

**SOL-JEL YÖNTEMİYLE ANTİBAKTERİYEL
İNCE FİLM KAPLANMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Erol GÖKSU

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ahmet HELVACI

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Ocak,2016

Bu tez çalışması 13.Fen. Bil.41 numaralı proje ile BAP tarafından desteklenmiştir.

AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SOL-JEL YÖNTEMİYLE ANTİBAKTERİYEL İNCE FİLM
KAPLANMASI

Erol GÖKSU

DANIŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ahmet HELVACI

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

Ocak, 2016

TEZ ONAY SAYFASI

Erol GÖKSU tarafından hazırlanan “Sol-Jel Yöntemiyle Anti Bakteriyel İnce Film Kaplanması ” adlı tez çalışması lisansüstü eğitim ve öğretim yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca 06/01/2016 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği **Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Ahmet HELVACI

Başkan	:Yrd. Doç. Dr. İbrahim BULDUK Uşak Üniversitesi, Sağlık Yüksekokulu	İmza
Üye	:Yrd. Doç. Dr. Gökhan AKARCA Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi	İmza
Üye	:Yrd. Doç. Dr. Ahmet HELVACI Afyon Kocatepe Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi	İmza

Afyon Kocatepe Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu’nun
...../...../..... tarih ve
.....sayılı kararıyla onaylanmıştır.

.....
Prof. Dr. Hüseyin ENGİNAR
Enstitü Müdürü

BİLİMSEL ETİK BİLDİRİM SAYFASI
Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında;

- Tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- Görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- Atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- Ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

beyan ederim.

06/01/2016

İmza
Erol Göksu

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SOL-JEL YÖNTEMİYLE ANTİBAKTERİYEL İNCE FİLM KAPLANMASI

Erol GÖKSU

Afyon Kocatepe Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Ahmet HELVACI

Bu araştırmada sol-jel yöntemi hazırlanan ve gümüş içeren ince filmlerin hazırlanması ve anti bakteriyel etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır. Gümüş, çinko gibi metallerin ve bu metallerin iyonlarının anti bakteriyel özellik taşıdığı bilinmektedir. Bu metallerden gümüş en geniş anti bakteriyel spektruma sahiptir. Gümüş bakterilere karşı yüksek oranda toksik özellik gösterirken, insanlarda toksik özelliği azdır. Çok eski zamanlardan beri gümüşün hijyenik ve medikal amaçlar için de kullanıldığı bilinmektedir.

Çalışmamızda gümüş iyonlarının anti bakteriyel özelliklerinin incelenmesi için hazırlanan sol-jel çözeltileri ile gümüş katkısı olmayan ve %1 ile %5 arasında değişen gümüş katkılı anti bakteriyel film kaplanarak hazırlanan numunelere Staphylococcus aureus bakterileri ekilerek çift paralel şekilde 0,6,12 ve 24 saat aralıklarında bakteri sayımları yapılmıştır. Ayrıca toz haline getirilen ince kaplamaların XRD cihazı ile kristalografik yapısı incelenmiş, SEM cihazı ile de mikro yapıları tespit edilmiştir.

2016, x + 75 sayfa

Anahtar Kelimeler: Antibakteriyel, sol-jel, kaplamalar

ABSTRACT

M.Sc Thesis

COATING ANTIBACTERIAL THIN FILM BY SOL-GEL PROCESS

Erol GÖKSU

Afyon Kocatepe University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemical Engineering

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Ahmet HELVACI

In this research, anti-bacterial film on glass surfaces coated with the sol-gel technique. Silver, copper, zinc, and metal ions of metals such as known antimicrobial activity. These metal ions and silver ions from the silver nano particles showed significant antibacterial extremely well known. Silver has a high toksic effect of bacteria but has not toksical effect of humans. For a long time silver using of clear and medical purpose.

In this study antibacterial thin films, coated % 1 to % 5 amounts of silver ion, have been prepared on glass substrate by the sol-gel process. The antibacterial activity of the coatings were invastigated Staphylococcus aureus with paralel work. The forming Staphylococcus aureus were counts at begin, 6 hour,12 hours and 24 hour. In addition crystal structure of thin film powder was invastigated by using XRD and microstructure was invastigated by using SEM.

2016, x + 75pages

Keywords: Antibacterial,sol-jel,coatings

TEŐEKKÜR

13.Fen.Bil.41 numaralı proje ile bu tez alıőmasını destekleyen BAPK birimine, bu araőtırmanın konusu, deneysel alıőmaların ynlendirilmesi, sonuların deęerlendirilmesi ve yazımı aőamasında yapmıő olduęu byk katkılarından dolayı tez danıőman hocam Sayın Yrd. Do. Dr. Ahmet HELVACI'ya, antibakteriyel testler konusunda yardımıma esirgemeyen Sayın Yrd. Do. Dr. Gkhan AKARCA hocama, Blm Baőkanımız Do. Dr. Meltem DİLEK hocama, alıőmalarımı destekleyen zer Konveyr Band Tur. San. ve Tic. A.Ő. firmasına ve Fabrika Mdrmz Ahmet Tuncer DNMEZ Bey'e, her konuda neri ve eleőtirileriyle yardımlarını grdęm hocalarıma ve arkadaőlarıma teőekkr ederim.

Bu araőtırma boyunca maddi ve manevi desteklerinden dolayı eőime teőekkr ederim.

Erol GKSU
AFYONKARAHİSAR, 2016

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
RESİMLER DİZİNİ.....	x
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	4
2.1 Sol-Jel Yöntemi	4
2.1.1 Sol-Jel Yönteminin Özellikleri.....	4
2.1.2 Sol-Jel Prosesinin Aşamaları	5
2.1.2.1 Hidroliz.....	5
2.1.2.2 Kondenzasyon	5
2.1.2.3 Jelleşme	6
2.1.3 Sol- Jel Yöntemini Etkileyen Faktörler	6
2.1.4 Hidrolizi Etkileyen Faktörler.....	6
2.1.4.1 pH:	6
2.1.4.2 Katalistin yapısı ve konsantrasyonu:	7
2.1.4.3 Asit katalizli mekanizma	7
2.1.4.4 Baz Katalizli Mekanizma:	7
2.1.5 Silika Jel Oluşumunda Gerçekleşen Reaksiyonlar	7

2.1.6 Sol-Jel Kaplama Metodları.....	10
2.1.6.1 Daldırmalı Kaplama Tekniđi (Dip Coating)	11
2.1.6.2 Döndürme Kaplama Tekniđi (Spin Coating)	12
2.1.7 Sol-Jel Yönteminin Kullanım Alanları.....	14
2.2 Gümüşün Anti Bakteriyel Özellikleri.....	16
2.2.1 Antimikrobiyal Madde Olarak Gümüş	16
2.2.2 Gümüşün Etki Mekanizması ve Toksisitesi.....	17
3. MATERİYAL ve METOT	19
3.1 Kullanılan Kimyasallar.....	19
3.2 Yapılan Deneysel Çalışmalar	20
3.2.1 Kaplama Yapılacak Petri Kaplarının Hazırlanması.....	20
3.2.2 Ön Kaplama Solüsyonu ile Petri Kaplarının Kaplanması	21
3.2.3 Antibakteriyel Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması	21
3.2.4 İnce Film Kaplamaların Oluşturulması	22
3.2.5 Anti Bakteriyel Film Kaplanmış Numunelerin Karakterizasyonu.....	23
3.2.5.1 X– Işınları Kırınımı Testleri (XRD Analizleri)	23
3.2.5.2 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri (SEM Analizleri)	25
3.2.5.3 Antibakteriyel Testler	27
4. BULGULAR.....	33
4.1 İnce Filmlerin Yapısal Özellikleri.....	33
4.1.1 X Işınları Kırınımı Testleri Sonuçları (XRD Analizi Sonuçları)	33
4.1.2 Taramalı Elektrom Mikroskobu Sonuçları (SEM Sonuçları)	38
4.1.3 Elementel Analiz Sonuçları (EDX Analizleri)	50
4.2 Anti bakteriyel Test Sonuçları.....	60
5.SONUÇ VE ÖNERİLER.....	68
6. KAYNAKLAR.....	71
ÖZGEÇMİŞ	75

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler

Ag ⁺	Gümüş
HNO ₃	Nitrik asit
Si	Silisyum
HCl	Hidroklorik Asit
P	Yoğunluk
η	Viskozite
ω	Açısal Hız
Cu	Bakır

Kısaltmalar

GLMYO	3-(glycidloxypropyl)trimethoxysilane
HacacOEt	Ethylacetoacetate
DIAMO	N-(2aminoethyl)-3 aminopropyltrimethoxysilane
IPA	Isopropyl Alcohol
EtOH	Ethyl Alcohol
AMMO	3-Aminopropyltrimetoxysilane
XRD	X Işınları Kırınımı
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
Kob	Koloni Oluşturma Birimi

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Hidroliz reaksiyonu şeması	8
Şekil 2.2 Su kondenzasyonu	8
Şekil 2.3 Alkol kondenzasyonu	8
Şekil 2.4 Sol-jel yöntemiyle elde edilen materyaller	9
Şekil 2.5 Sol-jel yönteminde jelleşme oluşumu	10
Şekil 2.6 Sol-jel daldırma yöntemiyle kaplama.....	11
Şekil 2.7 Sol-jel döndürme yöntemiyle kaplama	13
Şekil 2.8 Gümüş iyonlarının DNA yapısına etkisi	18
Şekil 3.1 Antibakteriyel test metodu akış şeması.....	31
Şekil 4.1 Gümüş katkısı olmayan kaplamaların XRD difragtogramı	32
Şekil 4.2 % 1 Gümüş katkılı kaplamaların XRD difragtogramı	33
Şekil 4.3 % 2 Gümüş katkılı kaplamaların XRD difragtogramı	33
Şekil 4.4 % 3 Gümüş katkılı kaplamaların XRD difragtogramı.....	33
Şekil 4.5 % 4 Gümüş katkılı kaplamaların XRD difragtogramı.....	34
Şekil 4.6 % 5 Gümüş katkılı kaplamaların XRD difragtogramı	35
Şekil 4.7 Gümüşsüz film elementel analizi	50
Şekil 4.8 % 1 Gümüş katkılı ince film elementel analizi	51
Şekil 4.9 % 2 Gümüş katkılı film elementel analizi	53
Şekil 4.10 % 3 Gümüş katkılı film elementel analizi	54
Şekil 4.11 % 4 Gümüş katkılı film elementel analizi	56
Şekil 4.12 % 5 Gümüş katkılı film elementel analizi.	57
Şekil 4.13 % 0 Ag ⁺ katkılı (katkısız) kaplama numunesi bakteri yok olma hızı.....	62
Şekil 4.14 % 1 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.....	63
Şekil 4.15 % 2 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.....	63
Şekil 4.16 % 3 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.....	64
Şekil 4.17 % 4 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.....	64
Şekil 4.18 % 5 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.....	65
Şekil 4.19 Farklı katkı oranlarıyla elde edilen numunelerdeki bakteri yok olma hızlarının birleştirilmiş gösterimi.....	66

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 3.1	Analizlerde kullanılan cihazlar	20
Çizelge 4.1	Gümüşsüz ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	51
Çizelge 4.2	% 1 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	53
Çizelge 4.3	% 2 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	54
Çizelge 4.4	% 3 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	56
Çizelge 4.5	% 4 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	57
Çizelge 4.6	% 5 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.....	59
Çizelge 4.7	% 0 Ag ⁺ katkılı (katkısız) numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	60
Çizelge 4.8	% 1 Ag ⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	60
Çizelge 4.9	% 2 Ag ⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	61
Çizelge 4.10	% 3 Ag ⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	61
Çizelge 4.11	% 4 Ag ⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	62
Çizelge 4.12	% 5 Ag ⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.....	62
Çizelge 4.13	Paralel numune bakteri ekimi sonuçları.....	63
Çizelge 4.14	Paralel numune bakteri ekimi sonuçları ortalama değerleri.....	63

RESİMLER DİZİNİ

Sayfa

Resim 3.1 Shimadzu marka XRD-6000 cihazı.....	25
Resim 3.2 SEM LEO 1430 VP Cihazı.....	26
Resim 3.3 Baird Parker agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.....	29
Resim 3.4 % 5 Ag ⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.....	29
Resim 3.5 % 1 Ag ⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.....	30
Resim 3.6 % 4 Ag ⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.....	30
Resim 3.7 % 4 Ag ⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.....	31
Resim 4.1 Gümüşsüz ince film kaplama.....	38
Resim 4.2 Gümüşsüz ince film kaplama kalınlığı.....	38
Resim 4.3 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama.....	39
Resim 4.4 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.....	39
Resim 4.5 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama.....	40
Resim 4.6 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.....	40
Resim 4.7 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama.....	41
Resim 4.8 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.....	41
Resim 4.9 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama.....	42
Resim 4.10 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.....	42
Resim 4.11 % 5 Gümüş katkılı ince film kaplama.....	43
Resim 4.12 % 5 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.....	43
Resim 4.13 % 0 Ag ⁺ katkılı (gümüş katkısız) ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.....	44
Resim 4.14 % 0 Ag ⁺ katkılı (gümüş katkısız) ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.....	44

Resim 4.15 % 1 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	45
Resim 4.16 % 1 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	45
Resim 4.17 % 2 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	46
Resim 4.18 % 2 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	46
Resim 4.19 % 3 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntü.	47
Resim 4.20 % 3 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	47
Resim 4.21 % 4 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	48
Resim 4.22 % 4 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	48
Resim 4.23 % 5 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntü.	49
Resim 4.24 % 5 Ag ⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.	49
Resim 4.25 Gümüşsüz ince film kaplama yüzeyi.	50
Resim 4.26 %1 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.	52
Resim 4.27 %2 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.	53
Resim 4.28 %3 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.	55
Resim 4.29 %4 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.	56
Resim 4.30 %5 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.	58

1.GİRİŞ

Sol-jel metodu inorganik ve hibrit organik-inorganik malzemelerin üretim yöntemlerinden birisidir. Hibrit malzeme moleküler ölçekte iki ayrı karışım içeren malzemedir. Hibrit malzemelerin cam, metal, polimer gibi birçok yüzeye iyi yapışabilmesi, klasik kaplama metotlarıyla kolayca uygulanabilmesi, sertleşmenin düşük sıcaklıkta gerçekleşmesi, toksik madde içermemesi, ekonomik olması ve istenen özelliklerin eklenebilmesi gibi pek çok avantajları vardır.

Son yıllarda anti bakteriyel malzemeler üzerinde birçok araştırma yapılmıştır. Günümüzde bakteri, mantar ve mikroorganizmalardan kaynaklı enfeksiyonların artması anti bakteriyel malzemelerin önemini arttırmıştır. Bu malzemeler ev eşyaları, boya oyuncak, okul ve hastane malzemelerinde yaygın olarak kullanılmaktadır; ancak bu malzemelerin çoğunluğu organik olan malzemelerdir. Bu organik malzemelerin erime ve kaynama noktalarının düşük olmasından dolayı buharlaşma eğilimleri yüksektir, yapıları kolayca bozulabilmektedir ve böylece özelliklerini kaybetmektedirler. Ayrıca temizlik kimyasallarına dayanımları da genelde azdır. Bu yüzden genellikle inorganik maddelerle organik-inorganik hibrit malzemeler olarak kullanılmaktadırlar.

Bakır, gümüş, çinko gibi metallerin ve bu metallerinin iyonlarının anti bakteriyel özellik taşıdığı bilinmektedir. Bu metaller arasında gümüş geniş anti bakteriyel spektruma sahiptir. Gümüş bakterilere karşı yüksek oranda toksik özellik gösterirken, insanlarda toksik özelliği azdır. Çok eski zamanlardan beri gümüşün hijyenik ve medikal amaçlar için kullanıldığı bilinmektedir.

Bu çalışmada sol-jel tekniğiyle cam yüzeylere anti bakteriyel film kaplanacaktır. Kaplama sırasında mikroorganizmalara karşı yüksek toksik özelliği olan gümüş (Ag^+) bileşiği kullanılacaktır. Farklı oranlarda gümüş iyonu içeren filmler cam yüzeye sol-jel prosesiyle uygulanacaktır.

Mikroplar ve bakteriler gezegenimizde yaygın olarak bulunan organizmalardır. Bu organizmaların büyük çoğunluğu insanlar için patojenik özellik gösterirler. Bu yüzden

ekonomik ve verimli anti bakteriyel uygulama ve kaplamalar üzerine yoğun arařtırmalar yapılmaktadır. Anti bakteriyel uygulamalar gnlk hayatta kullandığımız ara gerelerde, sanayi ve laboratuvarlarda mikroorganizmaların zararlı etkilerinden kurtulmayı amalamaktadır. Bu tez alıřmasında gnlk hayatta yaygın olarak kullanılan cam yzeylere anti bakteriyel film kaplanması amalanmıřtır. Cam gnlk ev aletlerinde, laboratuvarlarda, medikal uygulamalar gibi pek ok alanda kullanılmaktadır. Cam yzeylerin etkili ve ekonomik olarak anti bakteriyel film kaplanması nem arz etmektedir.

Cam ve benzeri yzeylerin kaplanmasında uygulanan birok yntem vardır. Tez alıřmasında kullanılacak olan sol-jel metodu, son zamanlarda sahip olduėu teknolojik nemden dolayı pek ok alanda kullanılmaktadır. Sol-jel yntemi metallerin ve tarihi eserlerin korozyona karřı korunması, polimer ve porselen gibi malzemelerin kimyasallara ve neme karřı dayanıklılıėının artırılması, gaz geirgenliėinin azaltılması, yzey sertliėi ve dayanımının artırılması, plastik ve camların buėulanma ve buzlanmaya karřı korunması gibi otomotiv, gıda, beyaz eřya, cam, elektronik ve telekomnikasyon sahalarında gnmzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bařarılı uygulamalarıyla retim teknolojisinin nemli bir parası olmuřtur. Saėladıėı avantajlardan dolayı kullanımı artmaktadır. nk bu metotla homojen, kalınlıėı ayarlanabilir kaplamalar kolayca yapılabilir.

Anti bakteriyel uygulamalarda organik ajanlar yaygın olarak kullanıla gelmiřtir. Bu organik ajanların genel olarak erime ve kaynama noktaları dřktr. Bu nedenle kolayca buharlařma eėilimindedirler ve yapılarının bozulması etkinliklerini azaltmaktadır. Ayrıca temizlik kimyasalları da zamanla yapılarını bozabilmektedirler. Bu durum organik anti bakteriyel malzemelerin en byk dezavantajlarıdır. Bu istenmeyen durumu nlemek iin inorganik malzemeler anti bakteriyel uygulamalarda kompozit olarak kullanılmaktadırlar. Karřılařtırma yapıldıėında hibrit organik-inorganik malzemelerin pek ok avantajlara sahip oldukları grlmektedir. Kimyasal kararlılık, ısı dayanımı ve insana yan etkilerinin az olması nemli avantajlardan bazılarıdır.

Gümüş, bakır, çinko gibi metallerin ve bu metal iyonlarının antimikrobiyal aktivite gösterdikleri bilinmektedir. Genellikle ağır metal iyonlarının proteinlerde bulunan metal iyonlarıyla birleşerek deaktivasyona sebep olduğuna inanılmaktadır. Bu metal iyonları arasından gümüş nano parçacıkları ve gümüş iyonlarının önemli derecede anti bakteriyel özellik gösterdiği bilinmektedir. Bazı araştırmacılar gümüş nano parçacıkları ve nano tüplerin etkili anti bakteriyel özellik taşımalarını yüksek yüzey hacim oranına bağlamaktadırlar. Son zamanlarda yapılan araştırmalar gümüş (Ag^+) iyonlarının, biyolojik moleküllerin, oksijen, sülfür, nitrojen içeren elektron donor gruplarına bağlandığını ifade eder. Bu yapılar mikroorganizmalarda thio, amino, karboksi, fosfat grupları olarak bulunur. Gümüş iyonları hücre zarı proteinleri ve bakteride bulunan DNA ile etkileşime girerek organizmanın hayati fonksiyonlarının durmasına neden olur. Bu çalışma cam yüzeylere sol-jel yöntemiyle hibrit organik-inorganik yapıları ince film kaplanmasını ve bu kaplamanın anti bakteriyel özelliklerinin araştırılmasını amaçlamaktadır. Böylece bu konudaki çalışmalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Sol-Jel Yöntemi

Sol-jel yöntemi, çözeltinin hazırlanması, jelleşmesi ve çözücünün sistemden uzaklaştırılmasıyla cam, cam-seramik veya kompozit malzemelerin üretilbildiği eşsiz tekniklerden birisidir. Sol-jel yönteminde, elde etmek istenilen malzeme için kaynak bileşikleri içeren bir çözeltiyle işleme başlanır. Başlangıçta polimerlerin ve ince kolloidal taneciklerin oluşmasıyla birlikte çözelti (sol) elde edilir ve bu elde edilen çözelti daha meydana gelen tepkimeler ve reaksiyonlar sonucunda jeli oluşturur. Düşük sıcaklıklarda çözelti jele dönüştürüldükten sonra, kalıba alma, kaplama ve fiber çekme yöntemleriyle malzemeye şekil verilir. Genel olarak bu proseste elde etmek istenilen ürün şekillendirilmiş jelin yüksek sıcaklıklarda ısıtılmasıyla elde edilir (Hench 1997).

2.1.1 Sol-Jel Yönteminin Özellikleri

Sol-jel yöntemi kullanılarak elde edilen cam yada camsı malzemelerin, klasik yöntem kullanılarak üretilen camlara göre pek çok avantajları vardır. Bunlar:

- Daha düşük ergime sıcaklığında ve süresinde çok daha homojen bir yapıya sahip cam malzemelerin üretilmesi,
- Sol-jel yöntemi ile çok yüksek saflıkta cam üretiminin gerçekleştirilmesi,
- Daha düşük sıcaklıkta cam üretiminin yapılması ile enerji sarfiyatının, buharlaşmayla oluşan kayıpların ve hava kirliliğinin çok az olması,
- Sol-jel yönteminin çeşitli bileşimlere uygulanabilmesi ve buna ek olarak, yöntemin klasik cam eritmede kullanılan sıcaklıklardan çok daha düşük sıcaklıklarda uygulanabilmesinden dolayı, faz ayrımı ve kristalizasyonun gerçekleşmesi nedeniyle üretilmeyen bileşimlerin elde edilmesi,
- Jelin özellikleri sayesinde daha iyi cam ürünleri oluşumu,
- Filmler gibi özel ürünlerin elde edilmesidir.

Sol-jel yönteminin dezavantajları ise:

- Hammaddeler yüksek maliyetlidir,
- Proses sırasında büzölmeler gerçekleşebilir,
- Küçük gözenek yapıları artabilir,
- Karbon oranı artar,
- Organik çözeltilerin sağlığa etkili zararları vardır,
- İşlem süresi uzundur,
- Çözeltiyi, jel oluşumu sırasında sabit viskozitede tutmada yaşanan zorluklar yaşanır (Brinker 1990).

2.1.2 Sol-Jel Prosesinin Aşamaları

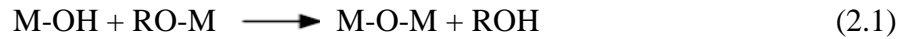
2.1.2.1 Hidroliz

Alkoksit yönteminde, metal oksitler önce kısmen hidroliz edilir. Asidik veya bazik ortamlarda sudan çıkan oksijenin titanyuma nükleofilik saldırısıyla hidroliz oluşur. Alkoksit ve H₂O birbiri ile karışmadığından dolayı çözelti oluşumu için uygun bir çözücü seçilmelidir (Şahin 2011)

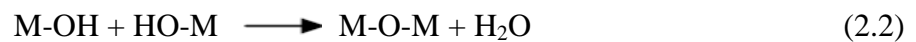
2.1.2.2 Kondenzasyon

Kondenzasyon reaksiyonları 2 kısma ayrılır. Bunlar;

- Alkol veren tepkime (alkoliz)



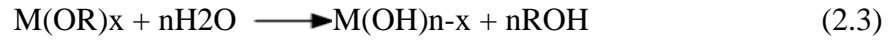
- Su veren tepkime (hidroliz)



Hidroliz ve kondenzasyon hızları aşağıda yazan maddeler bağlı olarak değişir;

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

Gibi çeşitli faktörlerden etkilenir.



2.1.2.3 Jelleşme

Jel oluşumu sırasında polimerler, kondenzasyon reaksiyonlarıyla büyüdükçe, bir demet bütün çözeltiyi kaplayana kadar, geniş demetler, ağlar şeklinde birbirine bağlanırlar. Oluşan bu demetler ve ağlar çözeltinin viskozitesindeki ani artışla kolayca anlaşılır. Jelleşme olayı, hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucu oluşmaktadır. Oluşan reaksiyonun hızı, oluşan jellerin mikro yapısı dolayısıyla da son ürünün mikro yapısı kontrol edilebilmekte ve kontrol altında tutulabilmektedir (Şahin 2011).

2.1.3 Sol- Jel Yöntemini Etkileyen Faktörler

Sol-jel yöntemini etkileyen en önemli faktörler; pH, katalist tipi ve konsantrasyonu, H₂O/Si molar oranı (R), sıcaklık. Bu faktörler kontrol edilerek sol-jel bazlı inorganik ağın yapısı ve özellikleri değiştirilerek farklı özellikte malzemeler elde edilebilmektedir.

2.1.4 Hidrolizi Etkileyen Faktörler

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

2.1.4.2 Katalistin Yapısı ve Konsantrasyonu: Hidroliz reaksiyonu meydana gelmesi için her zaman harici katalizör kullanmaya gerek yoktur. Harici katalizör olmadan da hidroliz reaksiyonu meydana gelmektedir; ancak katalizör ilave edildiğinde reaksiyon çok daha hızlı ve eksiksiz tamamlanabilir.

Kullanılabilecek katalizörler;

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

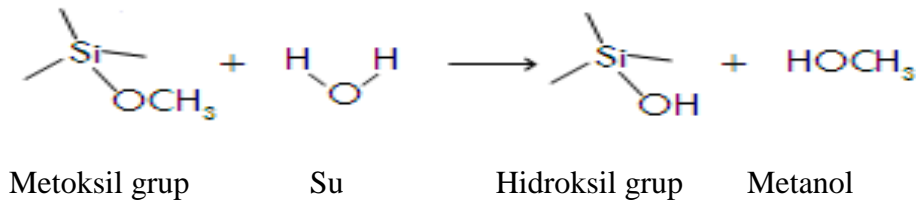
Hidroliz reaksiyonunun oranını etkileyen en önemli faktörün asit veya baz katalizörü olduğu anlaşılmaktadır (Şahin 2011).

2.1.4.3 Asit Katalizli Mekanizma: İlk basamakta alkoksit grubu protonlanmakta ve daha elektronegatif Si oluşmakta böylece su molekülü ile etkileşmesi daha kolay olmaktadır. SN₂ reaksiyonu olmakta ve alkol oluşmaktadır.

