILSIZ, N. and AKOVALI, G. 2002. Study of sol-gel processing for fabrication of low density alumina microspheres. *Materials Science and Engineering*, A332 91-96.
- DRELICH, J., CHIBOWSKI, E., MENG, D.D. and TERPILOWSKI, K. 2011. Hydrophilic and superhydrophilic surfaces and materials. *Soft Matter* 7 (21): 9804.
- EUSTATHOPOULOS, N., NICHOLAS, M., G. and DREVET, B. 1999. Wettability at high temperatures. *An Imprint of Elsevier Science*, Amsterdam

- GAO, X., YAN, X., YAO, X., XU, L., ZHANG, K., ZHANG, J., YANG, B. and JIANG, L. 2007. The dry-style antifogging properties of mosquito compound eyes and artificial analogues prepared by soft lithography. *Advanced Materials* 19 (17): 2213-2217.
- GAO, Y., MASUDA, Y. and KOUMOTO, K. 2004. Light-excited superhydrophilicity of amorphous TiO₂ thin films deposited in an aqueous peroxotitanate solution. *Langmuir*, 20 (8): 3188-3198.
- GHOSH, S.K. 2006. Functional coatings and microencapsulation, *Functional Coatings*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim Weinheim, 3:527-31296.
- Geffcke, W. and Berger, E. 1939. Procedures for amending the Reflexionsvermoegens optical Glaeser, German Patent DE 736411 C.
- GÖNÜL, N. 2000. Süspansiyon ve emülsiyon tenolojisi. Ankara Üniv. Eczacılık Fakültesi Yayınları 82. Ankara.
- HAGA, M., ONISAWA, Y. and SHIMIZU, K. 1999. Plastic lenses and method of producing the same. U.S. Patent 5,985,420.
- HOSONO, H., TANIGUCHI, T. and NISHII, M. 1991. Process for preparation of anti-fogging coating. U.S. Patent 5,075,133.
- HOWARTER, J.A. and YOUNGBLOOD, J.P. 2007. Self-cleaning and anti-fog surfaces via stimuli-responsive polymer brushes. *Advanced Materials* 19 (22): 3838-3843.
- HUANG, K.T., YEH, S.B. and HUANG, C.J. 2015. Surface modification for superhydrophilicity and underwater superoleophobicity: Applications in antifog, underwater self-cleaning, and oil-water separation. *ACS Applied Materials & Interfaces* 7 (38): 21021-21029.
- IWAZUMI, M. 2012. Anti-fog organosiloxane coating compositions and coatings. U.S. Patent 2012/0045650 A1
- JIS Z 2801. 2000. Antibacterial Products-Test For Antibacterial Activity And Efficacy
- KESHMIRI, M., TROCZYNSKI, T. and MOHSENI, M. 2006. Oxidation of gas phase trichloroethylene and toluene using composite sol-gel TiO₂ photocatalytic coatings. *Journal of Hazardous Materials*, 128 (2-3): 130-137.
- KUMAR, A., YADAV, N., BHATT, M., MISHRA, N.K., CHAUDHARY, P. and SINGH, R. 2015. Sol-gel derived nanomaterials and it's applications: A review. *Research Journal of Chemical Sciences*, 2 (12): 98-105.
- LODISH, H., BERK, A., MATSUDAIRA, P., KAISER, C.A., KRIEGER, M., SCOTT, M.P., ZIPURSKY, L. and DARNELL, J. 2008. *Molecular cell biology*. W. H. Freeman.
- MASAADEH, H.A. and JARAN, A.S. 2009. Determination of the antibacterial efficacy of common chemical agents in cleaning and disinfection in hospitals of north jordan. *American Journal of Applied Sciences*, 6 (5): 811-815.

- MATHIAZHAGAN, A. and JOSEPH, R. 2011. Nanotechnology a new prospective in organic coating. *International Journal of Chemical Engineering and Applications* 2(4): 225-237.
- MCDONNELL, G. and RUSSELL, D. 1999. Antiseptics and disinfectants: Activity, action, and resistance. *American Society for Microbiology*, 12 (1): 147-179.
- MOHSENI, M., MIRABEDINI, M., HASHEMI, M. and THOMPSON, G.E. 2006. Adhesion performance of an epoxy clear coat on aluminum alloy in the presence of vinyl and amino-silane primers. *Progress in Organic Coatings*, 57 (4): 307-313.
- MURATA, N., HIRUKAWA, M., HONJO, H., MATSUURA, T. and YAMAZAKI, S. 2004. Coating agent for forming antifogging film and method for forming antifogging film using same. Patent WO 2004/013063 A1
- NAKAMURA, M., KOBAYASHI, M., KUZUYA, N., KOMATSU, T. and MOCHIZUKA, T. 2006. Hydrophilic property of SiO₂/TiO₂ double layer films. *Thin Solid Films*, 502 (1-2): 121-124.
- NICHOLS, D. 2004. Biocides in plastics. *Rapra Review Reports*, 15 (12): 0889-3144
- NURAJE, N., ASMATULU, R., COHEN, R.E. and RUBNER, M.F. 2011. Durable antifog films from layer-by-layer molecularly blended hydrophilic polysaccharides. *Langmuir : the ACS Journal of Surfaces And Colloids*, 27 (2): 782-791.
- PATEL, P., CHOI, C.K. and MENG, D.D. 2010. Superhydrophilic surfaces for antifogging and antifouling microfluidic devices. *Journal of the Association for Laboratory Automation*, 15 (2): 114-119.
- PIERRE, A.C. 1998. Introduction to sol-gel processing. *Springer Science Business Media*, pp.394-401, New York.
- PLASMAN, V., CAULIER, T. and BOULOS, N. 2005. Polyglycerol esters demonstrate superior antifogging properties for films. *Plastics, Additives and Compounding*, 7 (2): 30-33.
- RAVEN, P., JOHNSON, G., MASON, K., SINGER, S. and LOSOS, J. 2004. *Biology McGraw Hill Science*.
- SAKKA, S. and KAMIYA, K. 1982. The sol-gel transition in the hydrolysis of metal alkoxides in relation to the formation of glass fibers and films. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 48 (1): 31-46.
- SCHMIDT, H. and MENNIG, M. 2000. Wet coating technologies for glass <http://www.Solgel.Com/articles/nov00/mennig.Htm> [son erişim tarihi: 04.05.2016].
- SCHUBER, U., HUSING, N. and LORENZ, A. 1995. Hybrid inorganic-organic materials by sol-gel processing of organofunctional metal alkoxides. *Chemistry of Materials*, 7 (11): 2010-2027.