2.1.4.4 Baz Katalizli Mekanizma: Eşit katalizör konsantrasyonunda gerçekleşen reaksiyonlara bakıldığında baz katalizli mekanizmanın asit katalizli mekanizmaya göre daha yavaş olduğu görülmektedir. Temel alkoksit oksijenleri, nükleofilik katılmaya ilgisizdir. Bu yüzden ilk önce hidroliz gerçekleşmektedir. 2. basamakta ise SN₂ reaksiyonu olmaktadır

2.1.5 Silika Jel Oluşumunda Gerçekleşen Reaksiyonlar

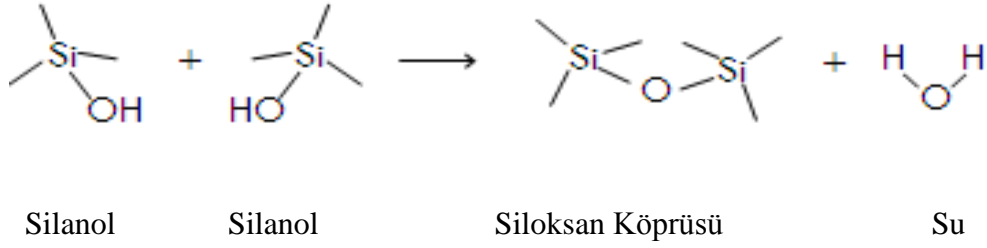
a) Hidroliz



Şekil 2.1 Hidroliz Reaksiyonu Şeması.

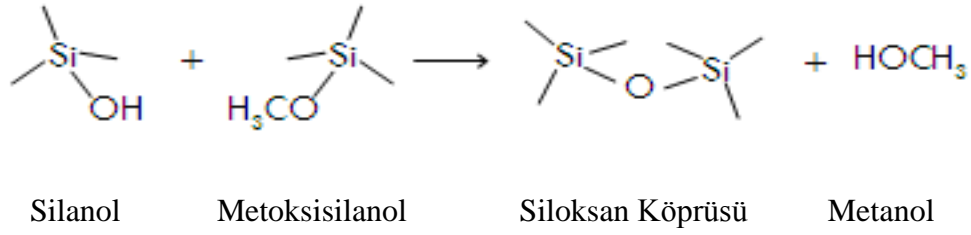
b)Kondenzasyon

Su Kondenzasyonu



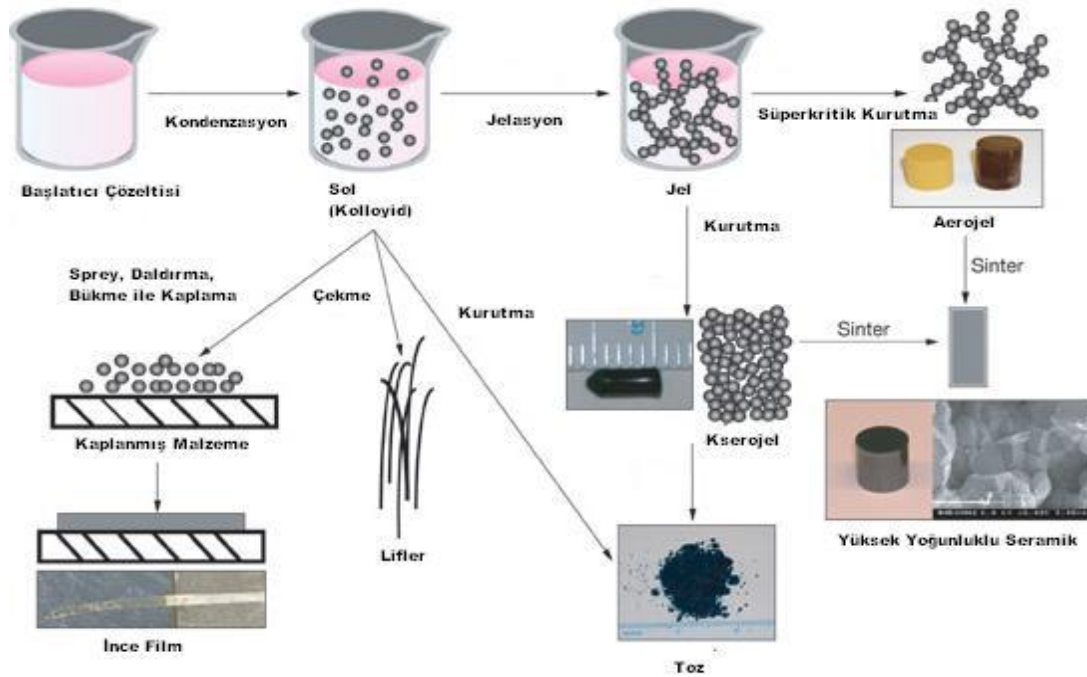
Şekil 2.2. Su Kondenzasyonu Şeması.

Alkol Kondenzasyonu



Şekil 2.3. Alkol Kondenzasyonu.

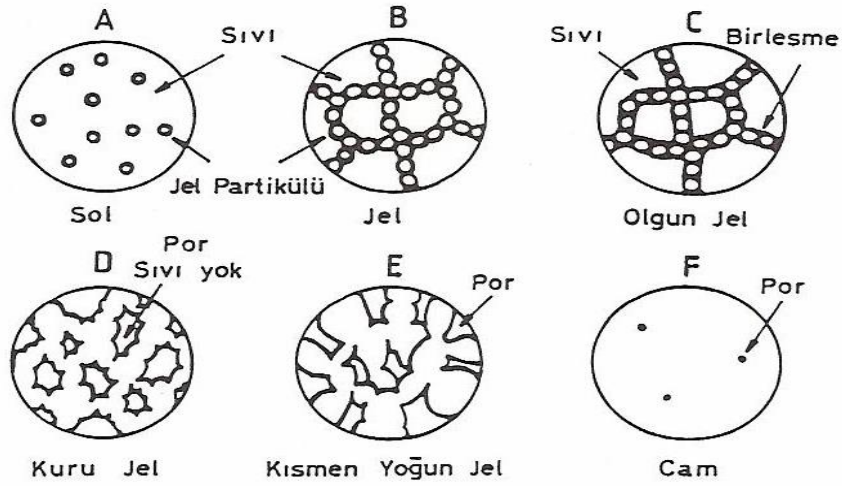
Sol-jel çözeltisini oluşturmak için kullanılan başlatıcı bir çözücü içinde çözdürülerek başlangıç çözeltisi hazırlanır. Gerçekleşen hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda sol oluşur. Kondenzasyon işlemi ve kullanılan çözücünün uçması sonucunda sıvı sol katı jele dönüşür. Bu noktada ürün aniden viskoz sıvıdan elastik özellikler gösteren bir materyale dönüşür. Materyal sıvı halde iken viskozitenin ölçülmesine olanak tanımaktadır. Jelleşme noktasına yaklaşıldığında ise viskozite değeri sonsuza doğru artar.



Şekil 2.4 Sol jel yöntemi ile elde edilen materyaller.

Sol-jel prosesi sıvı faz durumunda madde eklenmesine imkan tanımaktadır. Basit bir karıştırma sonrasında katkı maddesinin değişmeyen bir şekilde çözelti içerisinde dağılmasına daima imkan vermektedir. Sol jel tekniğinin diğer bir avantajı elde edilen materyalin organik, inorganik ya da biyolojik çok çeşitli maddeler ile kullanılabilme kolaylığıdır.

Sol jel yöntemi sayesinde istenilen yüzeylerde antimikrobiyal etki sağlanabilmektedir. Kullanılabilecek antimikrobiyal maddeler gümüş, metal ve tuzları, organometaller, quarternar amonyum bileşikleri, fenollerdir. Kitosan, triklosan gibi doğal maddelerin de özellikle tekstil materyallerinde antimikrobiyal bitim işlemlerinde kullanıldığı görülmektedir.



Şekil 2.5 Sol-Jel yönteminde jelleşme oluşumu (Akıncı1995).

2.1.6 Sol-Jel Kaplama Metotları

Sol-jel prosesinde hazırlanan sol-jel çözeltileri ile pek çok metot uygulanarak kaplama yapılabilmektedir. Döndürerek kaplama (spin coating) ve daldırmalı kaplama (dip coating) yöntemleri, sol-jel kaplamada kullanılan iki ana tekniktir (Evcin 2006). Sol-jel kaplama teknikleri 7 çeşittir. Bunlar,

- Daldırmalı kaplama tekniği (Dip coating)
- Püskürtme kaplama tekniği (Spray coating)
- Akış kaplama tekniği (Flow coating)
- Döndürme kaplama tekniği (Spin coating)
- Laminer kaplama yöntemi (Laminar coating)
- Merdaneli kaplama yöntemi (Roll coating)
- Baskı kaplama (Printing)

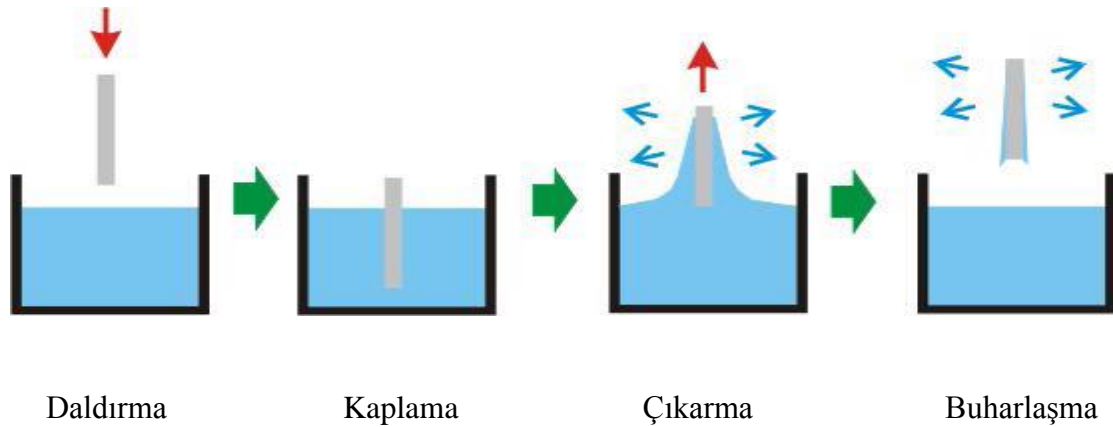
Bunlardan en çok kullanılan 2 teknik daldırmalı kaplama tekniği (dip coating) ve döndürme kaplama tekniğidir.(spin coating) Sol-jel kaplama çalışmalarında en çok kullanılan bu 2 teknik aşağıda açıklanmıştır.

2.1.6.1 Daldırmalı Kaplama Tekniği (Dip coating)

Daldırmalı kaplama yöntemde hazırlanan sol-jel çözeltisi belirli bir hızda kaplama yapılacak olan materyale daldırılır ve daldırılan materyal aynı hızla çıkarılır. Daldırma ile kaplama metodu belirli aşağıda yazan işlem sırasına göre gerçekleşir.

- Daldırma
- Çıkarma
- Kaplama
- Akıtma
- Buharlaştırma

Daldırma yönteminde kaplanacak olan yüzey bir sıvı içerisine daldırılmaktadır ve bunun ardından kontrol edilen sıcaklık ve atmosferik koşullarda iyi belirlenmiş çekme hızı ile geri çekilmektedir. Şekil 2.6'da sol-jel daldırma yöntemiyle kaplama aşamaları gösterilmiştir (Efendiler 2006).



Şekil 2.6 Sol-Jel daldırma yöntemiyle kaplama (Sayılkan 2012).

Alkol gibi çözücülerle yapılan kaplamalarda, süzülme safhasına gerek yoktur. Hareket halindeki taşıyıcı, sole daldırıldığı an akışkanlar mekaniği gereği kaplama alanı üzerinde sol ihtiva eden bir sınır tabaka oluşur. Kaplama ve süzülme aşamasında sözü edilen sınır tabaka, iç tabaka ve dış tabaka olmak üzere ikiye ayrılır. İç tabaka taşıyıcı

ile birlikte hareket ederken dış tabaka ters yöne doğru hareket ederek sole geri döner (Hasançebi 2006).

Yukarı ve aşağı hareket eden bu iki tabakayı ayıran ana akıntı şiddeti film kalınlığını belirler. İşlemler sırasında ana akıntıyı belirleyen başlıca altı kuvvet vardır.

Bu kuvvetler şunlardır;

- Hareketli taşıyıcının yukarı doğru çekilme kuvveti
- Yerçekimi kuvveti
- Sıvının konkav meniskus eğrisinde yüzey gerilimi bileşke kuvveti
- Kaplama bölgesine gelen sıvının sınır tabakasının eylemsizlik kuvveti
- Yüzey gerilim gradyanı
- Ayırma ve birleştirme basıncı (kalınlığı 1 μ m'den ince filmler için) (Bardakçı 2007).

Sol-Jel film kaplamalarında, kaplamanın katılaştırılması buharlaşma sayesinde olur. Buharlaşma aralığındaki en önemli faktör film yüzeyinden uzağa yayılan buharın difüzyon aralığıdır. Difüzyon aralığı çok ince bir tabaka (yaklaşık 1mm) içindeki gazın hareketine bağlıdır. Çünkü oluşan ufak bir konveksiyon, difüzyonu çok fazla değiştirir (Bardakçı 2007).

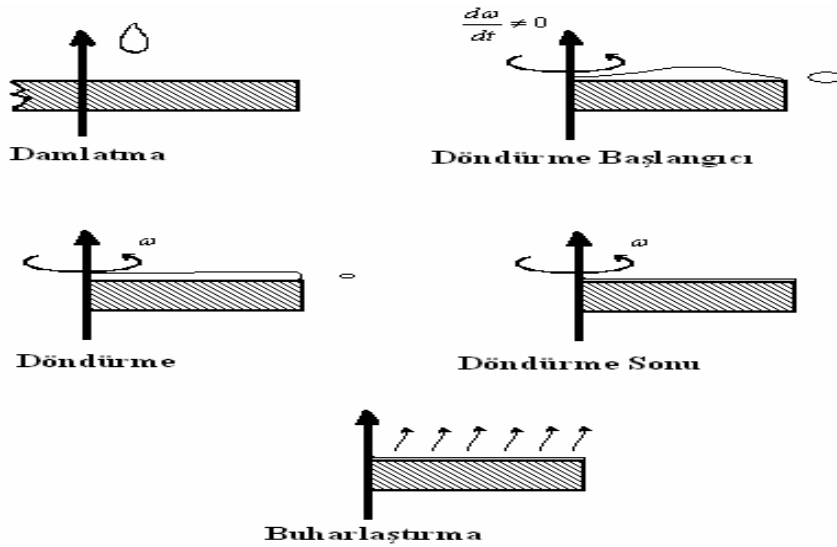
Homojen ve düz kaplama kalınlığı elde etmek için, hız büyük bir titizlikle kontrol edilmeli, mümkün olduğunca en düşük titreşim seviyesinde kaplama yapılmalı ve sıvı yüzeyine kontrol edilmelidir. Elde edilmek istenen kaplama kalınlığı daldırıp çıkarma hızına, katı içeriğine (bileşimine) ve sıvı viskozitesine bağlı olarak belirlenmektedir (Evcin 2006).

2.1.6.2 Döndürme Kaplama Yöntemi (Spin coating)

Döndürme kaplama yönteminde kaplama yapılacak malzeme bir taşıyıcının üzerine yatay olarak yerleştirilir ve radyal yönde döndürülürken üzerine hazırlanan sol-jel

çözeltisi damlatılır ve sol merkezkaç kuvvetinin etkisiyle kaplanacak materyal yüzeyine yayılarak istenen kalınlıkta ince film kaplama elde edilir. Döndürerek kaplama tekniği (spin coating) 5 kısımdan oluşmaktadır. Bunlar;

- Damlatma aşamasında, dönecek yüzeye sabitlenmiş olan kaplama yapılacak materyal üzerine sol damlatılır. Başlangıçta durmakta olan taşıyıcı döndürülür. Kaplanacak olan materyal en kısa sürede istenilen dönme hızına ulaşmalıdır. Dönme hızının sabit olması, film kalınlığının düzgün olmasını etkileyecektir ve daha homojen ve düzgün kaplama yüzeyleri elde edilecektir.
- Dönme esnasında, kaplanacak materyal üzerine damlatılmış sol-jel kaplama çözeltisi merkezkaç kuvvetinin etkisi ile kaplanacak materyalin tüm yüzeyine yayılır. Eğer sol-jel çözeltisi kaplanacak malzeme üzerine fazla miktarda damlatılmışsa, çözelti fazlalıkları kaplama malzemesi üzerinden savrulur.
- Dönüş sırasında, oluşan filmin kalınlığı zamanla azalır. Dönme sonunda, elde edilen ince film kalınlığı kaplama yapılan malzemenin yüzeyinin her yerinde eşit kalınlıkta olur.
- İnce film kaplama oluşuktan sonra buharlaşma safhasına geçilir.
- En son olarak üzerinde kaplama oluşan malzeme fırınlanır ve tüm işlem tamamlanmış olur (Efendiler 2006). Şekil 2.7’de döndürme ile kaplama aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 2.7 Sol-Jel döndürme yöntemi ile kaplama (Bardakçı 2007).

Döndürerek kaplama prosesi daha ziyade ince altlıkların veya ince tabaka ile kaplanan malzemelerin kaplanması çalışmalarında kullanılmaktadır (Evcin 2006).

Film kalınlığı ve diğer özellikler kaplama çözeltisinin özelliğine (viskozite, katı oranı, yüzey gerilimi v.b) bağlıdır ve kaplama işlemindeki parametreler kaplama çözeltisinin özelliğine göre seçilir. Son döndürme hızı, hızlandırma, döndürme süresi ve buhar çıkışının bitmesi (uçucu malzemeler için) gibi faktörler filmin özelliklerini ve kalitesini belirler. Döndürme ile kaplamada en önemli faktörlerden birisi tekrarlanabilirliktir. Parametrelerdeki küçük bir değişiklik kaplamada çok fazla değişikliğe neden olabilir (Sayılkan 2007).

Film kalınlığının düzgün olmasını sağlayan iki kuvvet vardır; merkezci kuvvet ve buna ters yönde sürtünme kuvveti.

Döndürme sonunda oluşan film kalınlığı şu ifade ile verilir:

$$h(t) = \frac{h(0)}{\sqrt{1 + \frac{h(0)^2 4t\rho\omega^2}{3\eta}}} \quad (2.4)$$

Buradaki $h(t)$; ρ yoğunluğundaki, viskozitesi η olan ve ω açısal hızıyla döndürülen filmin t süre sonraki kalınlığıdır (Bardakçı 2007).

2.1.7 Sol-Jel Yöntemi Kullanım Alanları

Sol-jel yöntemi günümüzde en fazla kaplanmış cam üretiminde kullanılmaktadır. Almanya'da Schott firması uzun yıllardan beri ticari olarak Indiyum-Titanyum oksit (ITO) kaplamalar üretmektedir. Bunun yanında, bazı özel camlar da sol-jel yöntemiyle üretilmekte ya da yüzeyleri bu metotla kaplanmaktadır. Sol-jel uygulama alanlarının bazıları aşağıda şu şekildedir (Akıncı 1995):

- Otomobil ayna camlarının yüzeylerinin $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ sistemi ile kaplanması,
- Yansıtma amaçlı kaplamaların elde edilmesi,
- ITO kaplamaları ile güneş ışınlarını yansıtan pencere camları üretimi,
- Lazer koruyucu filtreler için silika-fosfat camları üretimi,

- Demir, kobalt, nikel, mangan ve krom gibi geiş elementleri kullanarak renkli kaplama malzemeleri üretimi,
- TiO_2 film elektrotlarının yüzeylerinin TiO_2-SiO_2 , TiO_2-ZrO_2 , $TiO_2-Al_2O_3$ ile kaplanarak modifikasyonu,
- Radyasyona dayanıklı ve hızlı ölçümlere olanak sağlayan sintilasyon dedektörlerinin üretimi,
- Optik difraksiyon ızgaraları ve optik hafıza diskleri için düz cam üzerine mikro desen uygulamaları,
- Kırılma indisi radyal olarak deęişen cam çubukların üretimi,
- Soda-kireç camının organik modifikasyonlu silikatlar (ormosil) ile kaplanması yoluyla aside ve suya dayanıklılıęının artırılması,
- Osmoz, filtrasyon vb. proseslerde kullanılan membranların ısıya ve organik çözeltilerin etkilerine dayanıklılıęını yükseltmek amacıyla gözenekli SiO_2 ile kaplanması,
- Silisyum ve titanyum alkoksitler ile kontakt lens malzemeleri üretimi,
- Antik camların organik laklar yerine, sol-jel yöntemiyle aşınmaya dirençli maddelerle kaplanması sonucu, çevre etkilerinden korunması,
- Polimetilmetakrilat vb. plastiklerin optik endüstrisinde kullanımında, yüzeylerin çizilme mukavemetini artırmak ve ışığın yüzeyden saçılmasını önlemek amacıyla, epoksisilan bazlı organik-anorganik filmlerle kaplanması,
- Absorban veya katalizör olarak kullanılmak üzere yüzey alanı büyük alümina malzemelerin geliştirilmesi,
- Çelik malzemelerin paslanmaya, çizilmeye ve oksidasyona karşı korunması için yüzeylerinin kaplanması,
- Baskı kaplama yöntemi ile dekor camlarının kaplanması,
- Birleştirilen döndürme ve püskürtme yöntemleriyle televizyon ekranlarının kaplanmasında sol-jel yöntemi kullanılmaktadır (**İnt.Kyn.1**).

2.2 Gümüşün Anti Bakteriyel Özellikleri

2.2.1 Antimikrobiyal Madde Olarak Gümüş

Gümüş; anti bakteriyel, antifungal ve antiviral özellikleri ile geniş spektrumlu bir anti mikrobiyal madde olarak yüzyıllardır pek çok alanda güvenle kullanılmaktadır. Gümüş; metalik gümüş, gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin formlarında uzun yıllardır yanıkların, yaraların ve çok sayıda bakteriyel enfeksiyonların tedavisinde kullanılmaktadır. Bakır, çinko, titanyum, altın gibi diğer metal iyonlarının da anti mikrobiyal özellikte oldukları bilinmektedir; ancak bakterilere, virüslere ve diğer ökaryotik mikroorganizmalara karşı en iyi etkinliği gümüş göstermektedir. Gümüş anti bakteriyel madde olarak çok önemli avantajlara sahiptir. Bu avantajlar arasında gümüşün çok geniş spektrumlu bir antibiyotik olması, gümüşe bakteri direncinin neredeyse hiç bulunmaması ve düşük konsantrasyonlarda toksik olmamasıdır. Gümüşün, su dezenfeksiyonunda, yanıkların ve kronik ülserlerin tedavisinde kullanımının milattan önce 1000'li yıllara kadar uzandığı bilinmektedir. Literatürler incelendiğinde, 1800'lü yıllarda gümüşün göz damlası olarak kullanıldığı, daha sonra penisilinin bulunmasıyla beraber kullanımın azaldığı ancak 1960'lı yıllarda % 0,5'lik gümüş nitrat çözeltisinin yanık tedavisinde tekrar yaygın olarak kullanılmaya başlanıldığından bahsedilmektedir. Bu yıllarda gümüşün *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* ve *Escherichia coli* gibi bakterilere karşı etkinliği kanıtlanmıştır. 1968 yılında gümüş nitrat sülfonimide kombine edilerek gümüş sülfadiazin krem elde edilmiştir. Bir çok mikroorganizmaya karşı etkili olmasından dolayı bu krem yanık tedavisinde yaygın olarak kullanılmıştır. Literatürde gümüş sülfadiazinin *E.coli*, *S.aureus*, *Klesiella sp.* ve *Pseudomonassp.* gibi bakterilere karşı etkin olduğu ayrıca antifungal ve antiviral etkinliklere de sahip olduğundan bahsedilmektedir. Yeni doğan bebeklerde % 1'lik gümüş nitrat çözeltisi halen çeşitli amaçlarla göz antiseptiği olarak kullanılmaktadır. Günümüzde antibiyotiğe dirençli bakterilere karşı farklı miktarlarda gümüş içeren yara örtüleri kullanılmaktadır (Can ve Körlü 2011).

2.2.2 Gümüşün Etki Mekanizması ve Toksisitesi

Gümüşün mikroorganizmalar üzerindeki öldürme etkisi halen günümüzde çok net bir şekilde açıklanamamaktadır. Metalik gümüşün, gümüş iyonlarının ve gümüş nano partiküllerin bakteri hücresinde meydana getirdiği morfolojik ve yapısal değişiklikler incelenerek bakterilerin ölüm nedeni daha iyi anlaşılmasına çalışılmaktadır. Yapılan çalışmalar gümüşün bakteri hücre duvarına ve hücre zarına bağlandığı, tiyol grupları ile etkileşerek solunum enzimlerini inhibe ettiği ve böylece mikroorganizmanın ölümüne yol açtığı bilinmektedir.

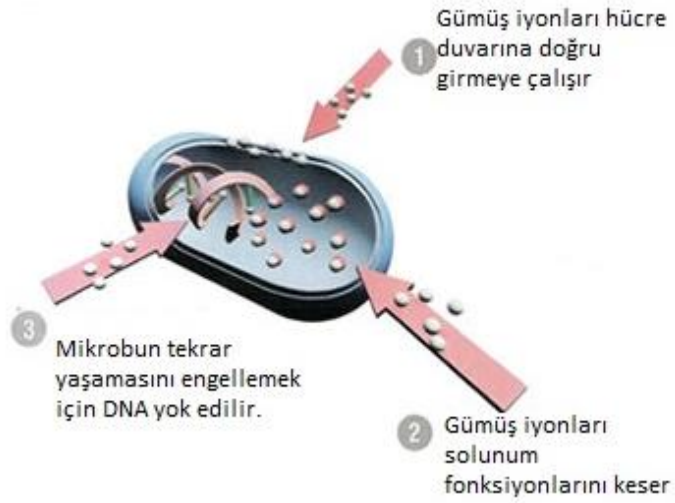
1997 yılında Liau ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada tiol (-SH) grupları içeren aminoasitler ile tiol (-SH) içermeyen aminoasitler karşılaştırılarak gümüş iyonlarının etkisi incelenmiştir. Çalışmada tiol grubu içeren aminoasitlerde, gümüş iyonlarının tiol gruplarına bağlandıkları net bir şekilde açıklanmıştır (Liau *et al.* 1997).

2000 yılında yine Feng ve arkadaşları gümüş iyonlarının gram-pozitif S.Aureus ve gram-negatif E.Coli bakterileri üzerinde meydana getirdiği morfolojik değişimleri incelemişlerdir. Çalışmada iyon kaynağı olarak AgNO₃ kullanılmıştır. Gram-pozitif S.Aureus'un tipik bir pozitif bakteri olarak sahip olduğu kalın hücre duvarı nedeniyle gümüş iyonlarına daha iyi direnç gösterebildiği görülmüştür. Yine çalışmada kendisini sadece serbest haldeyken kopyalayabilen DNA'nın hücre içerisinde daha yoğun forma dönüştüğü bu durumun DNA'nın kendisini kopyalama yeteneğini kaybettiğini gösterdiği bildirilmektedir (Feng *et al.* 2000).

2005 yılında Holt ve arkadaşları tarafından yapılan diğer bir çalışmada, ortamda meydana gelen potasyum miktarındaki artış ile gümüşün mikroorganizmalara karşı olan toksikliğini artırdığını belirlenmiştir (Holt and Bard 2005).

2010 yılında Li ve arkadaşları tarafından gümüş üzerine yapılan başka bir çalışmada gümüş nano partiküllerinin E.Coli bakterisi üzerinde anti bakteriyel etki gösterip göstermediği incelenmiştir. Yapılan bu çalışmada ilk olarak gümüş nano partiküllerinin hücre zarının yapısını bozarak hücre içine nüfuz ettikleri, daha sonra solunum

enzimlerini, sistine ait tiol (-SH) gruplarındaki hidrojen atomlarının yerlerini deęiřtirerek (-S-Ag-) inhibe ettikleri rapor edilmiřtir. İřlevini yitiren, geirgenlięi bozulan hcre zarı ve solunum yapamayan bakterinin geliřmesi ve oęalması durmaktadır (Li *at al.* 2010).



řekil 2.8 Gmř iyonlarının DNA yapısına etkisi (**İnt.Kyn.2**).

3. MATERYAL ve METOT

3.1 Kullanılan Kimyasallar

Bu çalışmada sol-jel metoduyla cam yüzeylere anti bakteriyel ince film kaplanarak antibakteriyel olma özelliği bakımından, kimyasal ve fiziksel dayanım bakımından incelenmiştir.

Bu araştırmada, Sigma, Merck, Riedelde Haën'in analitik grade ürünleri kullanılmıştır.

Bu çalışmada kullanılan kimyasal malzemeler;

- 3-(glycidiloxypropyl)trimetoksisilane (GLMYO) (Sigma Aldrich 440167)
- Etilasetoasetat(HacacOEt)(Merck8.09622.1000)
- Alüminyum-tri-sekonder-bütoksit(Merck 8.20054.1000)
- Nitrik asit solüsyonu(Merck 1.00443.2500)
- Gümüş nitrat (Merck101512)
- N-(2aminoethyl)-3aminopropyltrimetoksilyl(DIAMO)(Merck 8.19172.0100)
- İzopropil alkol(IPA)(8.18766.1000)
- Etil alkol (EtOH)(RiedeldeHaën 32221)
- Aseton(Ac) (Merck 822251)
- 3-Aminopropyltrimetoksilyl(AMMO)(Sigma Aldrich 271778-100)

3.2. Kullanılan Cihazlar

Yapılan çalışmalarımızda mikro yapı analizleri kristalografik yapı ve elementel analizler için Afyon Kocatepe Üniversitesi TUAM (Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi) bünyesinde bulunan SEM, XRD cihazları kullanılmıştır. Diğer analizler için Afyon Kocatepe Üniversitesi Kimya Mühendisliği Kimya Laboratuvarları kullanılmıştır. Analizlerde kullandığımız tüm cihazların listesi aşağıda Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1 Analizlerde kullanılan cihazlar.

Cihaz Adı	Markası	Modeli
SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)	LEO	1430 VP
XRD	Shimadzu	6000
Etüv	Labortechnik	1176
Analitik Terazi	Ceast	
Manyetik Karıştırıcı Isıtıcı	Heidolph	MR Hei-Standard

3.2 Yapılan Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada 5 cm çapındaki petri kaplarına, sol-jel yöntemiyle hazırlanan anti bakteriyel filmler spin coating yöntemi ile 10 saniye döndürülerek kaplandı ve kontrollü ortamda 110°C'ye kadar kurutularak çatlaksız homojen jeller elde edildi. Hazırlanan çatlaksız homojen jellerin XRD cihazı ile kristalografik yapısı incelendi, SEM cihazı ile de mikro yapıları tespit edildi. Ayrıca anti bakteriyel film kaplanmış numunelere Staphylococcus aerus bakterisi ekilerek anti bakteriyel testleri yapıldı.

3.2.1 Kaplama Yapılacak Petri Kaplarının Hazırlanması

Üzerine ince film oluşturulacak olan alt tabanların fiziksel özellikleri, ince filmin kalitesi üzerinde en etkili olan faktörlerdendir. Oluşturulan filmlerde kristalleşme alt tabanın kristal yapısına ve kullanılan malzemelerin oranlarına bağlıdır. Kristalleşme, kullanılan malzemenin temizliğine ve yüzey düzgünlüğüne bağlıdır. Bu nedenle, cam petri kapları özel olarak temizlenmiştir ve bu işlem dört aşamada yapılmıştır. İlk olarak camların üzerindeki tozların giderilmesi için petri kapları % 2'lik sodyum hidroksit (NaOH) içerisinde 30 dakika bekletildi. Daha sonra bu petri kapları çıkarılarak distile su ile durulandı ve kurutuldu. İlk işlemde geçirilmiş olan petri kapları ikinci bir kaptaki bulunan % 2'lik nitrik asit (HNO₃) çözeltisinde 30 dakika bekletilerek nötralizasyon yıkaması yapıldı. Nötralizasyon yıkaması yapılan camlar distile su ile durulandı. Daha sonraki işlemde petri kapları içinde %75'lik etil alkol bulunan bir kaptaki yaklaşık 20

dakika yıkandı. İşlem bittikten sonra petri kapları distile su ile durulandı. Son olarak dışarı alınan petri kapları üzerlerine birer süzgeç kağıdı konularak 110°C’de 2 saat etüvde kurutuldu ve etüvün içerisinde oda sıcaklığına kadar soğutuldu. Soğutulan petri kapları ağzı kapalı bir kap içine alınarak toz vb. maddelerden korundu.

3.2.2 Ön Kaplama Solüsyonu ile Petri Kaplarının Kaplanması

Elde edilen temiz cam petri kabı yüzeylerine önce 3-Aminopropyltrimetoxysilane (AMMO) ile ön kaplama yapıldı. Bunun için 1 g. AMMO, 0,5 gram distile su ve 98,5 g. İzopropil alkol (İPA) 15 dakika 250 ml’lik bir erlende karıştırıldı. Elde edilen bu ön kaplama solüsyonu, daha önceden hazırlanmış petri kaplarına bir damlalık yardımıyla 3 damla olacak şekilde damlatıldı. Daha sonra döndürme kaplama yöntemi (spin coating) 10 saniye süreyle uygulandı ve petri kapları ön kaplama solüsyonu ile kaplanmış oldu. Ön kaplama yapılan petri kapları üzerinde bir süzgeç kağıdı konulmuş halde oda sıcaklığından başlayarak 10°C/20 dakika ısıtma hızıyla 110°C’ye kadar ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 2 saat süreyle kurutulmuştur. Etüvde kendi halinde oda sıcaklığına soğutuldu. Bu ön kaplama AMMO asit kaplama solüsyonu ile cam arasında bir köprü vazifesi yapar ve anti bakteriyel filmin tutulmasını kolaylaştırır.

3.2.3 Anti Bakteriyel Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması

İlk olarak aralarındaki mol oranı 0,1:0,1 olacak şekilde 3-(glycidiloxypropyl)trimethoxysilane (GLMYO) ve konsantre Merck HNO₃ alınarak 250 ml’lik bir erlende karıştırılmıştır. Üzerine 20 ml distile su ve 25 ml Merck etanol eklenmiştir. Karışım 30 dakika manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Bu çözeltiyeye etanol katmamızın sebebi çözünmeyi sağlamak ve GLMYO ve HNO₃’ten homojen bir karışım elde etmektir.

Ayrıca 500 ml’lik bir behere 200 ml saf su alınarak yaklaşık 80°C’ye ısıtılmıştır. Üzerine 2,46 gram alüminyum trisekonderbütoksit azar azar ilave edilerek 15 dakika

kariřtirilmiřtir. Bu kariřim iine 1,30 gram Etilasetoasetat (HacacOEt) katılarak 30 dakika daha kariřtirilmiřtir.

Sonraki ařamada nceden hazırladıđımız hidrolize GLMYO solsyonuna sonradan hazırlanan HacacOEt-Al-tri-sec-btoksit kariřimini bir musluklu huni yardımıyla damla damla ilave edilerek manyetik kariřtiriciđa 250 devir/dakika hızla 1 saat kariřtirilmiřtir. Bu kariřime 1. Stok kariřimi adı verilmiřtir.

Bir sonraki ařamada 250 ml'lik erlen ierisine 34,4 ml İPA, 10,6 ml etil alkol (EtOH) konulur.33,35 gram N-(2-aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilane (DIAMO) tartıldı. İPA ve EtOH kariřimini ierisine DIAMO damla damla katılarak manyetik kariřtiriciđa yarım saat kariřtirilmiřtir. Oluřan bu kariřime 2. Stok zelti adı verilmiřtir.

Stok 2 zeltisinden 50 ml alınarak (Ag^+ katkısı olmayan Ag-DIAMO kompleksi) zerine 50 ml stok 1 zeltisinden katılmıř ve manyetik kariřtiriciđa yarım saat kariřtirilerek % 0 Ag^+ olacak řekilde kaplama solsyonu hazırlanmıřtır.

Ayrıca stok 2 zeltisinden 50 ml alınarak ierisine Ag^+ katkısı % 1 olacak řekilde $AgNO_3$ katılarak Ag-DIAMO kompleksi hazırlanmıřtır. Burada İPA/EtOH/Ag/DIAMO/ $AgNO_3$ mol oranı 15/6/1,5/5/1 olacak řekildedir.

Bu Ag-DIAMO kompleksi zerine stok 1 zeltisinden 50 ml katılarak manyetik kariřtiriciđa yarım saat kariřtirilerek % 1 Ag^+ katkılı kaplama solsyonu hazırlanmıřtır.

Benzer iřlemler % 2, % 3, % 4 ve % 5 Ag^+ ieren zeltiiler iin tekrarlanmıřtır. Bylece Ag^+ katkısı olmayan ve % 1'den % 5'e kadar deđiřen oranlarda Ag^+ ieren toplam 6 farklı seri kaplama solsyonları hazırlanmıřtır.

3.2.4 İnce Film Kaplamaların Oluřturulması

Daha nceden temizlenerek hazırlanmıř olan petri kaplarına ve petri kaplarına benzer řekilde temizlenerek hazırlanmıř cam lameller zerine hazırlanan kaplama solsyonları

her bir seri için 2'şer paralel olarak spin coating yöntemiyle kaplanmıştır. Böylece toplam 12 adet lamel ve 12 adet petri kabı olmak üzere 24 adet numune hazırlanmıştır. Kaplanmış numuneler bir paslanmaz çelik tepsiye sıralanarak üzerlerine süzgeç kağıdı kapatılarak etüvde kurutulmuştur. Etüv sıcaklığından 10°C/20 dk. Isıtma hızıyla 110°C'ye getirilerek bu sıcaklıkta 2 saat süreyle bütün numuneler kurutulmuştur. Hazırlanan film kaplamaların sıcaklık artışı ile çatlamasını önlemek için etüvün en alt kısmında 3 noktaya 250 ml'lik erlen içerisinde saf su konularak nem oranı yavaş yavaş azaltılarak kontrollü şekilde kurutulmuştur.

Böylece 12 adet petri kabından hazırlanan numuneler anti bakteriyel testlerde kullanılmıştır. 12 adet lamel kaplanarak hazırlanan numuneler ise kaplamaların karakterizasyonu testlerinde kullanılmıştır.

3.2.5 Anti Bakteriyel Film Kaplanmış Numunelerin Karakterizasyonu

3.2.5.1 X- Işınları Kırınımı Testleri (XRD Analizleri)

X-ışınları kırınım yöntemi kütle veya toz halindeki malzemelerin, kristalin malzemelerin karakterizasyonunda kullanılan temel tekniklerden biridir. XRD cihazı ile katı ve toz örneklerin yapılarındaki kristal formlar, bu tür malzemelerin içerdiği fazlar, bu fazların miktarı ve kristal boyu hakkında bilgi edinilmektedir. Numune üzerine gönderilen dalga boyu bilinen x-ışınları farklı açılarda Bragg kanununa göre malzemedeki düzlemler tarafından kırınıma uğratılır. Bu yöntemle elde edilen paternler her bir faz için parmak izi niteliğinde olup, malzeme içerisinde bulunan fazların tayinini sağlar. XRD ile analizde, malzeme yapısı (kristalin/amorf), kristalin malzemeler için kalitatif mineralojik analiz, latis parametresinin hesaplanması, kristal yapısı gibi özellikler belirlenebilir. Bu tahribatsız analiz yöntemi malzeme bilimi, jeoloji ve daha birçok değişik alanlarda yaygın bir kullanıma sahiptir.

Örnek Özellikleri

- Her analiz için en az 10 gram numune gerekmektedir.
- Numune 100 mikron altına öğütülmelidir.
- Toz olmayan numuneler için numune yüzeyi düzgün olmalıdır.

X-Ray Diffraction (XRD) spektroskopisi olarak bilinen X - Işını kırınım spektroskopisi isminden anlaşılacağı üzere X - ışını denilen Ultraviyole ışıandan daha kuvvetli fakat Gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanılarak yapılan analizi temel alır. Kristal yapısı fotonların, nötronların ve elektronların kırınımı yoluyla incelenir. Bir X-ışını fotonunun enerjisi de dalga boyuna bağlı olarak;

$$E=hc/\lambda \text{ dür.} \quad (3.1)$$

Burada h Planc sabiti, c ışık hızı, λ ise fotonun dalga boyudur.

$$2d\sin\theta=n\lambda \quad (3.2)$$

Bu denklemde d düzlemler arası mesafe, n kırınım mertebesi ve λ dalga boyudur. Bragg Yasası λ ve θ 'nin uyumunu gerektirir. Üç boyutlu bir kristale herhangi bir açıyla çarpan λ dalga boyuna sahip tek renkli X-ışınları genel olarak kristal tarafından yansıtılmayacaktır. Bu kristalde Bragg yansımasını gerçekleştirmek için dalga boyunun veya açının taranması gerekir. Kırınım yöntemleri özellikle bunları gerçekleştirmek için düzenlenir.

Yaptığımız çalışmada analizler için Shimadzu marka XRD-6000 model cihaz kullanılmıştır. Cihazımız Bakır (Cu) X ışını tüpüne sahip olup 1,544 $^{\circ}$ A dalga boyuna sahip Bakır $K\alpha$ X-ışını kullanılmaktadır. Toz ve düzgün yüzeyli katı örneklerin kalitatif minerolojik veya faz analizleri ve kristal yapı tanımlaması yapılmaktadır. Kalitatif analizler ICDD kartları ile karşılaştırma yapılarak gerçekleştirilmektedir. Kullanılan XRD cihazının resmi Şekil3.1'de görülmektedir.



Resim 3.1 Shimadzu marka XRD-6000 cihazı.

Çalışmalarımızda hazırlanan anti bakteriyel filmlerin özelliklerini belirleyebilmek için numunelerin toz halinde olması gereklidir. Bu yüzden X-Işınları kırınımı testleri yapabilmek için; Ag^+ katkısı olmayan, % 1 Ag^+ , % 2 Ag^+ , % 3 Ag^+ , % 4 Ag^+ ve % 5 Ag^+ katkılı kaplama solüsyonlarından 250 ml'lik erlenlere 20'şer ml alınarak ağızları süzgeç kağıdı ile kapatılarak bütün numuneler etüvde $10^{\circ}C/20$ dk. ısıtma hızıyla $110^{\circ}C$ 'de 12 saat süreyle kurutulmuştur. Kurutulan numuneler bir metal kazıyıcı yardımıyla kazınarak agat havanda öğütülerek ince toz halinde cam şişelere alınmış ve XRD testlerine hazır hale getirilmiştir. Bu şekilde Ag^+ katkısı olmayan, % 1 Ag^+ , % 2 Ag^+ , % 3 Ag^+ , % 4 Ag^+ ve % 5 Ag^+ katkılı olarak hazırlanan toplam 6 adet numunenin XRD difraktogramları alınmıştır.

3.2.5.2 Taramalı Elektron Mikroskobu Analizleri (SEM Analizleri)

SEM cihazı ile malzemelerin mikro ve nano boyuttaki yapıları görüntülenebilmektedir. Cihazdaki SE (ikincil elektron) dedektörü ile topografik üç boyutlu görüntü, BSE dedektörü ile atomik kontrasta bağlı iki boyutlu görüntü elde edilmektedir. EDX (Enerji dağıtan X-ışınları) dedektörü ile yapıların elementel içeriği nitel ve nicel olarak belirlenebilmektedir. Ayrıca haritalama yöntemi ile resim üzerinde elementlerin dağılımı izlenebilmektedir (Efendiler 2006).

Elektron mikroskobu yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların malzeme yüzeyine çarptırılıp yansıma prensibine dayanır. Bu yansıyan elektronlar ve buna bağlı olarak X-ışınları kullanılarak değişik analizler yapıлып yüzeyin topografisi elde edilir. Numunelerin mikro yapısal özelliklerinin analizi için yüksek çözünürlüğe sahip taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılır.

Çalışmalarımızda taramalı elektron mikroskobu analizleri için daha önceki kısımda hazırlanışı detaylı olarak anlatılan Ag^+ katkısı olmayan, % 1 Ag^+ , % 2 Ag^+ , % 3 Ag^+ , % 4 Ag^+ ve % 5 Ag^+ katkılı olarak hazırlanan lamel üzerinde oluşturulmuş 6 adet kaplama numunelerinin SEM resimleri alınarak mikro yapıları belirlenmiştir. Hazırlanan numunelerin yüzey morfolojilerinin karakterizasyonu SEM-LEO1430 VP ile incelendi. Hazırlanan farklı konsantrasyondaki numunelerin mikro yapısı ve film kalınlığına bakılmıştır.

Ayrıca cihazımız LEO 1430 VP model SEM cihazı W (Tungsten) filament ile çalışmaktadır. Cihaz üzerinde ikincil elektron (secondary electron), geri yansıyan elektron (back scattered electron) ve X ışınları (EDX- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) detektörü bulunmaktadır. Cihaz görüntü üzerinde nokta, çizgi, alan ve haritalama yöntemleri ile kalitatif ve semi-kantitatif olarak elementer analizleri yapabilmektedir. Bu sayede numunelerin SEM-EDX analizleri de yapılarak gümüş katkılarının etkisi belirlenmeye çalışılmıştır. Aşağıdaki Şekil 3.2'de kullanılan SEM-LEO 1430 VP model cihazın resmi görülmektedir.



Resim 3.2 SEM LEO 1430 VP CİHAZI.

3.2.5.3 Anti Bakteriyel Testler

Anti bakteriyel testler için *Staphylococcus aerus* bakterilerinin sayısı, yayma plak yöntemiyle Baird Parker agar kullanılarak yapılmıştır. Bunun için *Staphylococcus aerus* bakterilerinden sıvı besiyeri (dilüsyon) hazırlanmıştır.

Dilüsyonların hazırlanması için otoklavda 121°C'de, 1 atmosfer basınçta 20 dakika boyunca sterilize edilen besiyeri oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Bu şekilde her ekim yapılacak numune için 3'er adet dilüsyon hazırlanmıştır. Hazırlanan bu dilüsyonlardan petri kaplarındaki Ag⁺ katkısı olmayan, % 1 Ag⁺ katkılı, % 2 Ag⁺ katkılı, % 3 Ag⁺ katkılı, % 4 Ag⁺ katkılı ve % 5 Ag⁺ katkılı kaplama numunelerinin her birine 10⁴ bakteri ekimi yapılmıştır.

Ekilen besi yerlerindeki bakteri kolonisinin sayımını yapabilmek amacıyla 0.saat (başlangıç anı) için şu işlemler yapılmıştır. Ekim yapılan Ag⁺ katkısı olmayan, % 1 Ag⁺, % 2 Ag⁺, % 3 Ag⁺, % 4 Ag⁺ ve % 5 Ag⁺ katkılı kaplamaların her birinin yüzeyinden steril swaplar yardımı ile numune alınmıştır. Numuneler alındıktan sonra steril swaplar içlerinde 9'ar ml steril ringer çözeltisi bulunan tüpler içerisine konulmuştur. İçinde pamuklu swap bulunan steril ringer çözeltisinden 1 ml alınarak diğer steril ringer çözeltisine alınmıştır. Bu şekilde bakteri kolonisi 10⁻²'ye seyreltilmiş olur. Bu steril ringer çözeltisinden de 1 ml alınarak diğer steril ringer çözeltisine konularak seyreltme işlemi tamamlanmıştır. Bu şekilde bakteri koloni sayısı 10⁻³ adede seyreltilmiştir.

Daha sonra 10⁻² ve 10⁻³ adete seyreltilen steril ringer çözeltilerinden 0,50 ml alınarak Baird Parker agar üzerine ekim yapılmıştır. Ekimler 10⁻² A, 10⁻² B ve 10⁻³ A, 10⁻³ B olacak şekilde çift paralel ekilmiştir. Böylece 6 farklı numune gurubumuzdan ikişer paralel olarak toplam 12 besiyeri numunesi hazırlanmıştır.

Agar üzerine yapılan her bir ekimde yayma işlemi şu şekilde yapılmıştır. Bir beher içerisindeki hacimce % 76'lık (v/v) etil alkolde bekletilen cam drigalski spatülü, bunsen beki alevinde yakılarak alkolü uzaklaştırılır ve bu şekilde yayma işleminde kullanılacak olan drigalski spatülü sterilize edilir. Sterilize edilen spatül önce, petri kutusunun boş

bir yerinde soğutulduktan sonra, ilave edilen örnek, petri kutusunun her yerine eşit olacak şekilde yayılır. Besiyerleri donduktan sonra, petri kutuları ters çevrilerek 37°C'deki inkubatörde 24-48 saat inkubasyona bırakılır. İnkubasyon sonunda besi yeri üzerinde gelişen 0,5 mm den daha büyük koloniler sayılır (Nickerson and Sinskey 1974, Anonim 1989, Temiz 2000, Halkman 2005). Bütün dilusyonlar ve paraleller sayıldıktan sonra bakteri sayısı aşağıdaki formülle hesaplanır (Nickerson and Sinskey 1974, Halkman 2005).

$$N = C/[V \times (n1 + 0,1 \times n2) \times d] \quad (3.3)$$

Burada;

N:Örneğin 1 gram ya da 1 mililitresindeki mikroorganizma sayısı

C:Sayımı yapılan tüm petri kutularındaki koloni sayısının toplamı

V:Sayımı yapılan petri kutularına aktarılan hacim (mL)

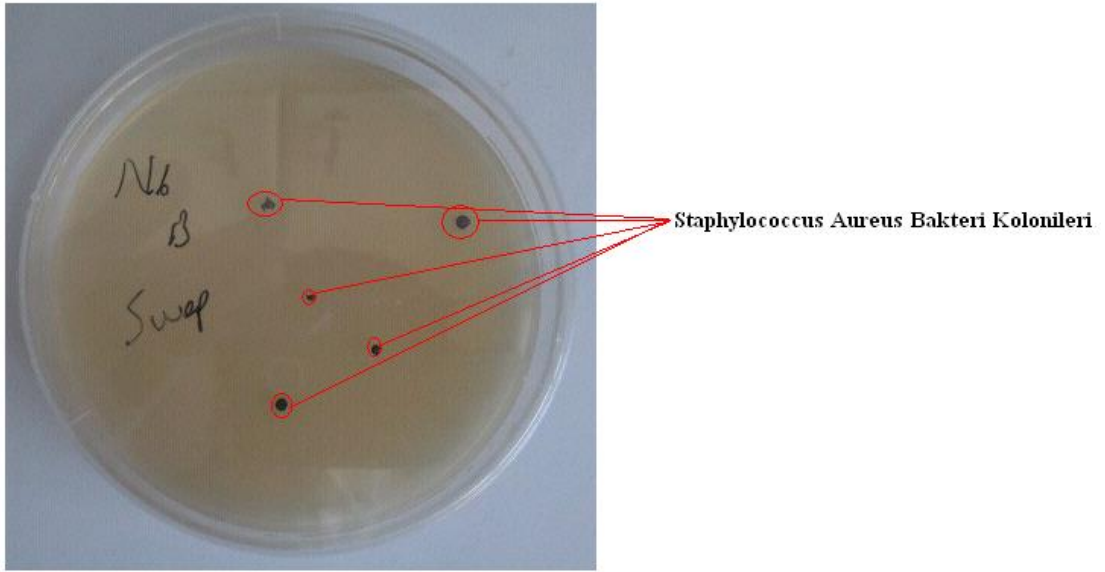
n1: İlk seyreltiden yapılan sayımlarda sayım yapılan petri kutusu adedi

n2: İkinci seyreltiden yapılan sayımlarda sayım yapılan petri kutusu adedi

d: Sayımın yapıldığı ardışık iki seyreltiden daha konsantre olanın seyrelme oranı

Bakteri ekim ve sayım işlemleri sıfırinci saat için yapılan işlemlere benzer şekilde, 6 saat sonra, 12 saat sonra ve 24 saat sonra tekrarlanmış, zamana bağlı olarak Ag⁺ katkısı olmayan % 1 Ag⁺ katkılı, % 2 Ag⁺ katkılı, % 3 Ag⁺ katkılı, % 4 Ag⁺ katkılı ve % 5 Ag⁺ katkılı kaplama numunelerindeki bakteri koloni sayısı değişimi tespit edilmiştir.

Yapılan anti bakteriyel test çalışmalarında Resim 3.3'te oluşan Staphylococcus Aureus bakterileri görülmektedir.



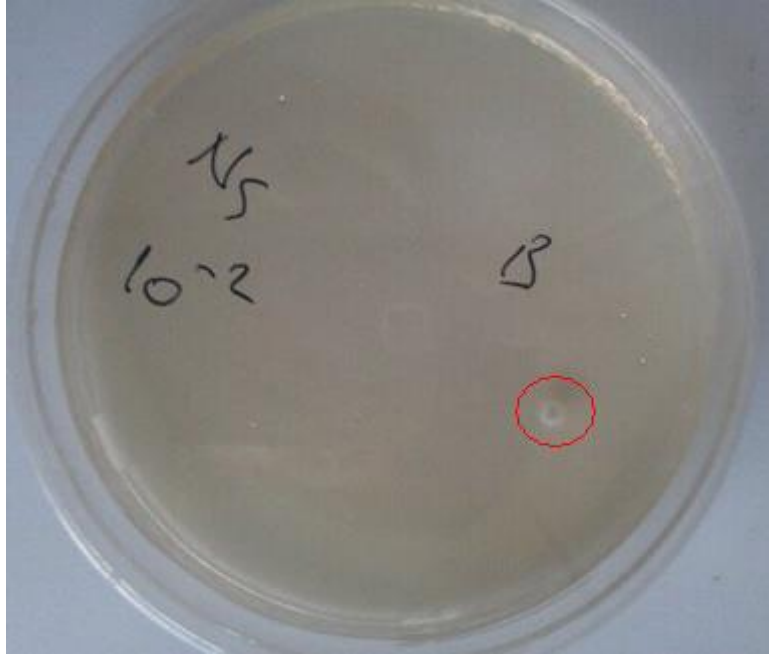
Resim 3.3 Baird Parker agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.