- SHARFRIN, E., G. and ZISMAN, W., A. 1960. Constitutive relations in the wetting of low energy surfaces and the theory of the retraction method of preparing monolayers. 64 (5): 519–524.
- SIOUFFI, A.M. 2003. Silica gel-based monoliths prepared by the sol–gel method: Facts and figures. *Journal of Chromatography, A* 1000 (1-2): 801-818.
- STANDARD TEST METHOD: Haze and Luminous Transmittance of Transparent Plastics, ASTM International, ASTM D1003-13, West Conshohocken, PA, 2013
- STANDARD TEST METHOD: Testing Water Resistance of Coatings in 100% Relative Humidity, ASTM International, ASTM D2247-02, West Conshohocken, PA, 2002.
- STANDARD TEST METHOD: Measuring Adhesion by Tape Test, ASTM International, ASTM D3359-09, West Conshohocken, PA, 2009.
- STANDARD TEST METHOD: Film Hardness by Pencil Test , ASTM International, ASTM D3363-00, West Conshohocken, PA, 2011.
- STOBER, W. and FINK, A. 1968. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. *Journal of Colloid and Interface Science*, 26: 62-69.
- TANG, R., MUHAMMAD, A., YANG, J. and NIE, J. 2014. Preparation of antifog and antibacterial coatings by photopolymerization. *Polymers for Advanced Technologies*, 25 (6): 651-656.
- TOTO LTD. Super-hydrophilic photocatalyst and its applications http://www.toto.co.jp/hydro_e/hydro_e5.htm [son erişim tarihi: 04.05.2016].
- ORCEL, G., HENCH, L.L., ARTAKI, I., JONES, J. and ZERDA, T.W. 1988. *J. Non-Cryst. Solids*, 105: p.223.
- VORANKOV, M. G., MILESHKEVICH, V.P. and YUZHELEVSKI, Y.A. 1978. The SilkoXane Bond Consultants Bureau, New York.
- WEGMAN, R.F. 1989. Surface Preparation Techniques For Adhesive Bonding. *Adhesion Associates-Ledgewood*, New Jersey.
- WIKIPEDIA 2013. Schematic representation of the different stages and routes of the sol-gel technology. https://en.Wikipedia.Org/wiki/sol-gel#/media/file:Sol-gel_scheme.Svg [son erişim tarihi: 04.05.2016].
- WITUCKI, G.L. 1993. A silane primer: Chemistry and applications of aikoxy silanes. *Journal of Coatings Technology*, 65 (822): 57-60.
- YAN, H., YUANHAO, W. and HONGXING, Y. 2015. Teos/silane-coupling agent composed double layers structure: A novel super-hydrophilic surface. *Energy Procedia*, 75: 349-354.

- YAN, H., YUANHAO, W. and HONGXING, Y. 2015. Teos/silane coupling agent composed double layers structure: A novel super-hydrophilic coating with controllable water contact angle value. *Applied Energy*, <http://dx.doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.09.097>
- YOSHIHISA, K., YOSHIMURA, A., SHIBAMORI, Y., FUCHIGAMI, K. and KUBOTA, N. 2013. Hydrophilic modification of plastic surface by using microwave. *Engineering Review*, 46 (1): 29-33.
- YOSHIHISA, K., YOSHIMURA, A., SHIBAMORI, Y., FUCHIGAMI, K. and KUBOTA, N. 2012. Hydrophilic modification of plastic surface by using microwave plasma irradiation. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 6 (6): 11-0654.
- YUAN, G. and CRANSTON, R. 2008. Recent advances in antimicrobial treatments of textiles. *Textile Research Journal*, 78 (1): 60-72.
- YUAN, Y. and LEE, T.R. 2013. Contact angle and wetting properties. *Springer Series in Surface Sciences*, 51: 3-34.
- YUAN, Y., LIU, R., WANG, C., LUO, J. and LIU, X. 2014. Synthesis of uv-curable acrylate polymer containing sulfonic groups for anti-fog coatings. *Progress in Organic Coatings*, 77 (4): 785-789.
- ZHANG, L., LI, Y., SUN, J. and SHEN, J. 2008. Mechanically stable antireflection and antifogging coatings fabricated by the layer-by-layer deposition process and postcalcination. *Langmuir*, 24(19): 10851-10857.

ÖZGEÇMİŞ



Emre YAVUZ 1989 yılında Rize’de doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Rize’de tamamladı. 2008 yılında girdiği Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü’nden 2012 yılında Kimyager olarak mezun oldu. 2013 yılında Akdeniz Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans öğrenimine başladı. Halen aynı üniversitede yüksek lisans eğitimine devam etmektedir. Uluslararası bir patenti bulunmaktadır. Ayrıca T.C. Bilim Sanayi Bakanlığı tarafından 2015 yılında verilen Teknoloji Sermayesi Desteğini almaya hak kazanmıştır.