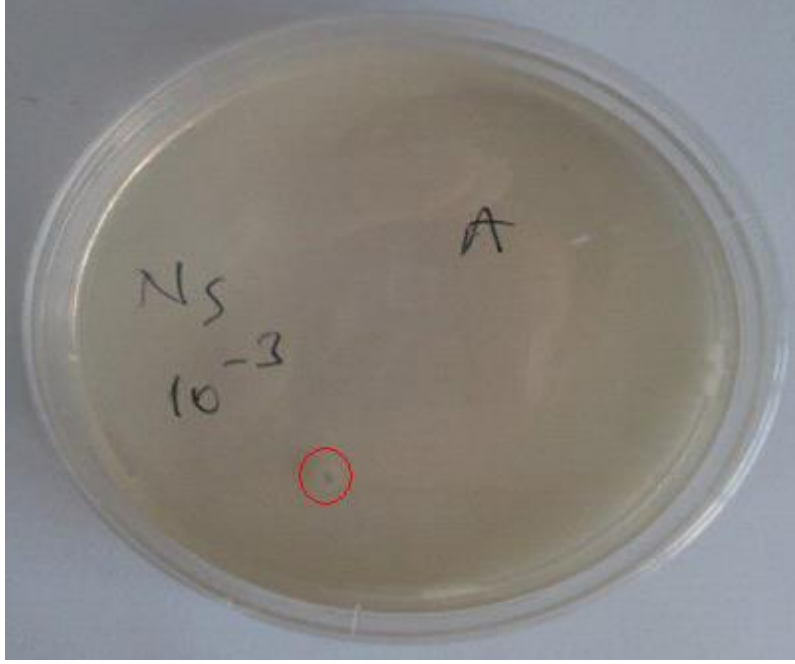
Resim 3.4 % 5 Ag⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.



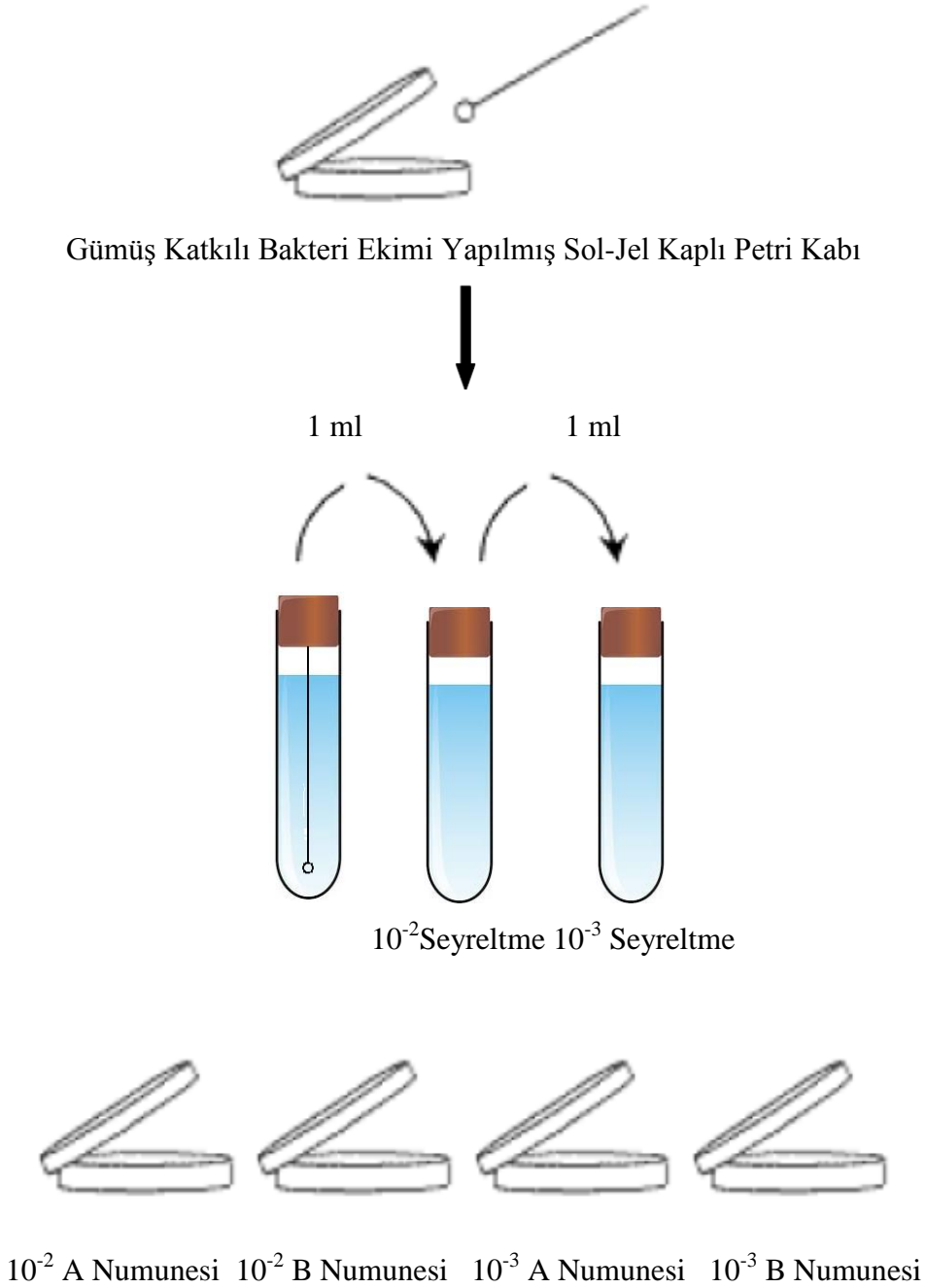
Resim 3.5 % 1 Ag^+ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan *Staphylococcus Aureus* kolonileri.



Resim 3.6 % 4 Ag^+ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan *Staphylococcus Aureus* kolonileri.



Resim 3.7 % 4 Ag⁺ katkılı petri kabından alınan swapla yapılan ekimde agarda oluşan Staphylococcus Aureus kolonileri.



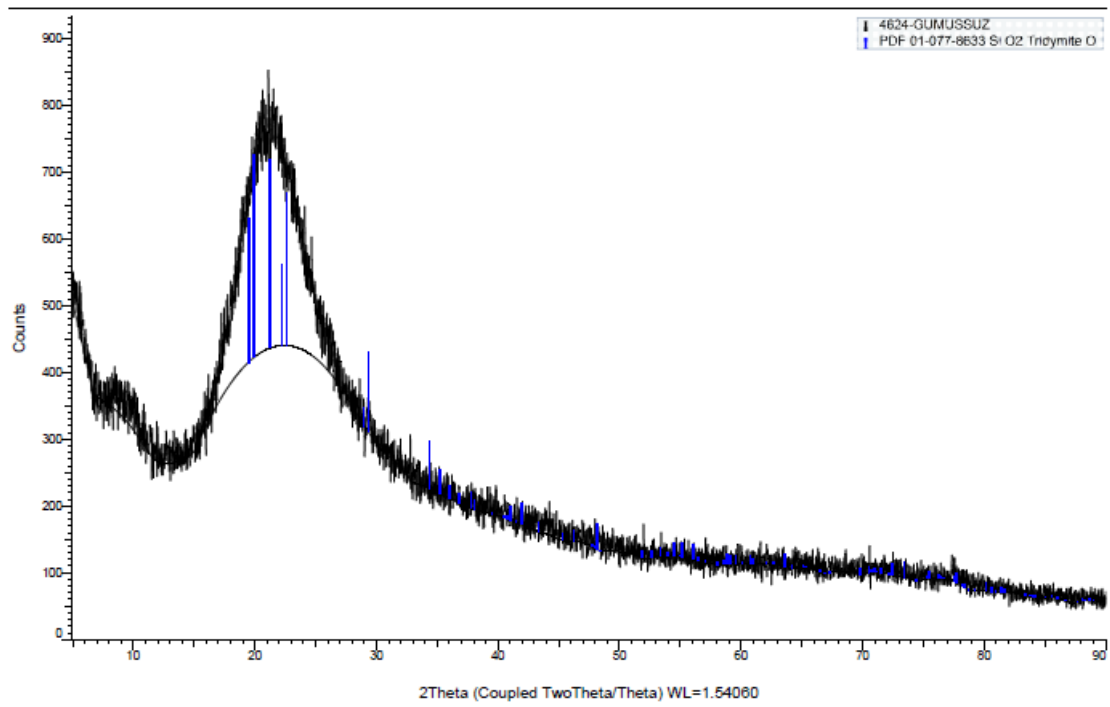
Şekil 3.1 Antibakteriyel Test Metodu Akış Şeması.

4. BULGULAR

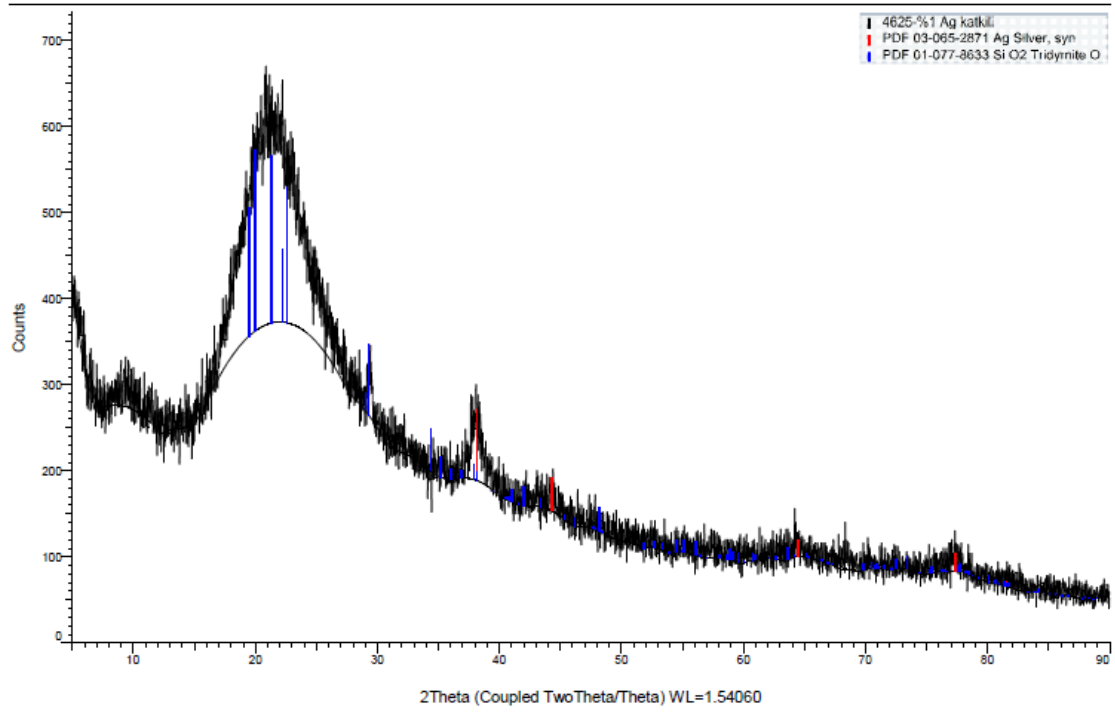
4.1 İnce Filmlerin Yapısal Özellikleri

Bu arařtırmada, filmlerin kristal yapısı X-ışını difraktometresi ile mikro yapıları ise SEM ile incelenmiştir.

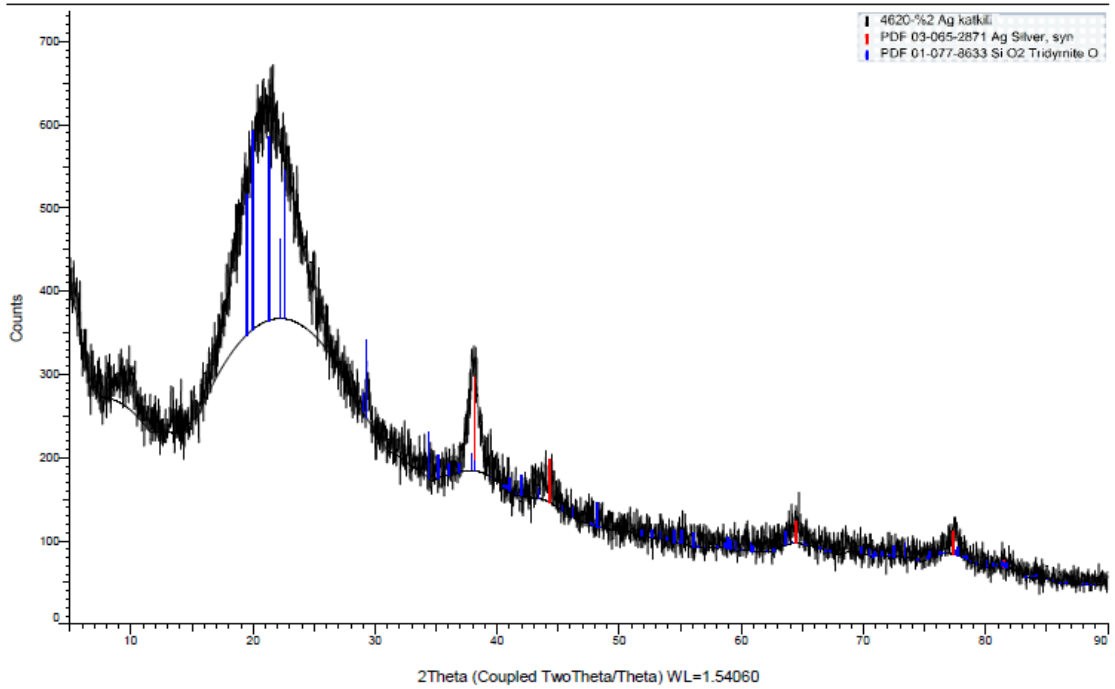
4.1.1 X- Işınları Kırınımı Testleri Sonuçları (XRD Analizi Sonuçları)



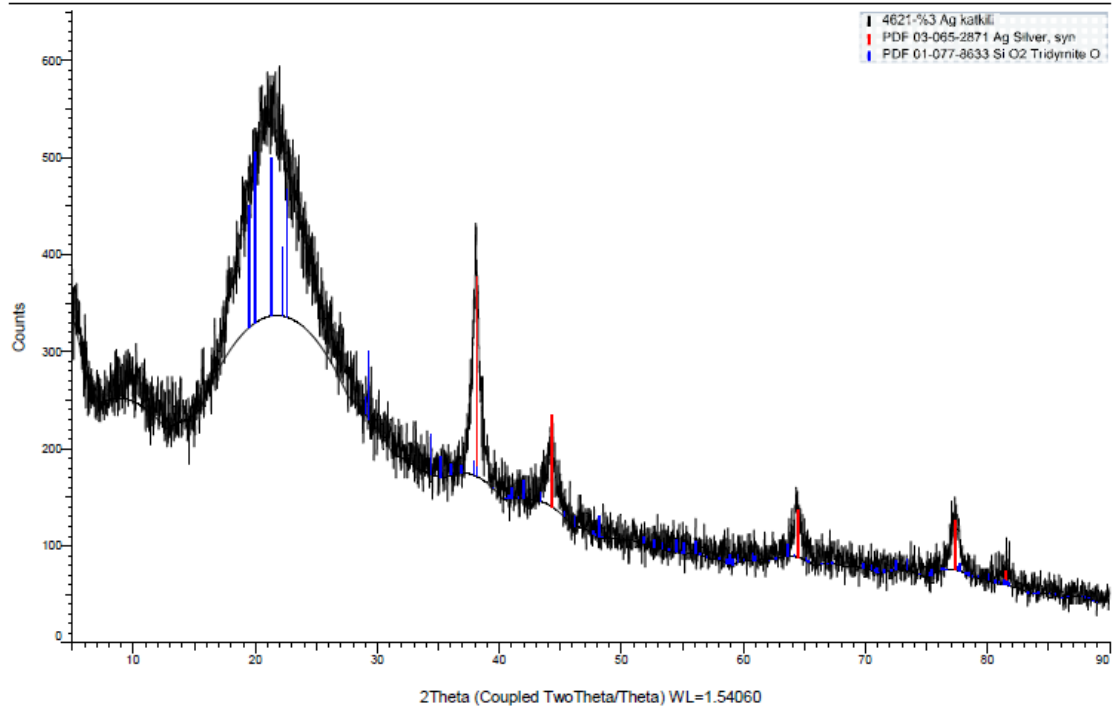
Şekil 4.1 Gümüşsüz kaplamaların XRD difragtogramı.



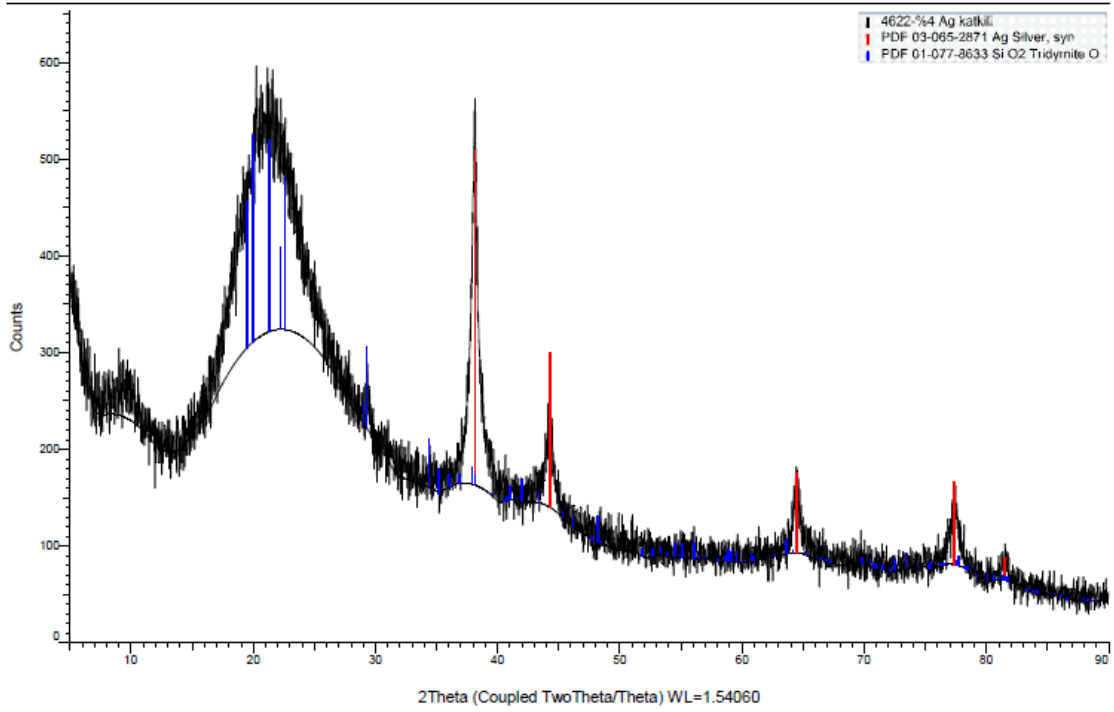
Şekil 4.2 % 1 Gümüş katkıli kaplamaların XRD difraktogramı.



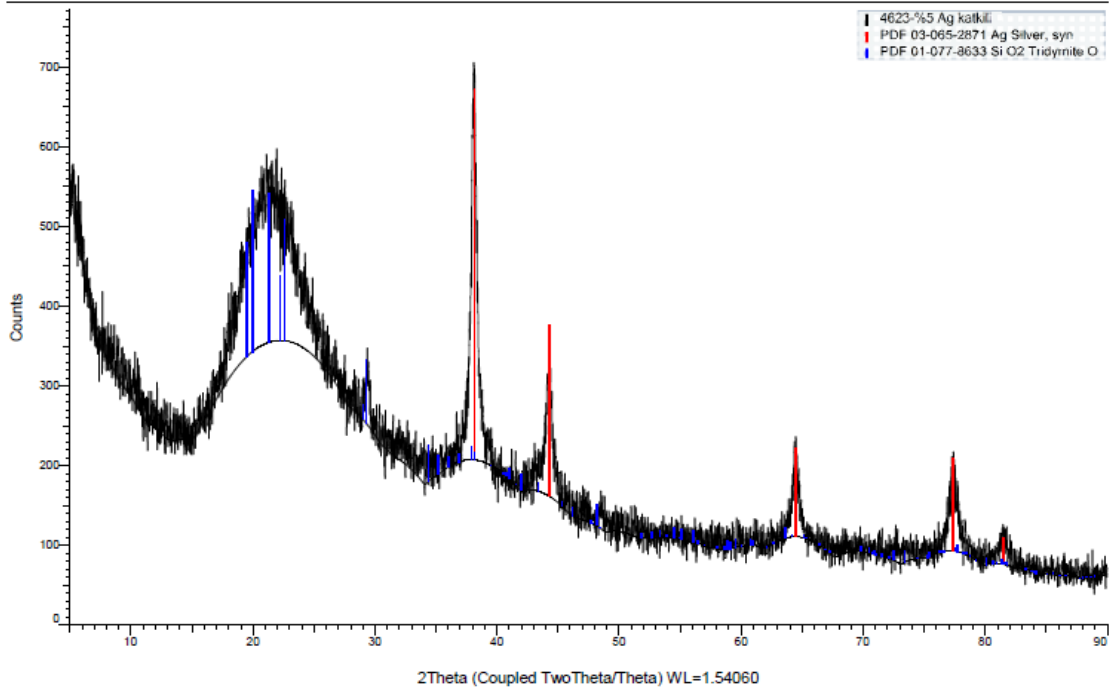
Şekil 4.3 % 2 Gümüş katkıli kaplamaların XRD difraktogramı.



Şekil 4.4 % 3 Gümüş katkıli kaplamaların XRD difragtogramı.



Şekil 4.5 % 4 Gümüş katkıli kaplamaların XRD difragtogramı.



Şekil 4.6 % 5 Gümüş katkıli kaplamaların XRD difraktogramı.

Yapılan XRD analizleri sonucunda gümüş katkısı olmayan toz numunelerin XRD analizlerinde beklendiği gibi gümüş iyonlarına rastlanılmamıştır.

% 1 Ag^+ katkıli numunelerde ise beklendiği gibi gümüş varlığı tespit edilmiştir. Difraktogramın 2 teta (2θ) değerinin 38 olduğu yerde Ag^+ iyonlarının bağıl çokluğu 300 civarındadır.

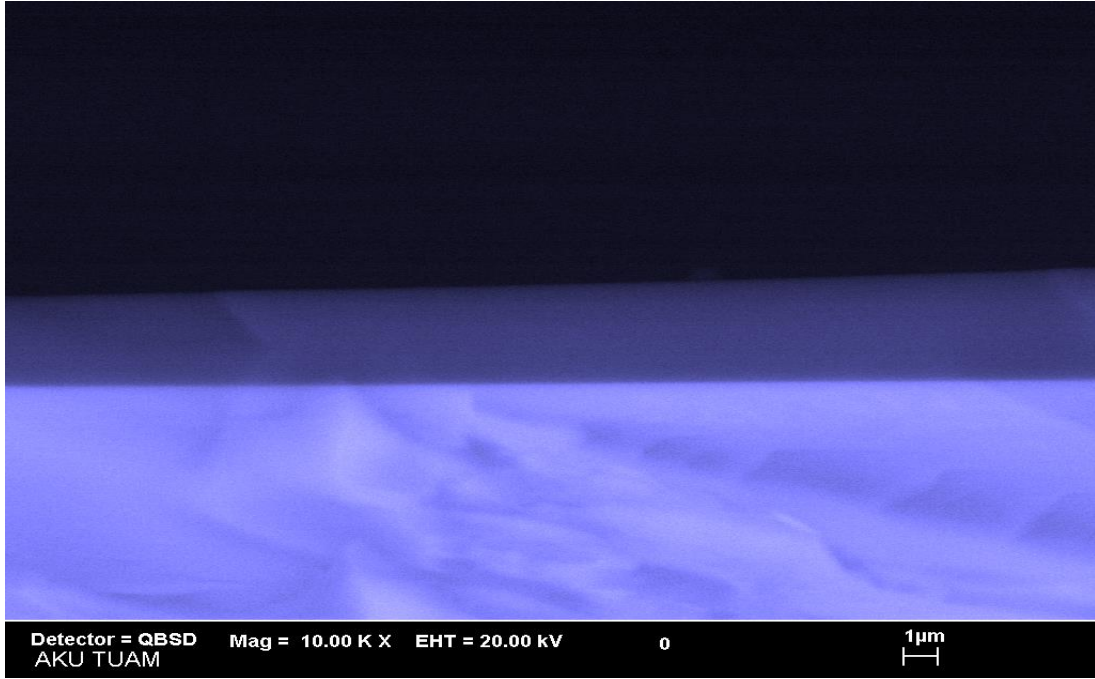
% 2 Ag^+ katkıli numunelerde ise yine aynı 2θ değerinde Ag^+ iyonları çokluğu 350 civarındadır ve farklı 2θ değerlerinde Ag^+ varlıkları artış göstermektedir.

% 3 Ag^+ katkıli numunelerde yine aynı 2θ değerinde Ag^+ çokluğu 420 kadardır ve diğer Ag^+ piklerinde de artış görülmektedir.

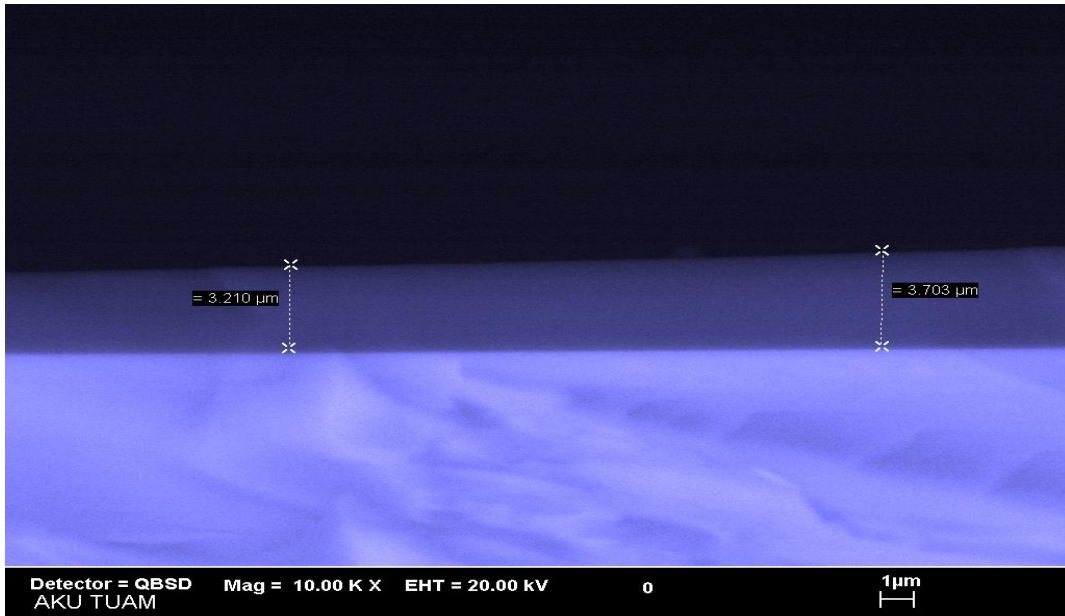
% 4 Ag^+ katkısında da beklenen artışlar görülmekte ve 2θ değerinde Ag^+ varlığı 550 civarına ulaşmaktadır ve yine diğer Ag^+ piklerinde de artış görülmektedir.

Aynı şekilde % 5 Ag⁺ katkılı numunelerde benzer artışlar gözlenmekte ve 2θ=38'de maksimum Ag⁺ varlığı 700 civarına ulaşmaktadır ve diğer gümüş pikleri de benzer artış göstermektedir.

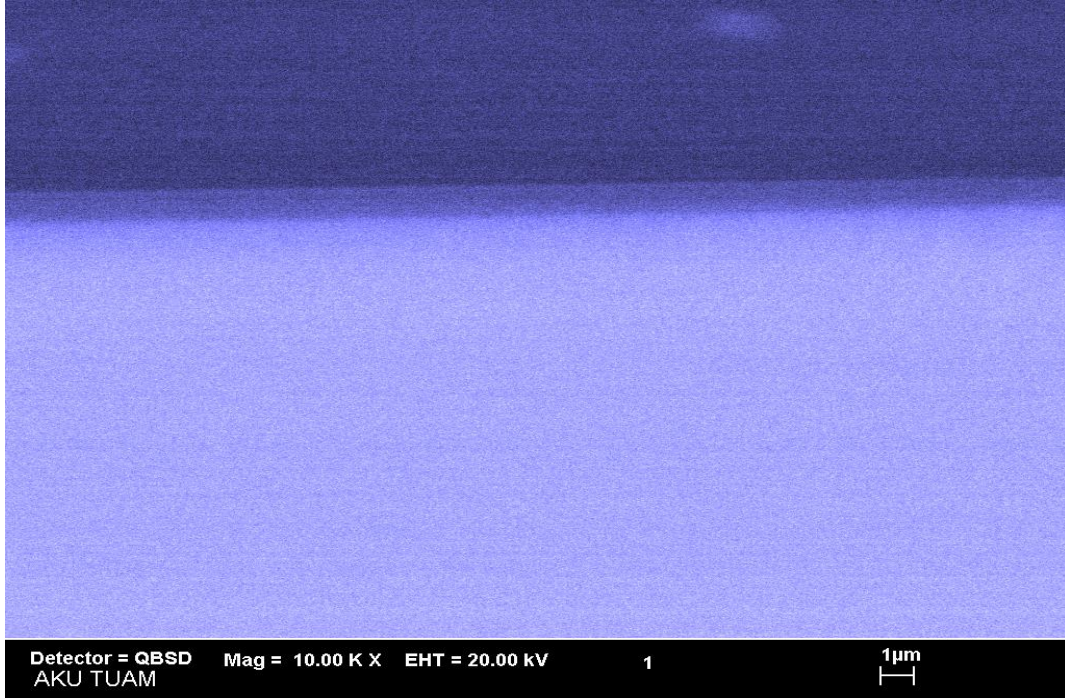
4.1.2 Taramalı Elektrom Mikroskobu Sonuçları (SEM Sonuçları)



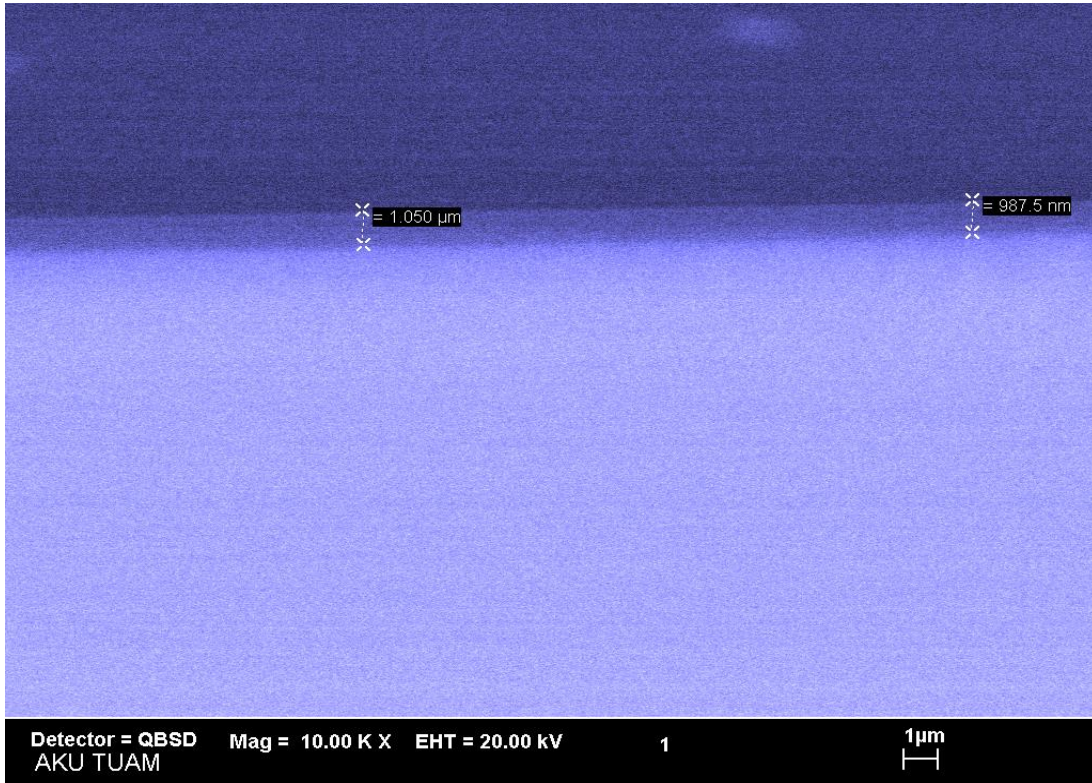
Resim 4.1 Gümüşsüz ince film kaplama.



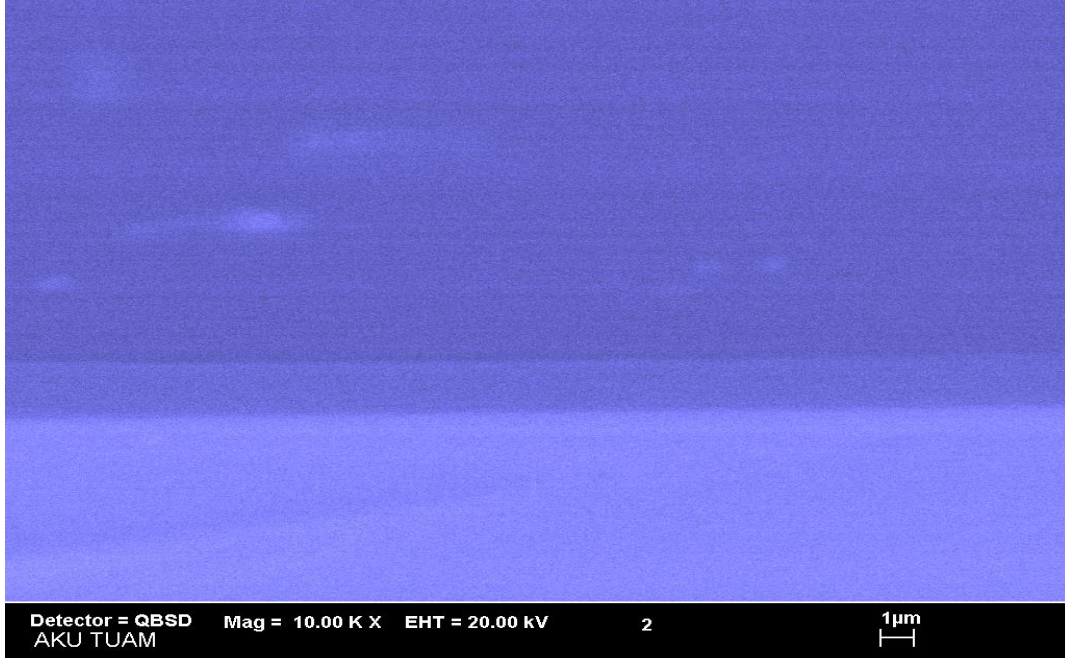
Resim 4.2 Gümüşsüz ince film kaplama kalınlığı.



Resim 4.3 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama.



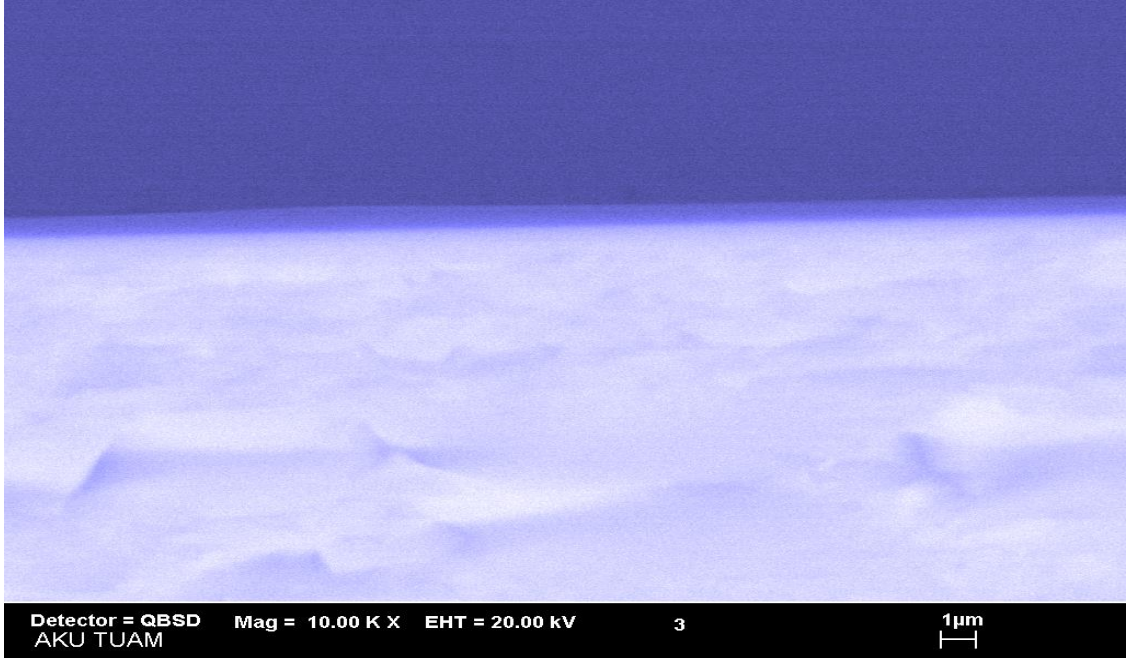
Resim 4.4 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.



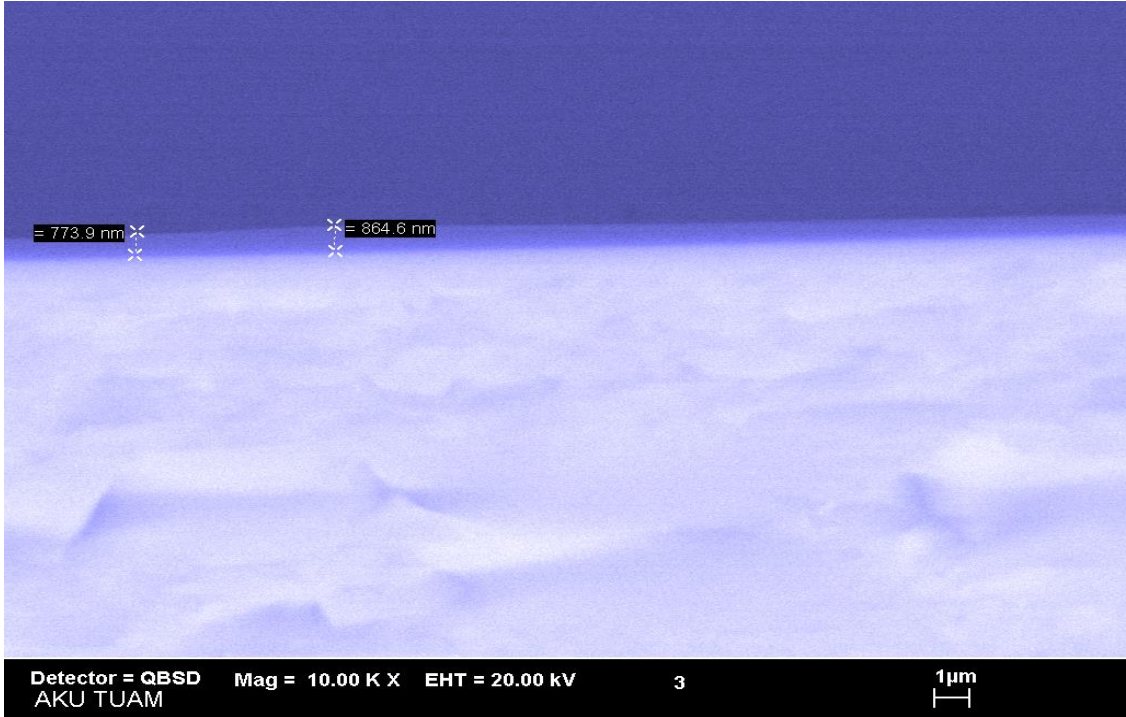
Resim 4.5 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama.



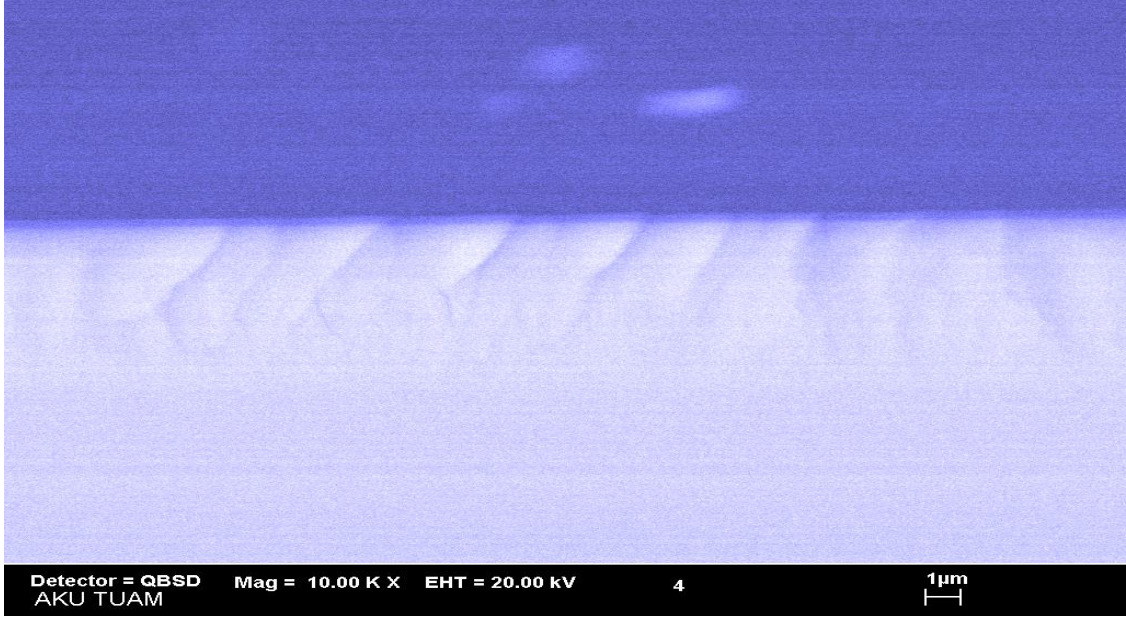
Resim 4.6 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.



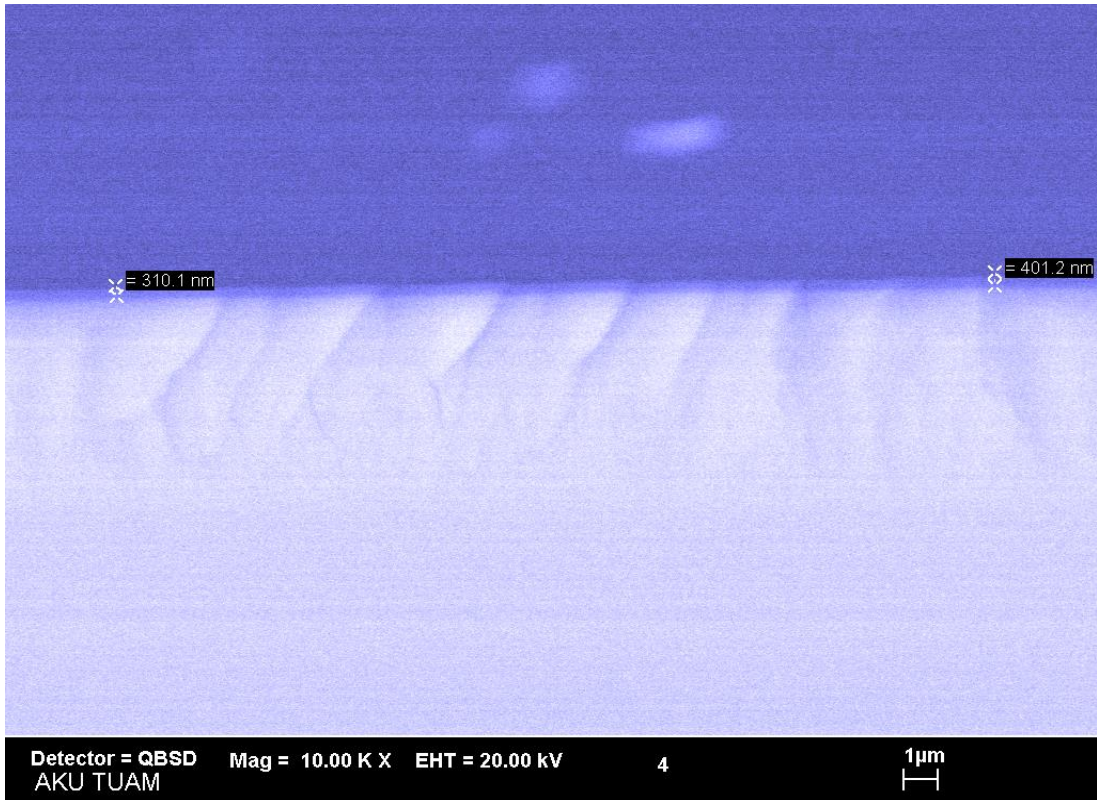
Resim 4.7 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama.



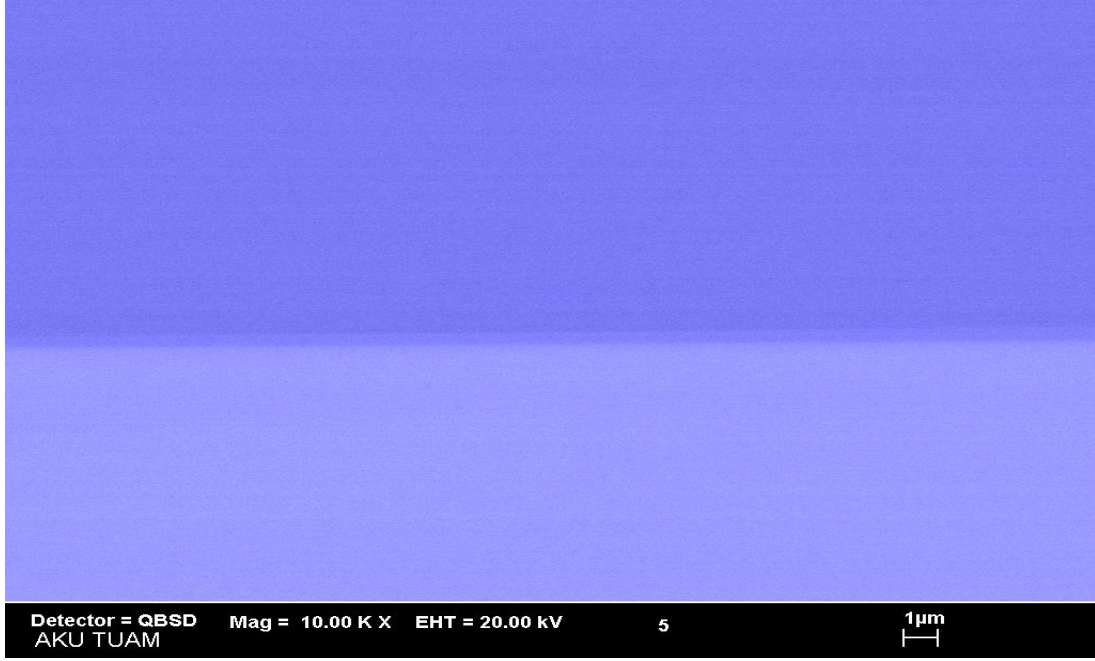
Resim 4.8 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.



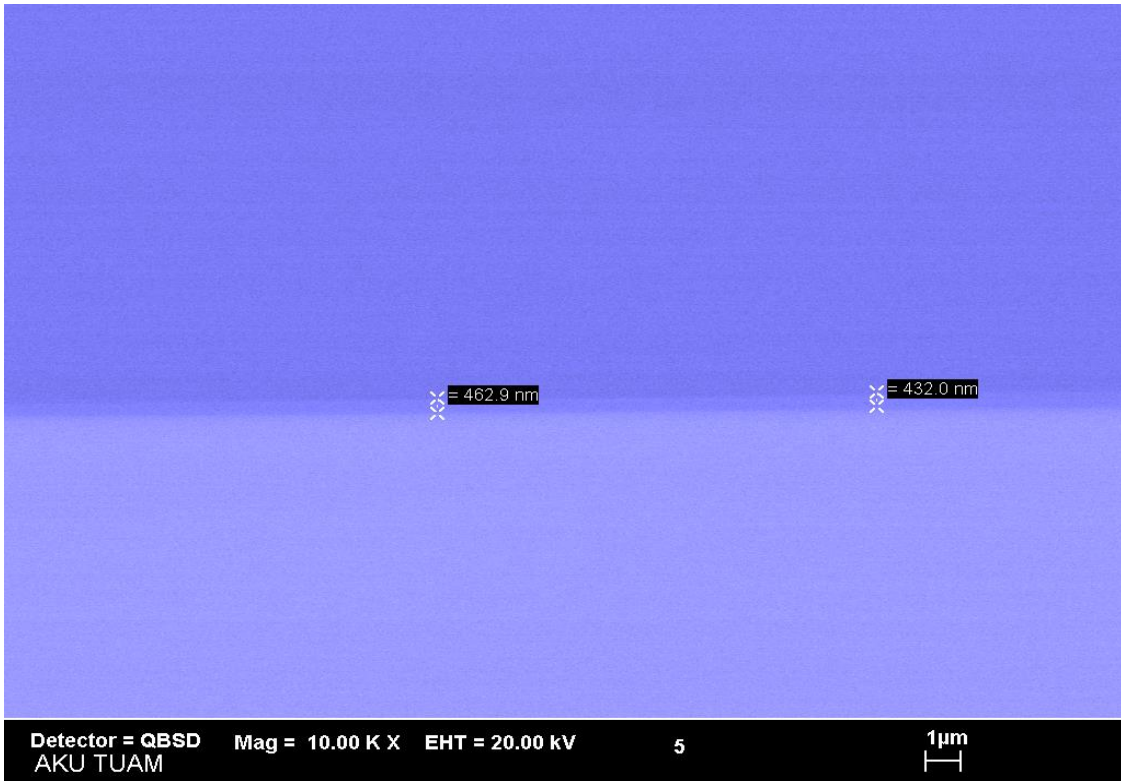
Resim 4.9 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama.



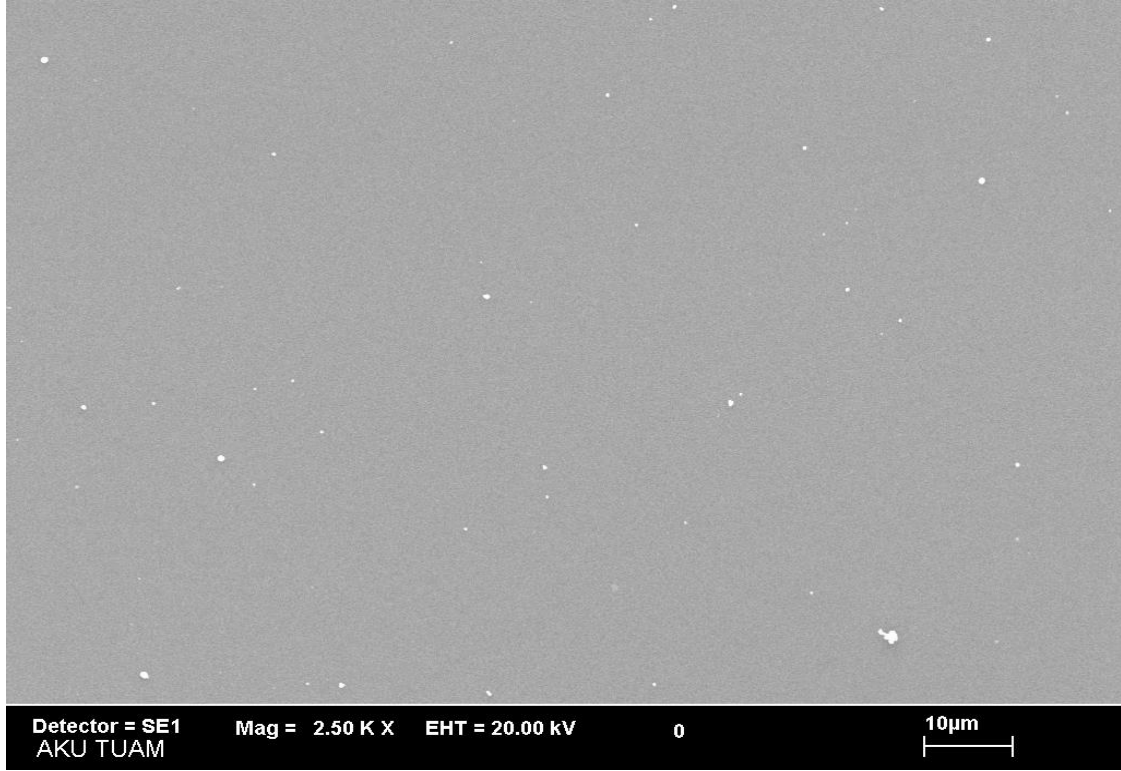
Resim 4.10 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.



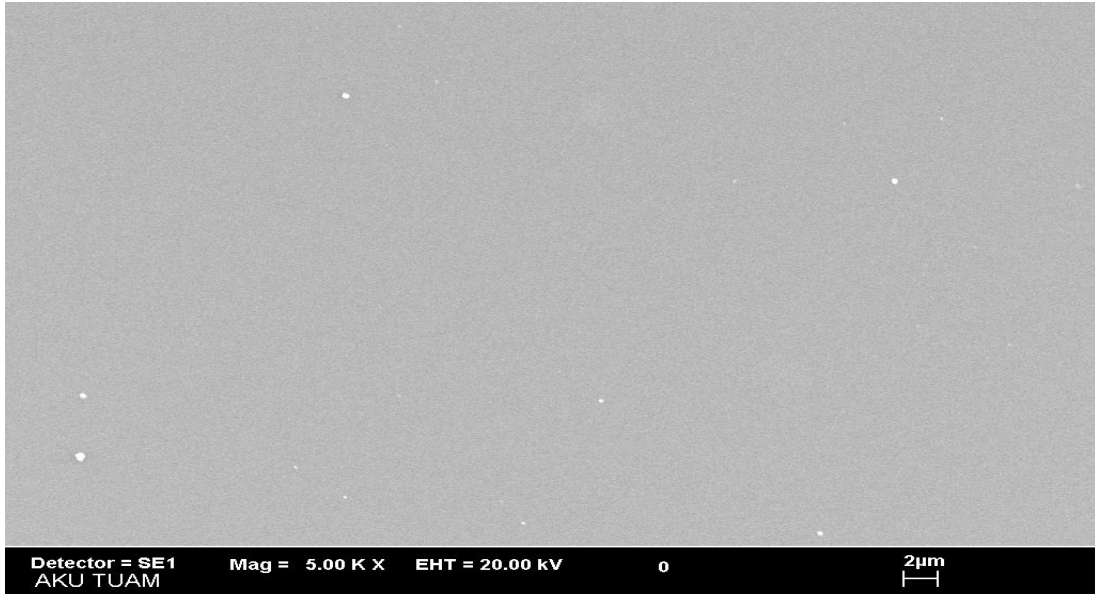
Resim 4.11 % 5 Gümüş katkılı ince film.



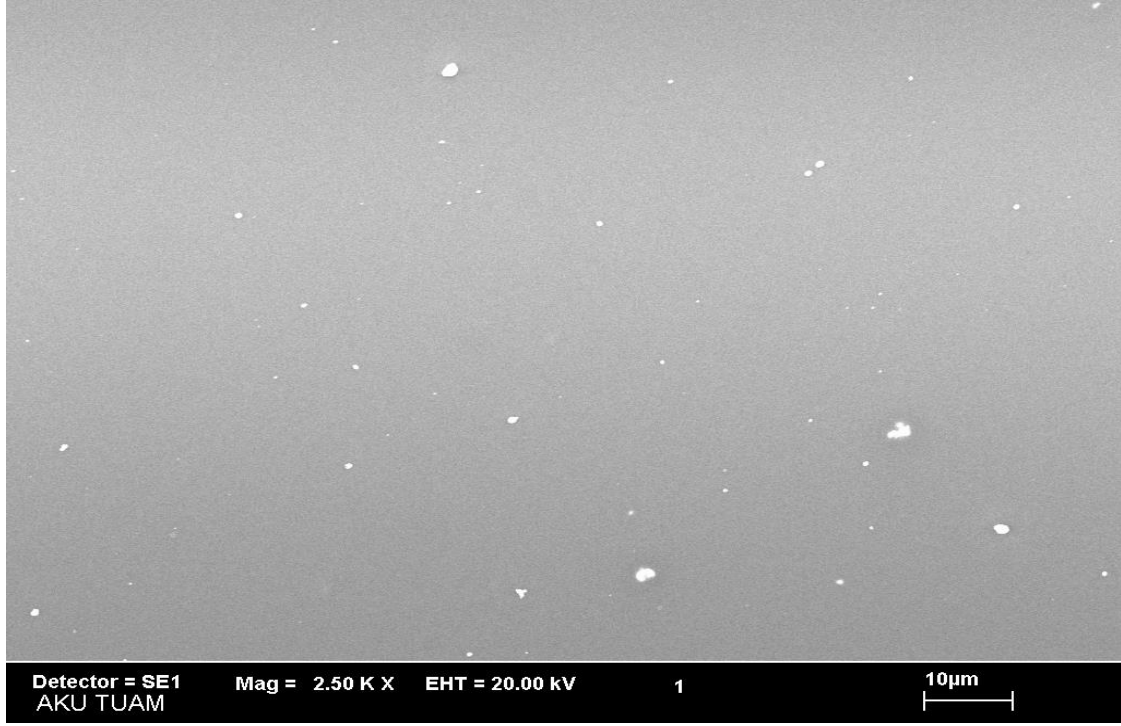
Resim 4.12 % 5 Gümüş katkılı ince film kaplama kalınlığı.



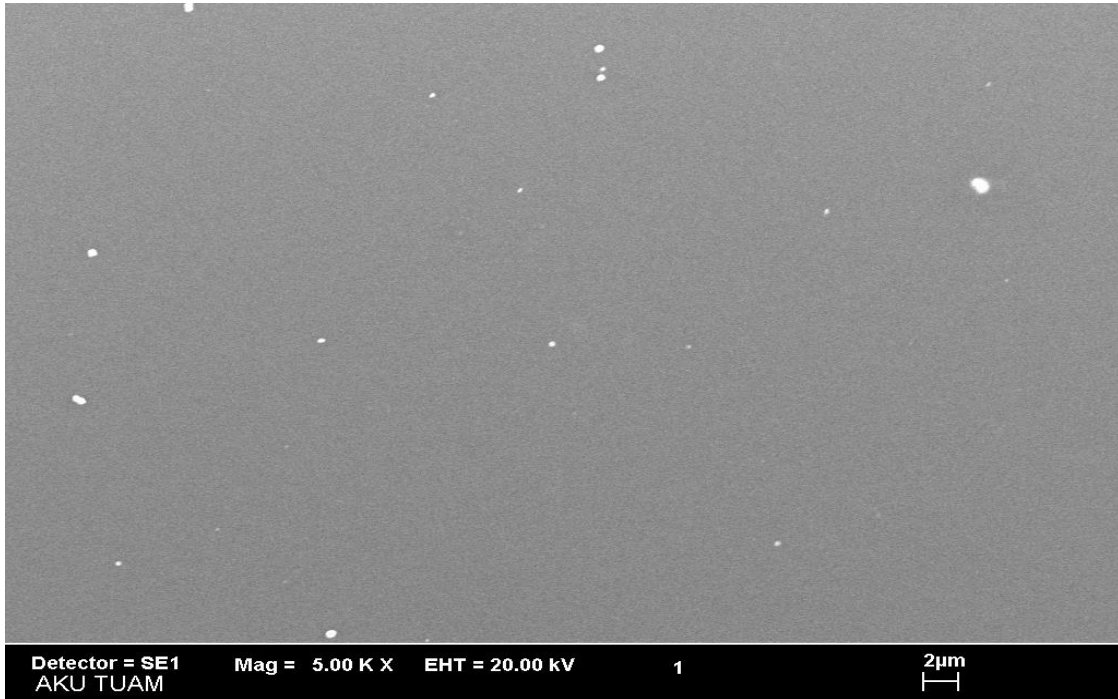
Resim 4.13 % 0 Ag⁺ katkılı (gümüş katkısız) ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



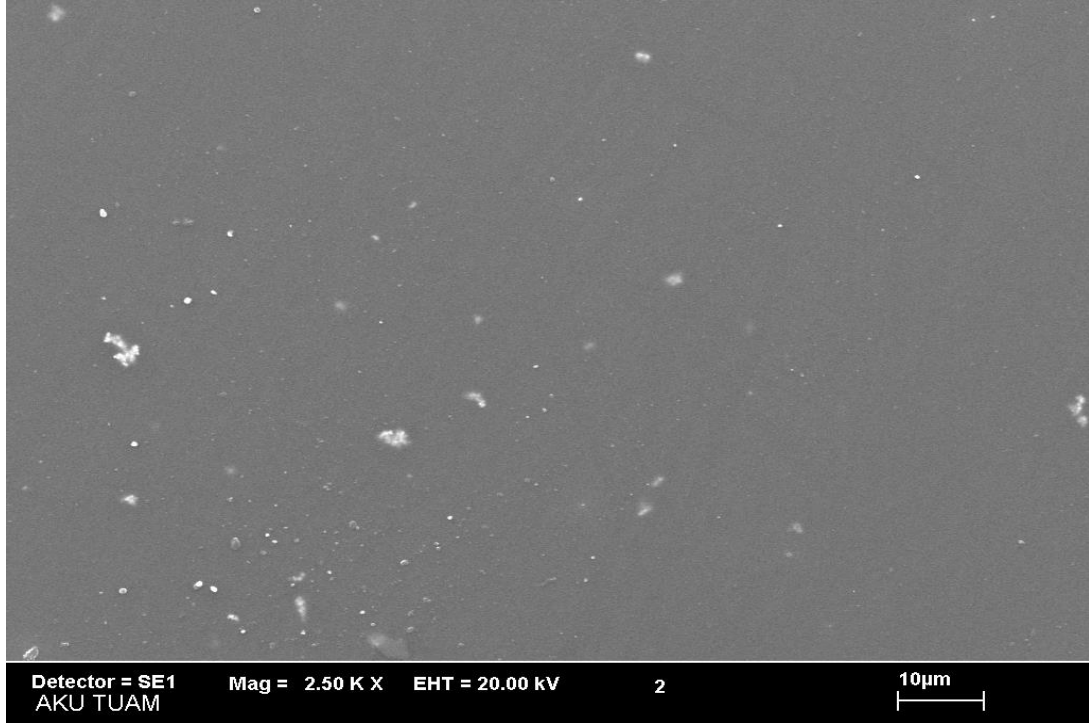
Resim 4.14 % 0 Ag⁺ katkılı (gümüş katkısız) ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



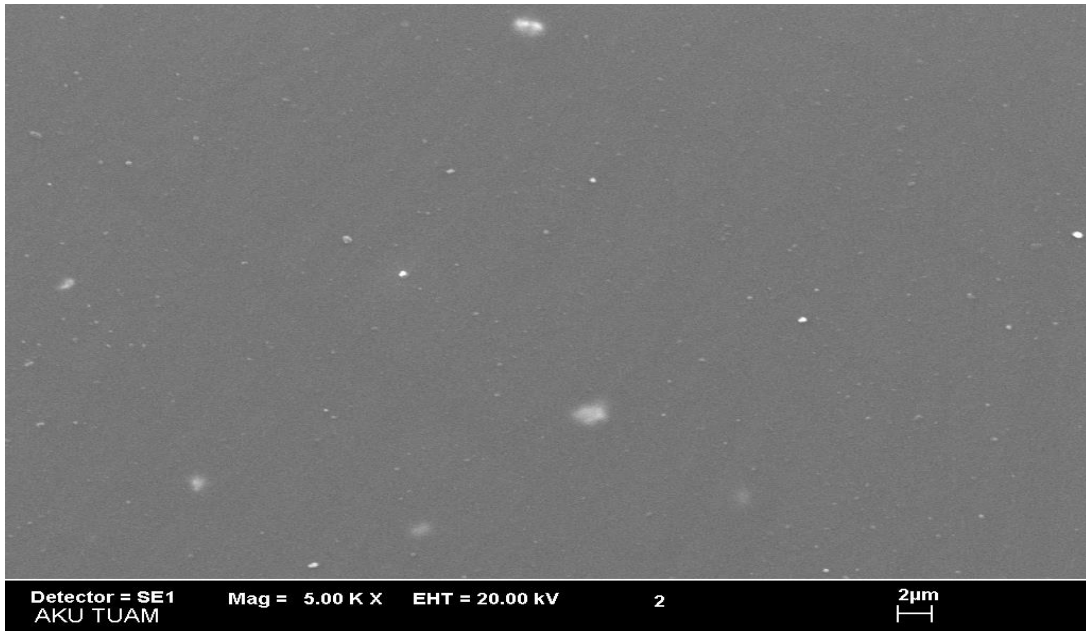
Resim 4.15 % 1 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



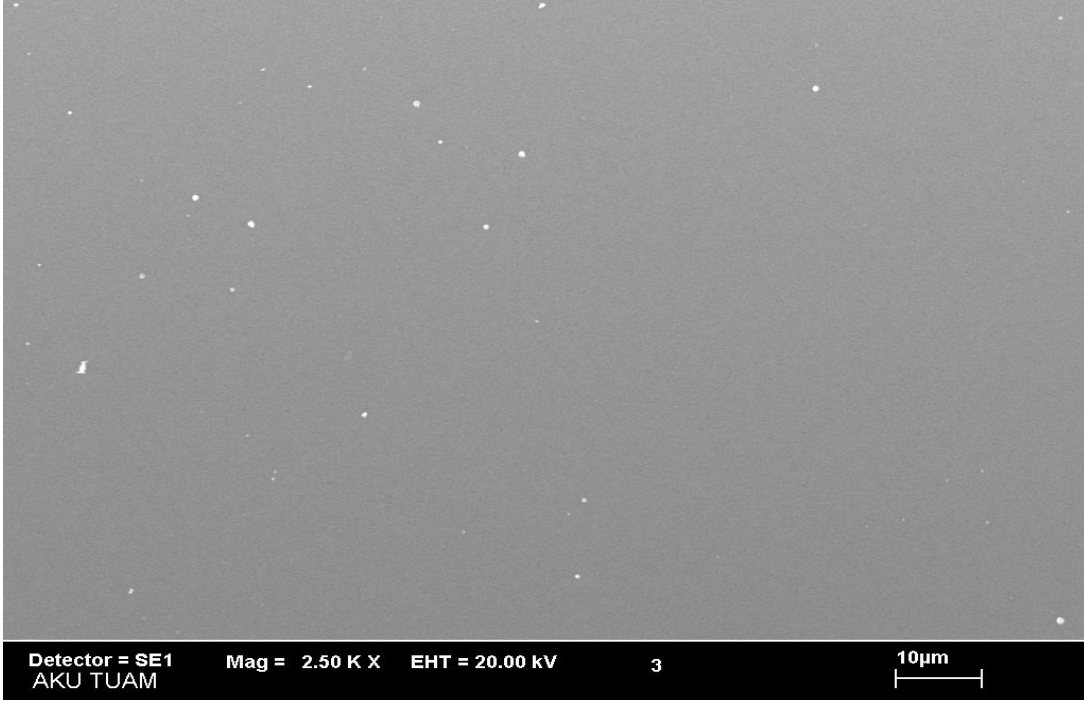
Resim 4.16 % 1 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



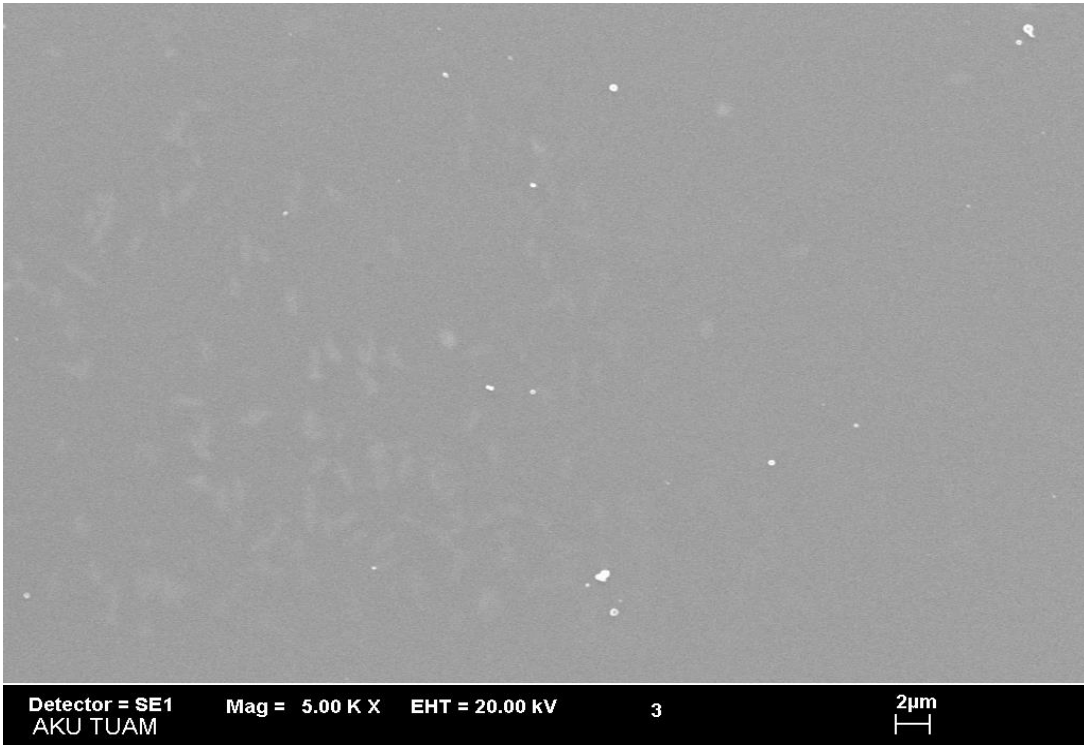
Resim 4.17 % 2 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



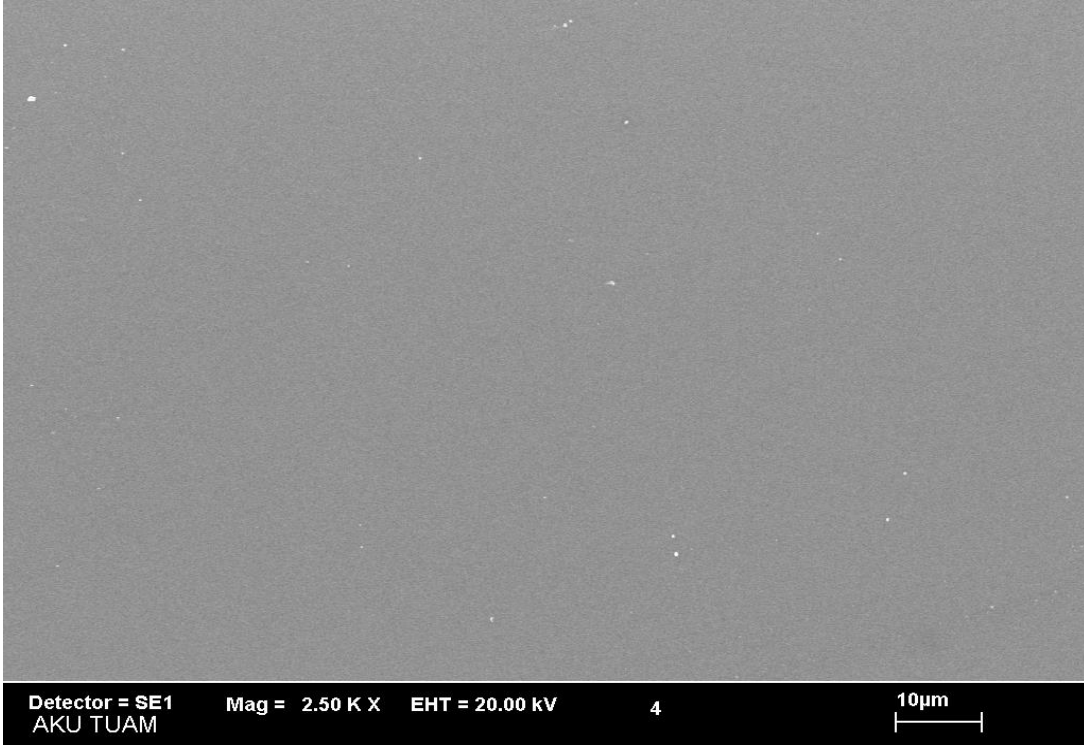
Resim 4.18 % 2 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



Resim 4.19 % 3 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



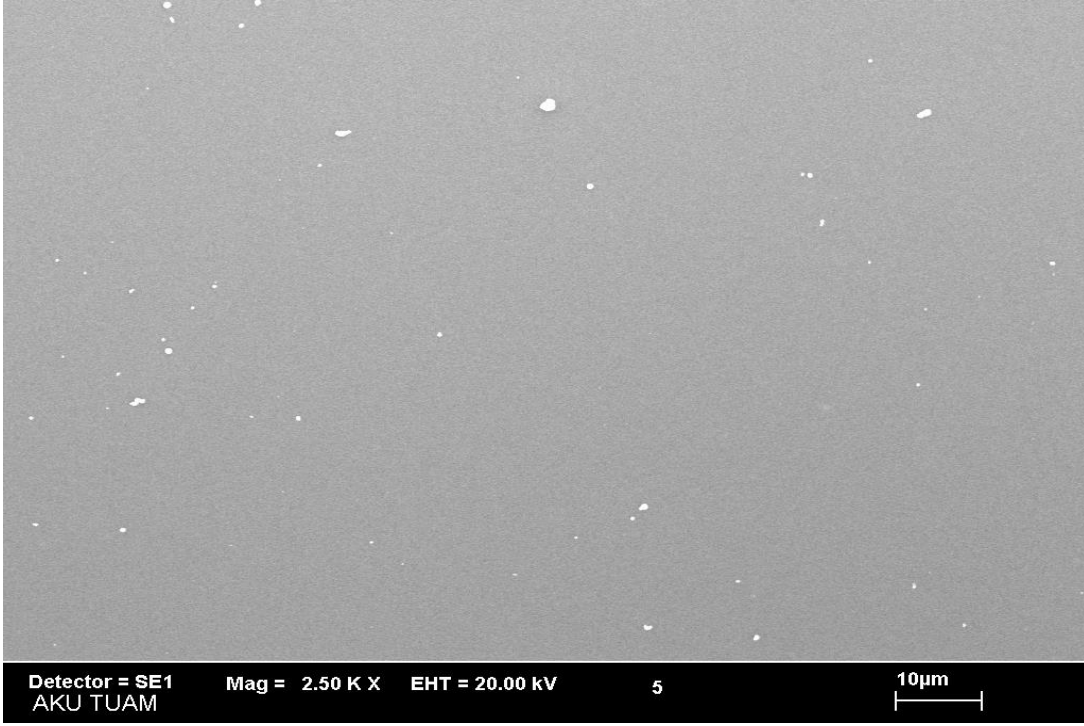
Resim 4.20 % 3 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



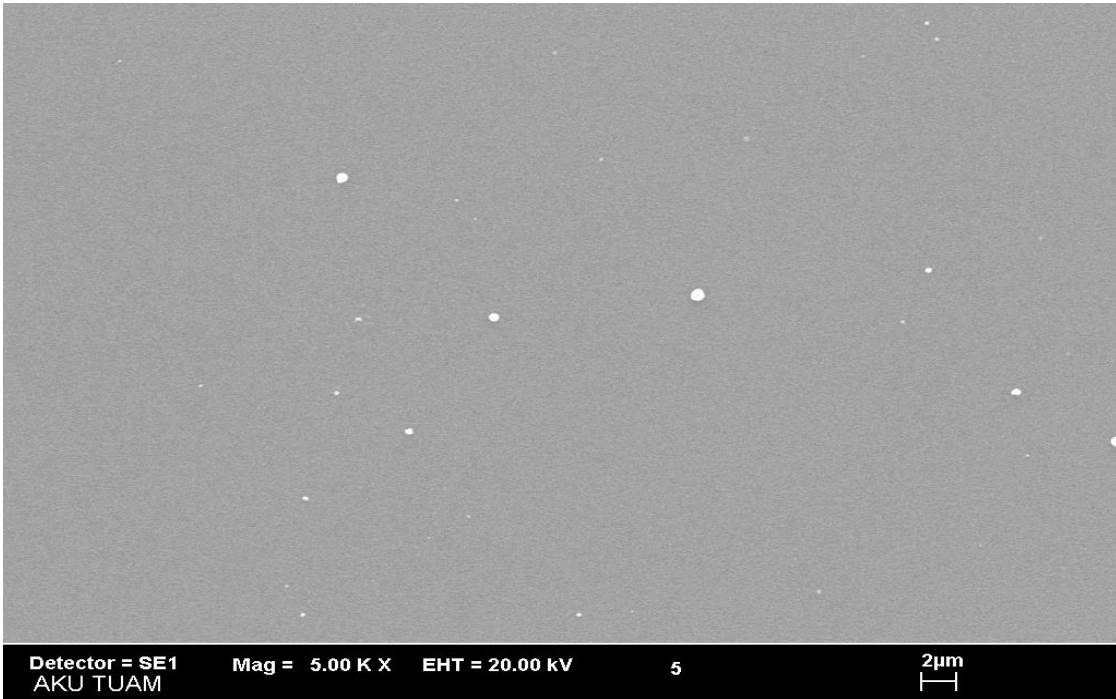
Resim 4.21 % 4 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.



Resim 4.22 % 4 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.

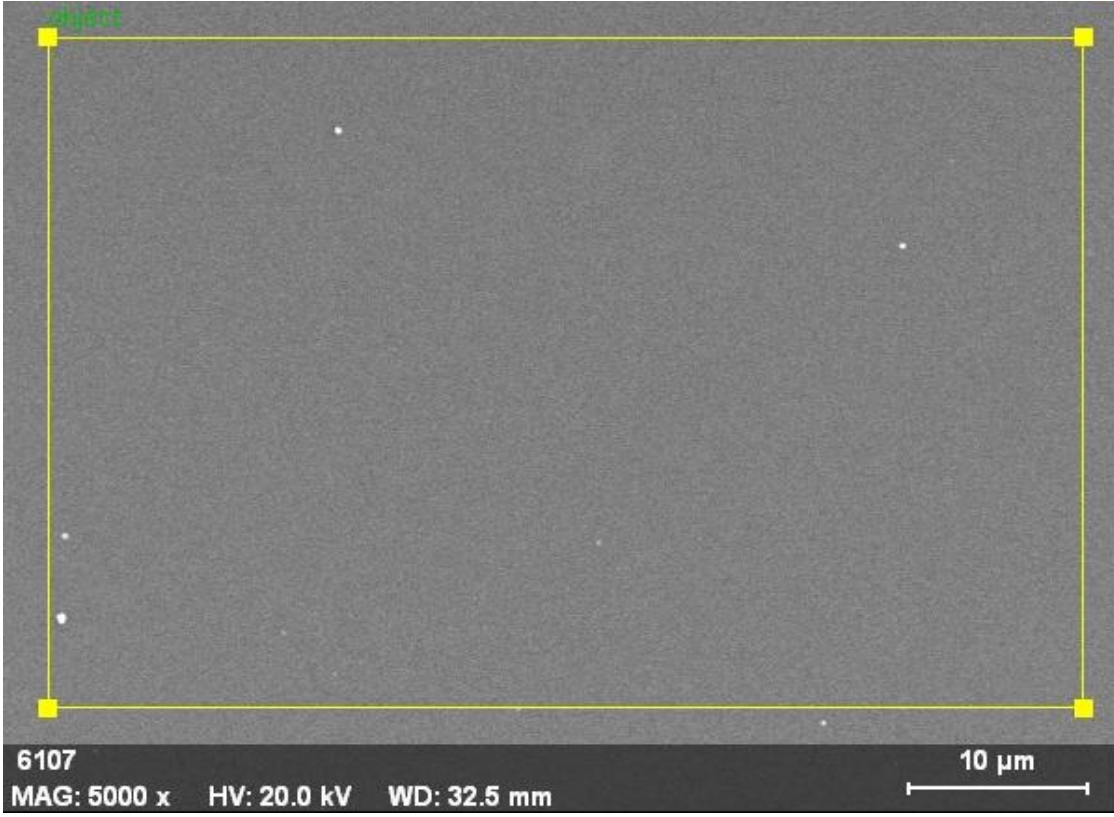


Resim 4.23 % 5 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 2500 büyütmedeki yüzey görüntüsü.

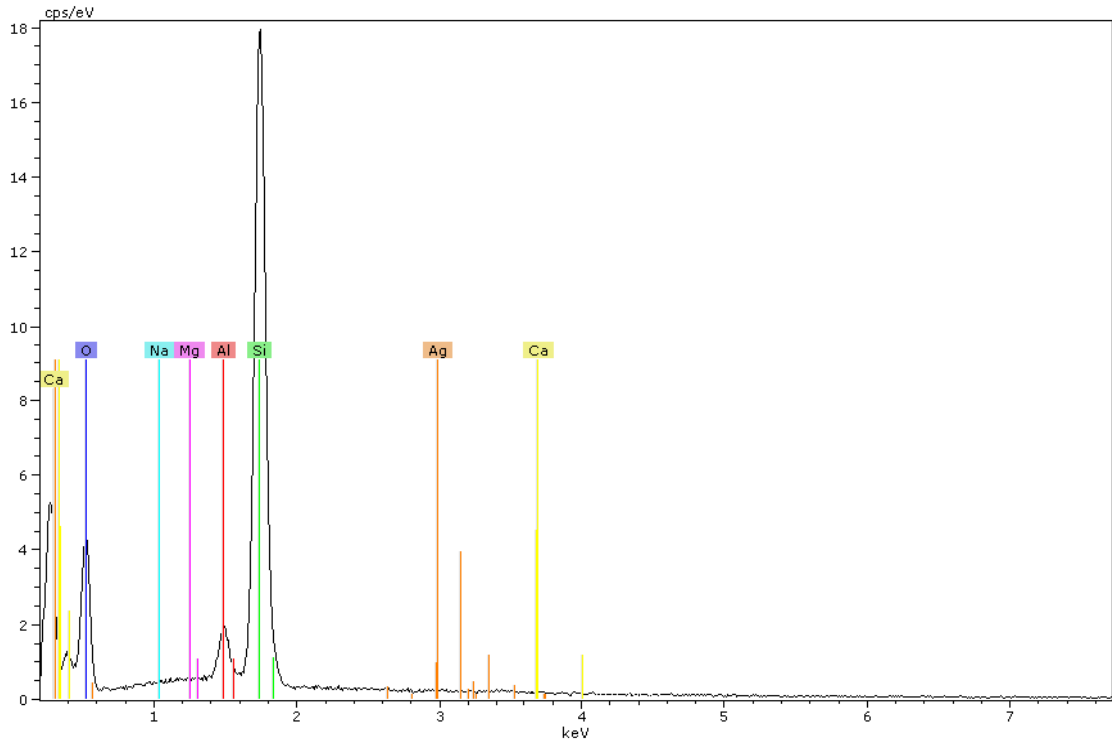


Resim 4.24 % 5 Ag⁺ katkılı ince film yüzeylerinin 5000 büyütmedeki yüzey görüntüsü.

4.1.3 Elementel Analiz Sonuçları (EDX Analizleri)



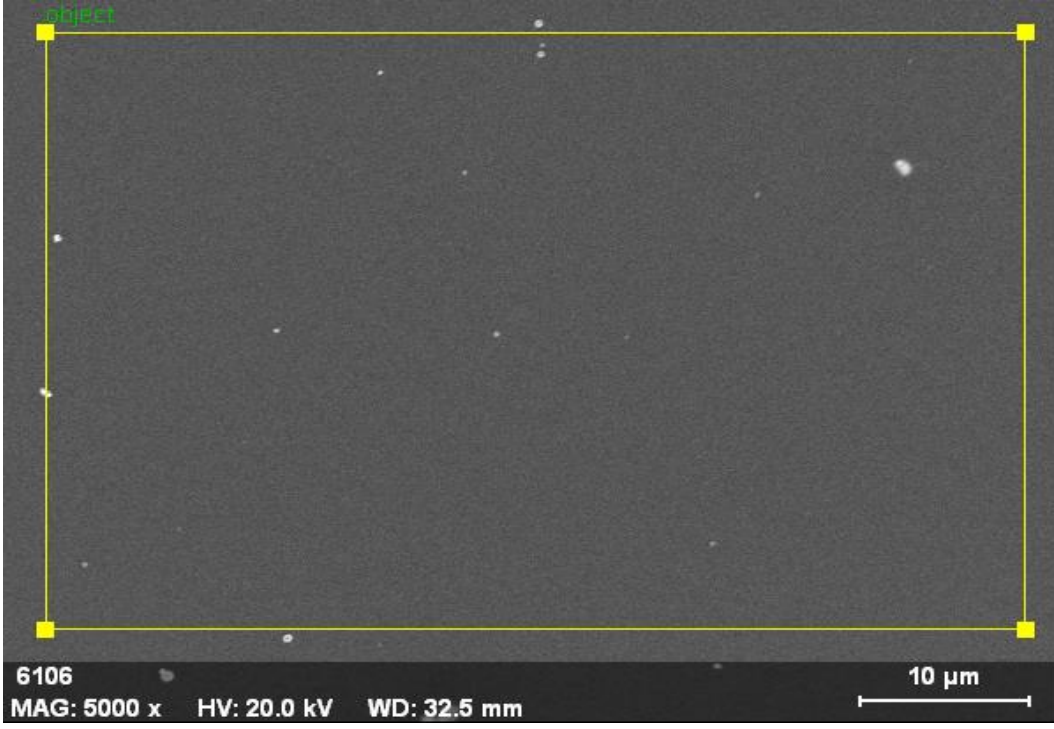
Resim 4.25 Gümüşsüz ince film kaplama yüzeyi.



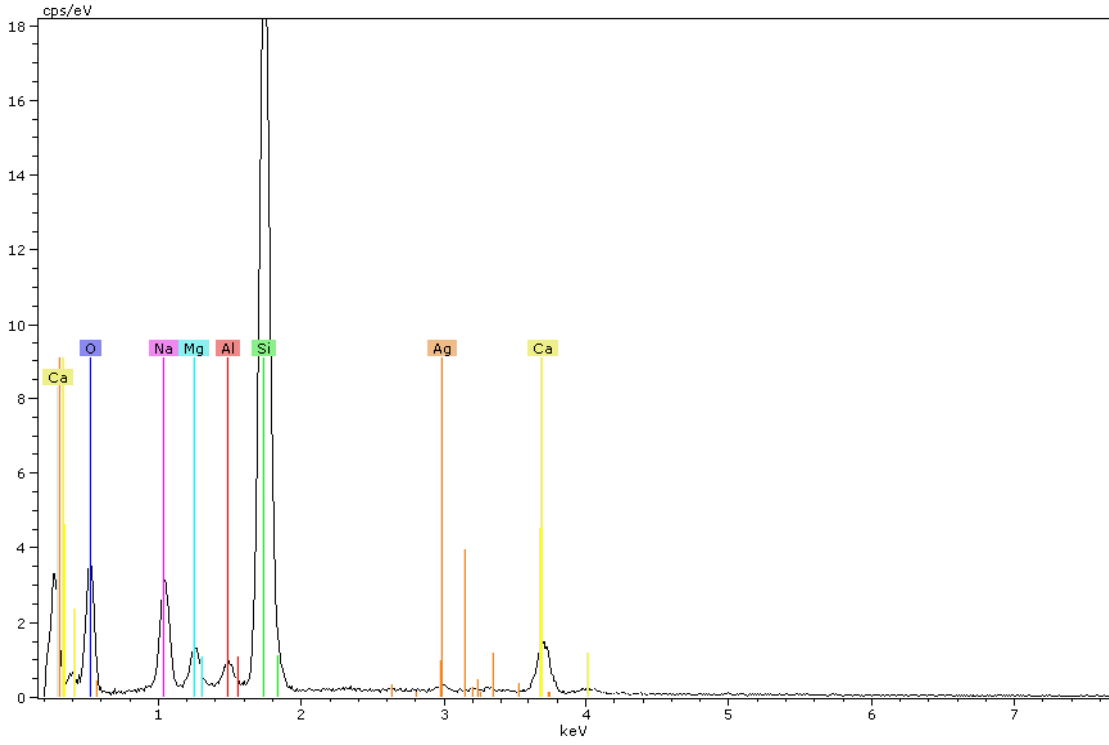
Şekil 4.7 Gümüşsüz ince film elementel analizi.

Çizelge 4.1 Gümüşsüz ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Oxygen	K series	17833	79,88	79,89	87,31
Sodium	K series	2283	0,84	0,84	0,64
Magnesium	K series	2181	0,54	0,54	0,39
Aluminium	K series	9085	1,83	1,83	1,19
Silicon	K series	89930	16,66	16,66	10,37
Calcium	K series	849	0,24	0,24	0,11
Silver	L series	1	0,00	0,00	0,00
Total:			% 100		



Resim 4.26 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.



Şekil 4.8 % 1 Gümüş katkılı ince film elementel analizi.

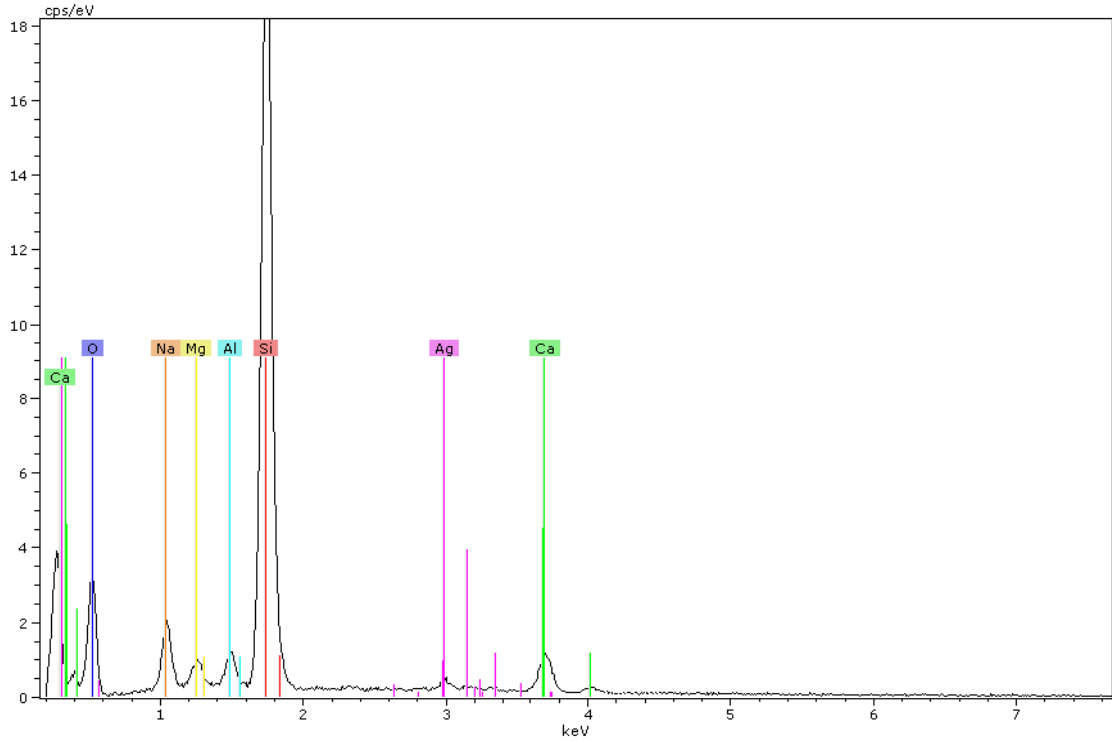
Çizelge 4.2 % 1 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Oxygen	K series	10940	42,81	49,90	63,58
Sodium	K series	10401	6,78	7,90	7,00
Magnesium	K series	4063	1,98	2,31	1,93
Aluminium	K series	2629	1,06	1,23	0,93
Silicon	K series	77993	28,32	33,01	23,96
Calcium	K series	7621	4,10	4,78	2,43
Silver	L series	1166	0,75	0,88	0,17

Total % 85



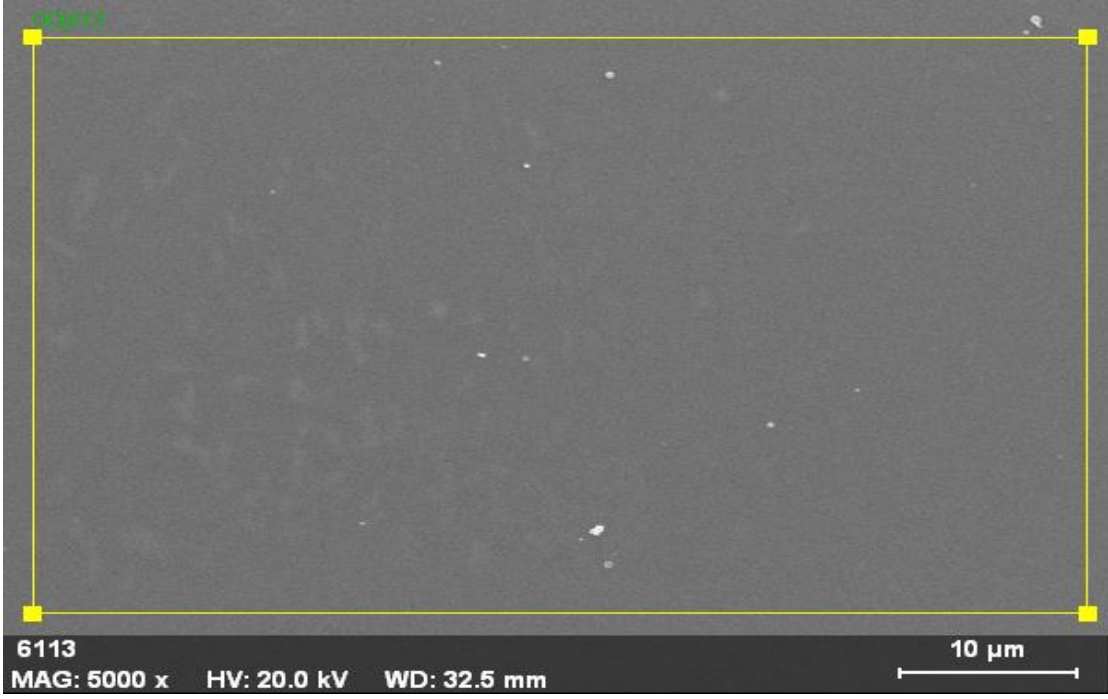
Resim 4.27 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.



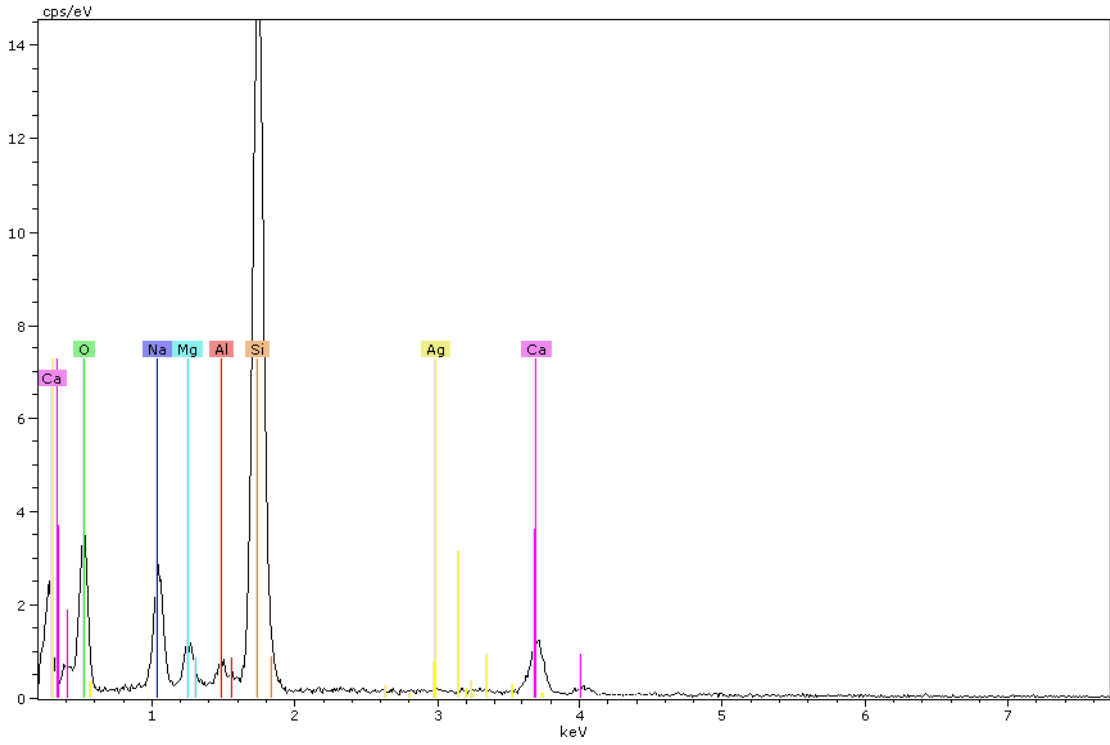
Şekil 4.9 % 2 Gümüş katkılı ince film elementel analizi.

Çizelge 4.3 % 2 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Oxygen	K series	9688	42,29	56,42	69,61
Sodium	K series	6174	3,42	4,57	3,92
Magnesium	K series	2767	1,08	1,44	1,17
Aluminium	K series	3144	1,00	1,33	0,98
Silicon	K series	83619	24,13	32,20	22,63
Calcium	K series	5666	2,29	3,06	1,51
Silver	L series	1464	0,74	0,99	0,18
			Total %102,9		



Resim 4.28 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.



Şekil 4.10 % 3 Gümüş katkılı ince film elementel analizi.

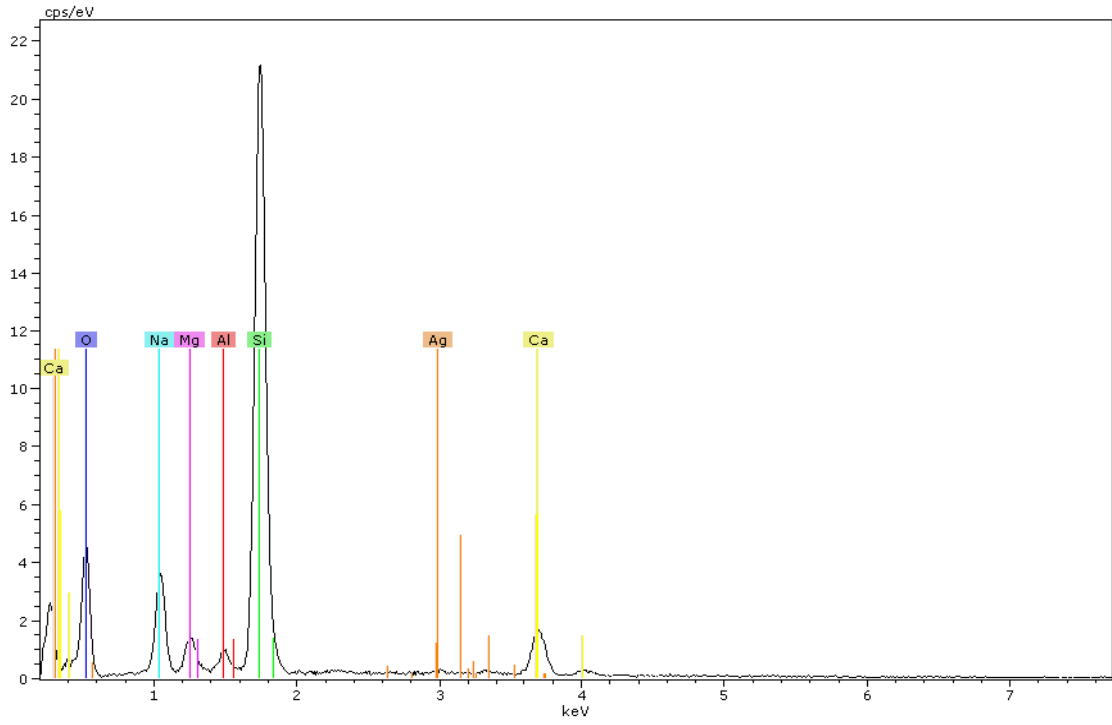
Çizelge 4.4 % 3 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Oxygen	K series	6911	45,61	51,59	64,76
Sodium	K series	5998	7,50	8,48	7,41
Magnesium	K series	2484	2,34	2,65	2,19
Aluminium	K series	1732	1,35	1,53	1,14
Silicon	K series	39212	27,59	31,20	22,31
Calcium	K series	4022	3,78	4,27	2,14
Silver	L series	213	0,25	0,29	0,05

Total %88,4



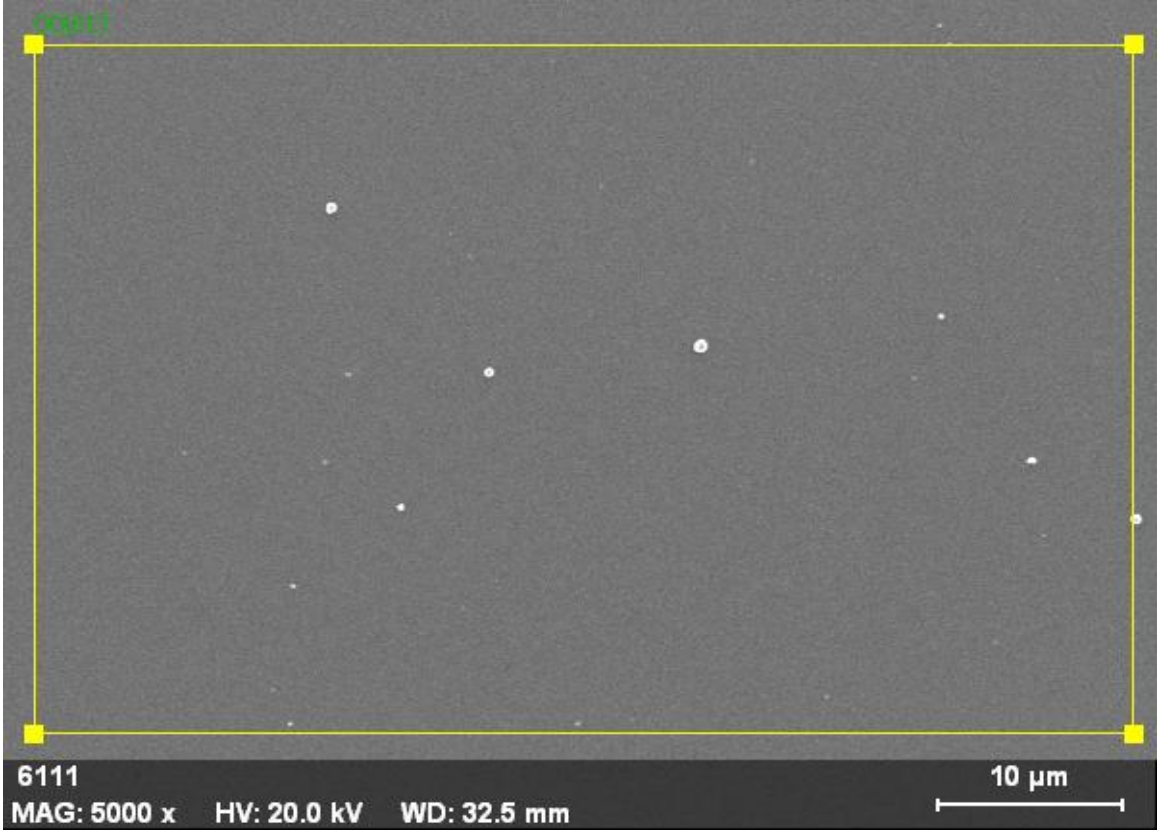
Resim 4.29 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.



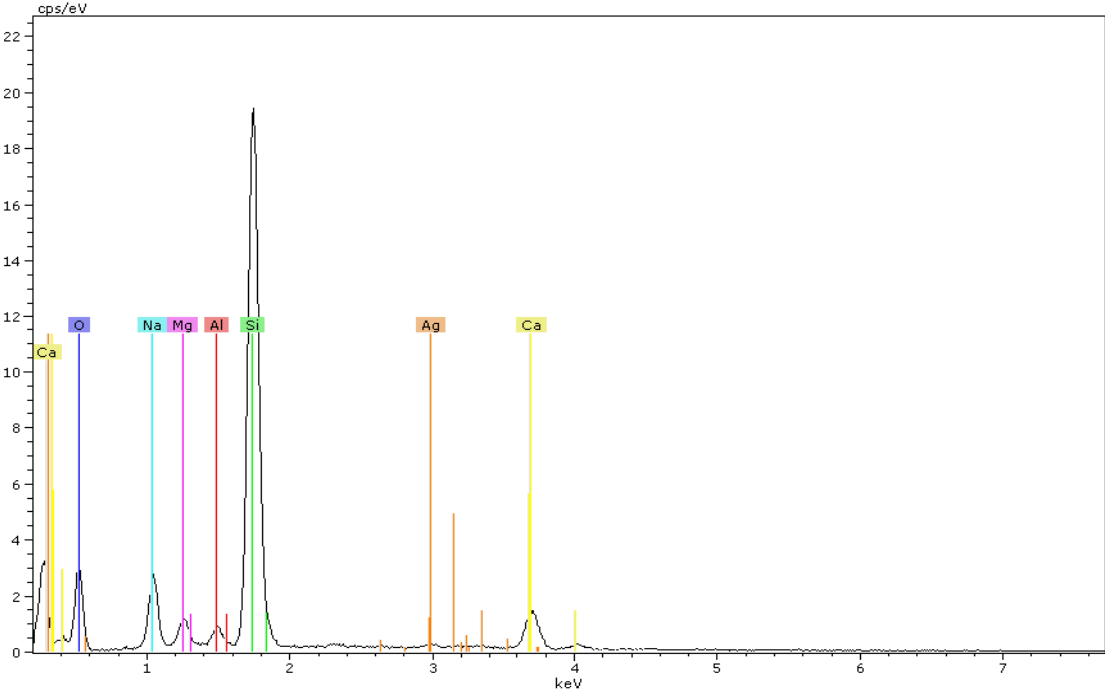
Şekil 4.11 % 4 Gümüş katkılı ince film elementel analizi.

Çizelge 4.5 % 4 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Sodium	K series	9360	7,18	8,13	7,14
Magnesium	K series	3455	1,98	2,24	1,86
Aluminium	K series	1892	0,89	1,01	0,76
Silicon	K series	66548	28,24	31,96	22,98
Calcium	K series	7121	4,46	5,04	2,54
Silver	L series	454	0,34	0,39	0,07
			Total % 88,4		



Resim 4.30 % 5 Gümüş katkılı ince film kaplama yüzeyi.



Şekil 4.12 % 5 Gümüş katkılı ince film elementel analizi.

Çizelge 4.6 % 5 Gümüş katkılı ince film kaplama elementel analiz sonuçları.

Element	Series	Net	unn. C [wt.-%]	norm.C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Oxygen	K series	10596	40,15	38,49	52,88
Sodium	K series	10839	8,16	7,82	7,48
Magnesium	K series	4965	2,90	2,78	2,51
Aluminium	K series	3518	1,73	1,66	1,35
Silicon	K series	95858	43,29	41,50	32,48
Calcium	K series	9709	5,20	4,98	2,73
Silver	L series	3825	2,90	2,78	0,57
			Total % 104,3		

Yapılan EDX analizi bilindiği gibi yarı kantitatif bir analizdir. Bizim numunelerimizin sadece yüzeylerinden yapılan bu EDX analizlerinde Ag^+ katkıları artışı net olarak izlenememektedir. Ancak XRD analizlerinde bulunan gümüş piklerine ait sonuçlar Ag^+ içeriğinin % 0'dan % 5'e artışı doğrulamaktadır.

4.2 Anti Bakteriyel Test Sonuçları

Yapılan anti bakteriyel test çalışmalarında 6. saat sonunda gümüş katkısız numunelerdeki bakteri sayısının yaklaşık % 11'inin öldüğü, 12. saat sonunda yaklaşık % 67'sinin öldüğü ve 24. saat sonunda ise yaklaşık % 4,5 kaldığı tespit edilmiştir.

Yapılan çalışmalarda tüm numunelere 70000 civarında koloni ekimi yapılmış olup % 0 Ag⁺ (katkısız) numunelerinde A ve B olarak iki paralel çalışmanın sonuçları ve ortalamaları Çizelge 4.8'de görülmektedir.

Çizelge 4.7 % 0 Ag⁺ katkılı (katkısız) numunelerin antibakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	61200	71800	66500
6	65400	55400	60400
12	27480	16400	21940
24	3260	2660	2960

% 1 Ag⁺ katkılı numunelerle yapılan anti bakteriyel testlerde ise 6.saat sonunda bakterilerin % 60'a yakınının öldüğü, 12.saat sonunda yaklaşık % 85'inin öldüğü ve 24. saat sonunda ise neredeyse tamamının öldüğü ancak on binde 3'lük kısmının kaldığı tespit edilmiştir. % 1 Ag⁺ katkılı numunelerle yapılan A ve B olarak iki paralel şekilde elde edilen sonuçlar ve bu sonuçların ortalama değerleri Çizelge 4.9'da görülmektedir.

Çizelge 4.8 % 1 Ag⁺ katkılı numunelerin anti bakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	47000	58000	52500
6	16200	27500	21850
12	9600	7000	8300
24	30	0	15

% 2 Ag⁺ katkılı numunelerde 6. saatin sonunda bakterilerin % 76'sının öldüğü, 12. saatin sonunda yaklaşık % 90'ının öldüğü ve 24. saatin sonunda ise bakterilerin tamamının öldüğü görülmüştür. % 2 Ag⁺ katkılı numunelerde yapılan bakteri ekimi çalışmaları ve bu çalışmanın ortalama değerleri aşağıda Çizelge 4.10'da gösterilmiştir.

Çizelge 4.9 % 2 Ag⁺ katkılı numunelerin anti bakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	34400	16500	25450
6	5640	6220	5930
12	760	4600	2680
24	0	0	0

% 3 Ag⁺ katkılı numunelerde 6. saatin sonunda bakterilerin % 93'ünün öldüğü, 12. saatin sonunda % 96'sının öldüğü ve 24. saatin sonunda yine tüm bakterilerin öldüğü tespit edilmiştir. Yine yapılan bu çalışmaya ait sonuçları Çizelge 4.11'de görülmektedir.

Çizelge 4.10 % 3 Ag⁺ katkılı numunelerin antibakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	41200	5200	23200
6	1520	1890	1710
12	740	1120	930
24	0	0	0

% 4'lük Ag⁺ katkılı kaplamada yapılan çalışmada ise 6. saatin sonunda bakterilerin yaklaşık % 95'inin öldüğü, 12 saatin sonunda bakterilerin % 99,5' inin öldüğü ve 24 saatin sonunda yine tüm bakterilerin öldüğü tespit edilmiştir. % 4'lük Ag⁺ katkılı numunelerle yapılan paralel ekim sonuçları ve sonuçların ortalama değerleri Çizelge 4.12'de verilmiştir.

Çizelge 4.11 % 4 Ag⁺ katkılı numunelerin anti bakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	33000	8700	20850
6	960	1120	1040
12	118	62	90
24	0	0	0

Son olarak % 5'lik Ag⁺ katkılı numunede 6. saatin sonunda bakterilerin % 98'inin öldüğü, 12. saatin sonunda ortamda hiç bakteri kalmadığı yani 12. saatin sonunda tüm bakterilerin öldüğü görülmüştür. Son olarak % 5'lik Ag⁺ katkılı numunede yapılan ekim sonuçlarına ait değerler Çizelge 4.13'de belirtilmektedir.

Çizelge 4.12 % 5 Ag⁺ katkılı numunelerin anti bakteriyel test sonuçları.

Süre (Saat)	Koloni Sayısı		
	Numune A	Numune B	Ortalama
0	2100	6360	4230
6	132	65	99
12	0	0	0
24	0	0	0

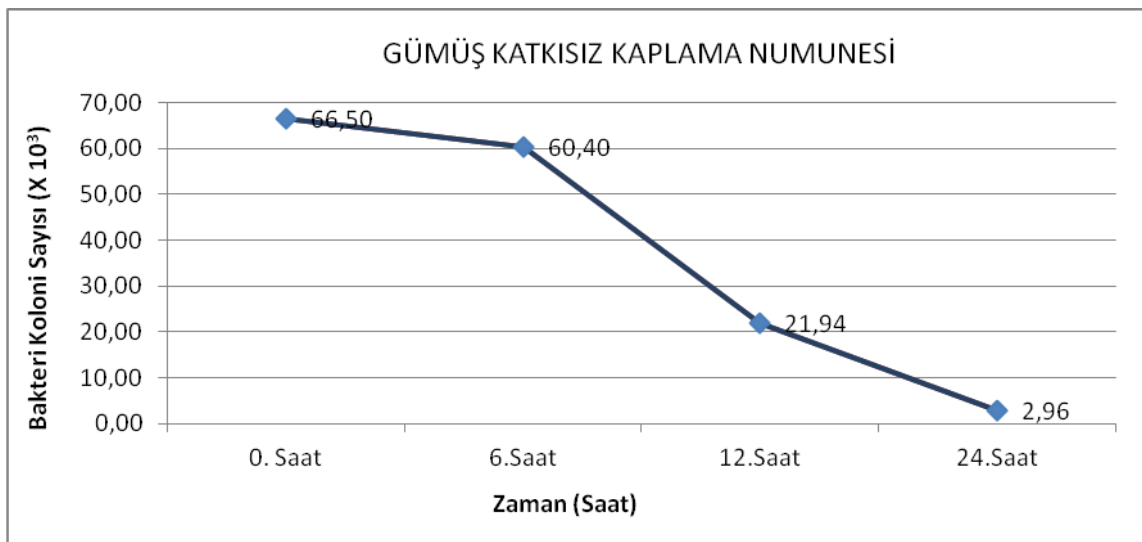
Yapılan antibakteriyel test çalışmalarına ilişkin Çizelge 4.14'te oluşan bakteri kolonilerinin sayısı ve bakteri kolonilerinin zamanla yok olma hızı, Çizelge 4.15'te ise paralel ekimi yapılan bakteri kolonilerinin ortalama değerleri gösterilmektedir.

Çizelge 4.13 Paralel numune bakteri ekimi sonuçları.

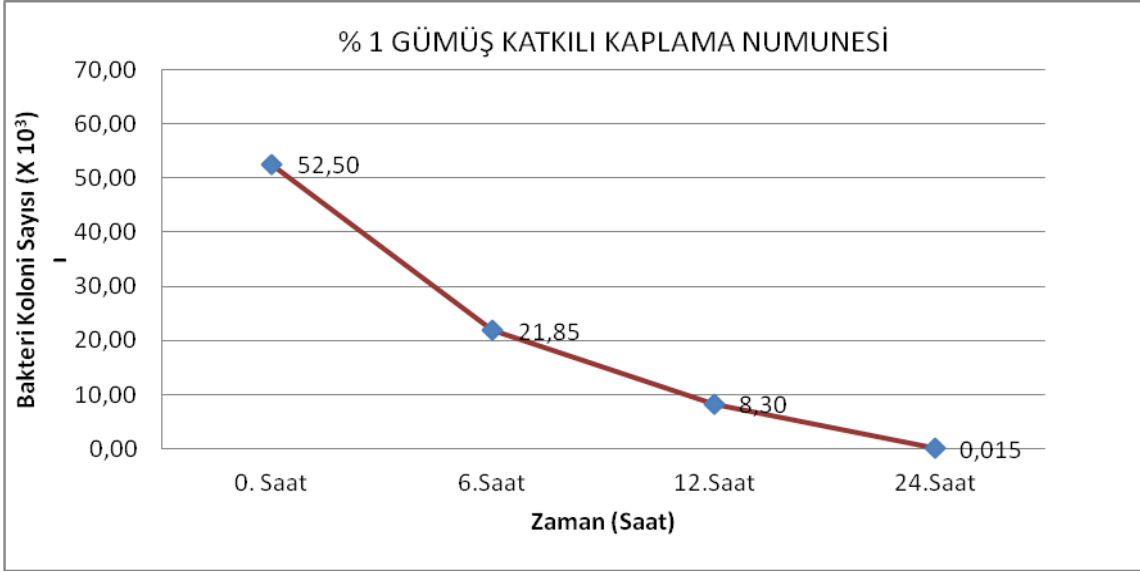
Ag+ Katkısı Oranı	0. Saat		6. Saat		12. Saat		24. Saat	
	Numune A	Numune B	Numune A	Numune B	Numune A	Numune B	Numune A	Numune B
%0	61200	71800	65400	55400	27480	16400	3260	2660
% 1	47000	58000	16200	27500	9600	7000	30	0
% 2	34400	16500	5640	6220	760	4600	0	0
% 3	41200	5200	1520	1890	740	1120	0	0
% 4	33000	8700	960	1120	118	62	0	0
% 5	2100	6360	132	65	0	0	0	0

Çizelge 4.14 Paralel numune bakteri ekimi sonuçları ortalama değerleri.

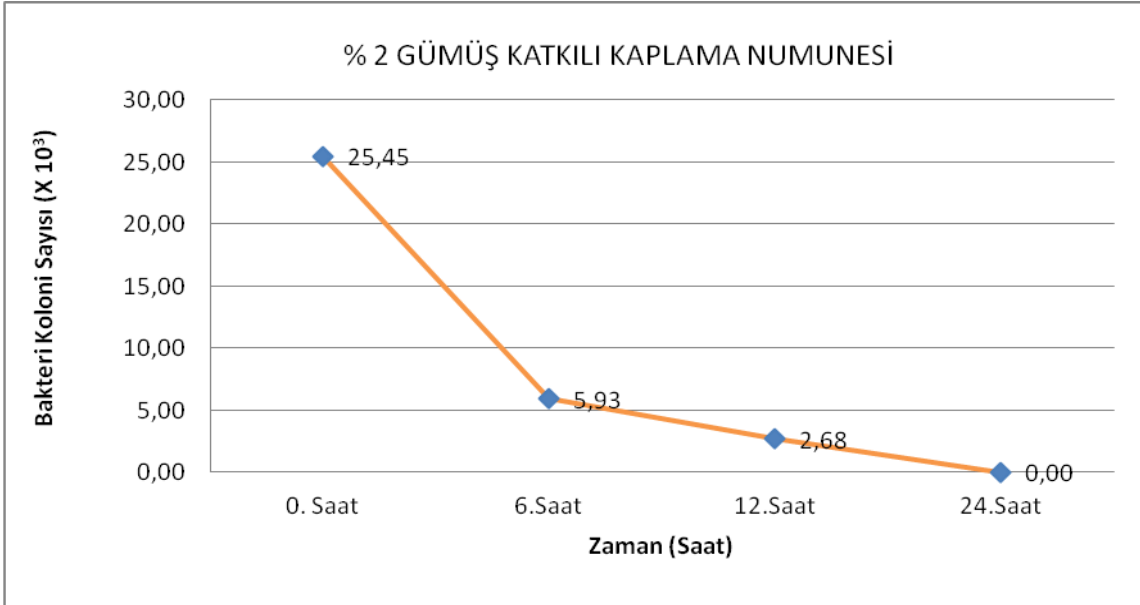
Ag+ Katkısı Oranı	0. Saat	6.Saat	12.Saat	24.Saat
%0	66500	60400	21940	2960
% 1	52500	21850	8300	15
% 2	25450	5930	2680	0
% 3	23200	1705	930	0
% 4	20850	1040	90	0
% 5	4230	99	0	0



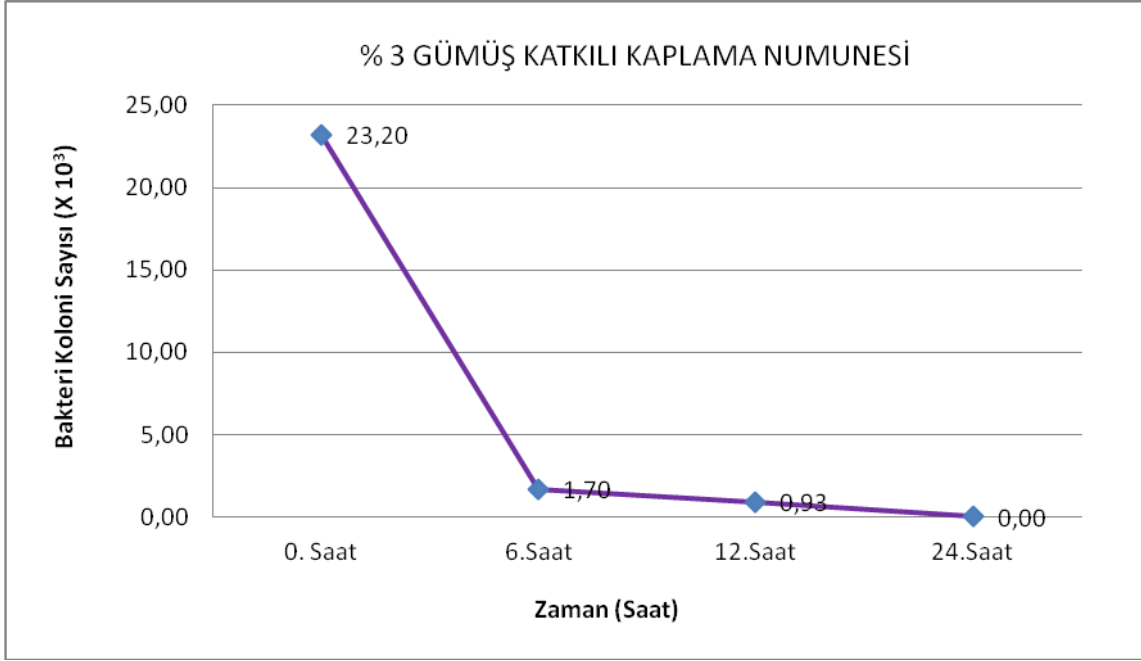
Şekil 4.13 % 0 Ag⁺ katkılı (katkısız) kaplama numunesi bakteri yok olma hızı.



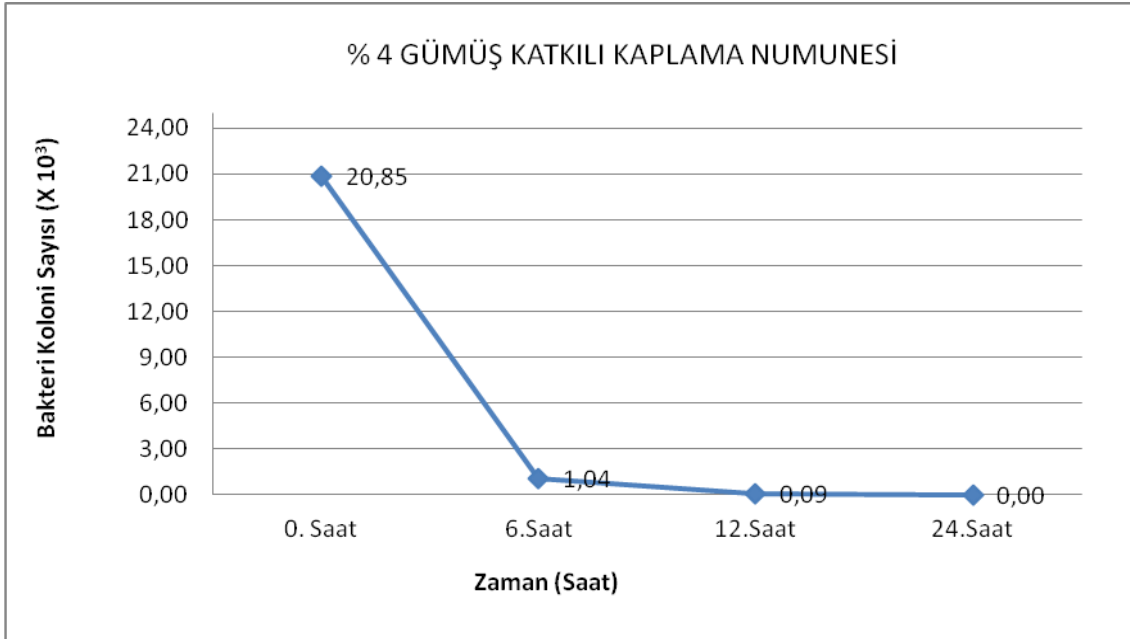
Şekil 4.14 % 1 gümüş katkılı kaplama numunelerinde bakteri yok olma hızı.



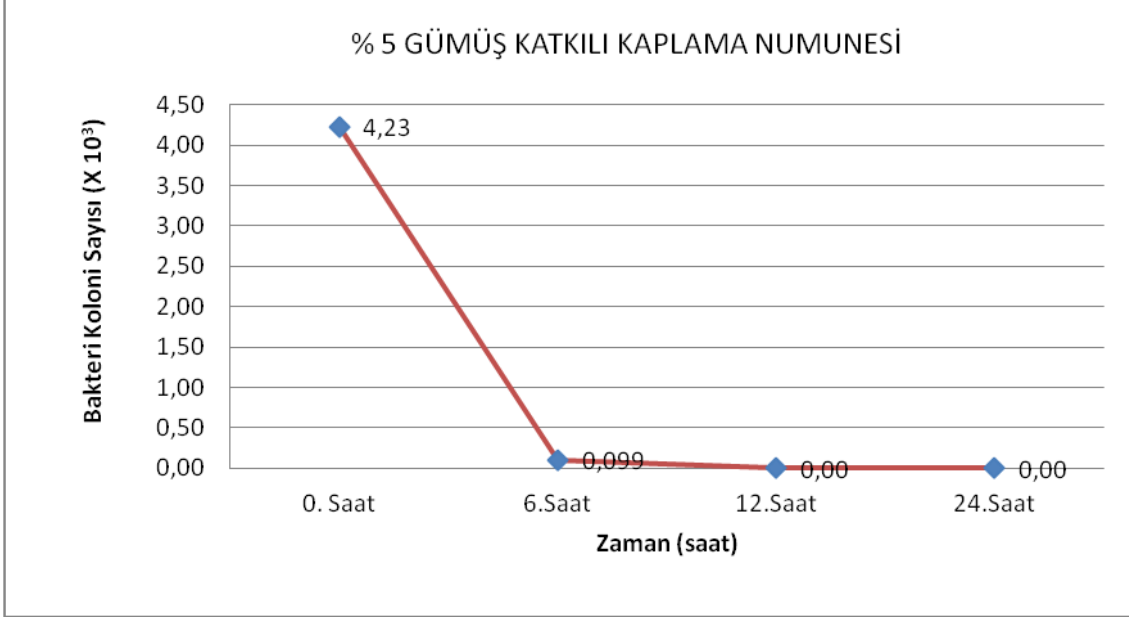
Şekil 4.15 % 2 gümüş katkılı kaplama numunesi bakteri yok olma hızı.



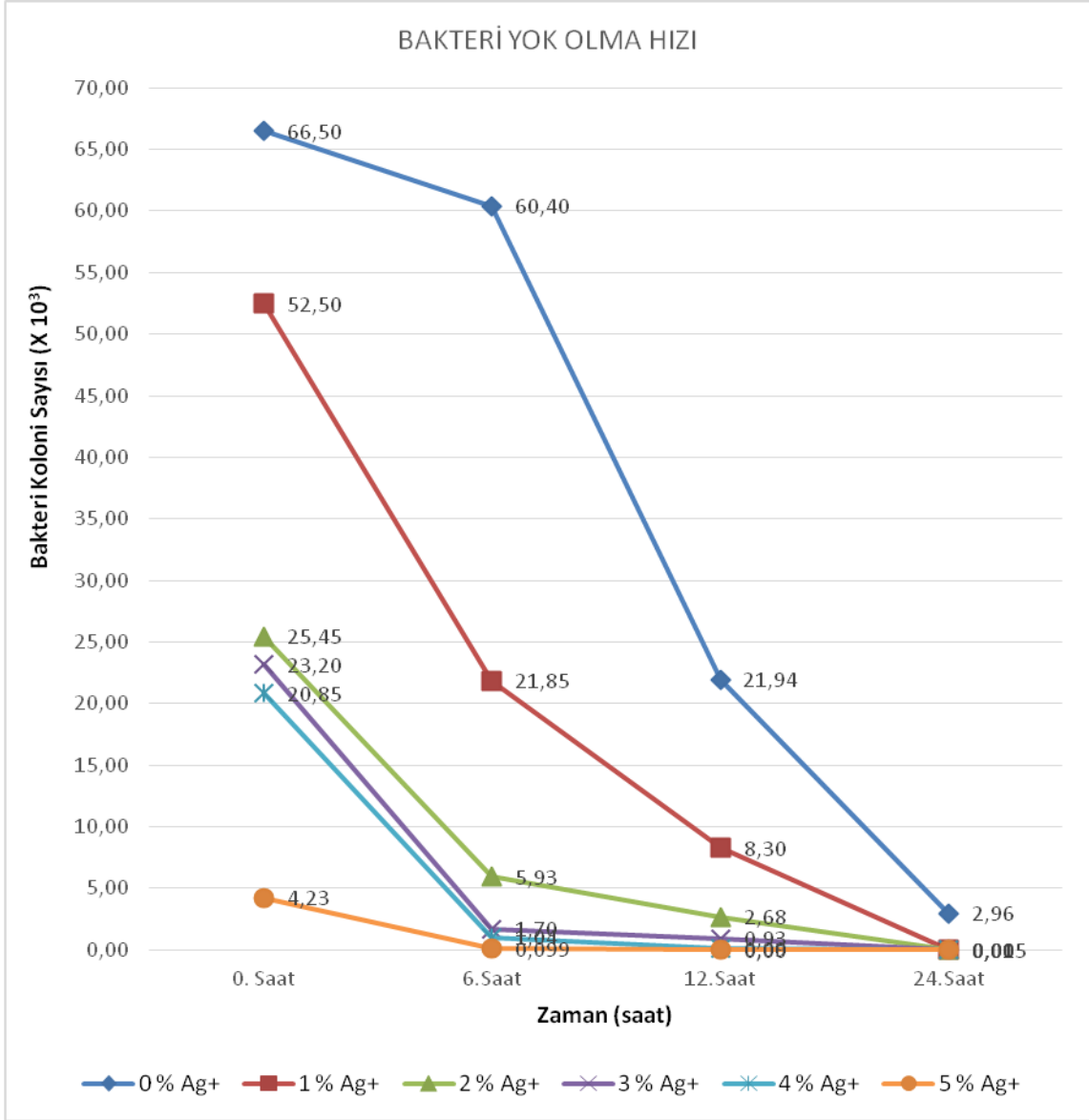
Şekil 4.16 % 3 gümüş katkıli kaplama numunesi bakteri yok olma hızı.



Şekil 4.17 % 4 gümüşlü kaplama bakteri yok olma hızı.



Şekil 4.18 % 5 gümüş katkıli kaplama numunesi bakteri yok olma hızı.



Şekil 4.19 Farklı katkı oranlarıyla elde edilen numunelerdeki bakteri yok olma hızlarının birleştirilmiş gösterimi.

5.SONUÇ VE ÖNERİLER

Çalışmalarımızda cam petri kaplarına Ag^+ katkısız ve % 1'den % 5'e kadar artan Ag^+ katkılı Anti bakteriyel kaplamaların karakterizasyon testleri ve anti bakteriyel performans testleri yapılmıştır.

Sem analizleri sonucunda cam yüzeylere kaplanan anti bakteriyel kaplamaların 1 μm ile 4 μm arasında değişen kalınlıklarda oldukları belirlenmiştir.

Yine SEM analizleri sonucunda Ag^+ katkısı oranının artmasıyla aynı şartlarda kaplanmış olmalarına rağmen kaplama kalınlıklarında azda olsa bir düşme olduğu görülmüştür.

Numunelerin SEM fotoğraflarında görüldüğü gibi kaplanmış yüzeylerin çatlaksız ve homojen olduğu belirlenmiştir.

SEM-EDX analiz sonuçlarında Ag^+ katkılarının artışı net olarak izlenememektedir. Bu durum EDX analizlerinin bilindiği gibi yarı kantitatif bir analiz olması ve numune yüzeylerinin çok küçük bir alanında uygulanabilmesi nedeniyle açıklanabilir.

Çalışmalarımızda katkısız ve % 1'den % 5'e kadar Ag^+ içeren kaplamaların XRD analizleri yapılarak difraktogramları alınmıştır.

Ag^+ katkısı olmayan (% 0 Ag^+ katkılı) numunelerde beklendiği gibi Ag^+ varlığına rastlanmamıştır.

% 1'den % 5'e kadar artan Ag^+ katkısıyla Ag^+ piklerinin varlığı ve beklenen artışı izlenmiştir. % 1 Ag^+ katkılı numunelerde gümüş varlığı $2\theta=38^\circ$ 'de 300 civarında iken % 2,% 3,% 4 ve % 5 katkılı numunelerde beklendiği gibi artış göstermektedir. % 5 Ag^+ katkılı numunelerde ise gümüş varlığı maksimum değere ($2\theta=38^\circ$ 'de 700'e) ulaşmıştır.

Anti bakteriyel test çalışmalarında numunelerde değişen Ag^+ katkısı ile bakteri yok olma hızları incelenmiştir. Bu amaçla tüm numunelere aynı koşullarda eşit sayıda bakteri ekimi yapılmış ve oluşan koloni sayıları zamana bağlı olarak izlenmiştir. Çalışmalar aynı anda A ve B olarak iki paralel yapılmıştır.

% 0 Ag^+ katkılı (katkısız) olarak hazırlanmış numunelerdeki bakteri yok olma hızı gözlemlendiğinde 6. saatin sonunda başlangıçtaki bakteri sayısının % 11'inin öldüğü, 12. saatin sonunda yaklaşık % 67'sinin öldüğü ve 24. saatin sonunda ise ortamda halen % 4,5 civarında bakteri olduğu tespit edilmiştir.

% 1 Ag^+ katkılı numunelerde ise bakteri yok olma hızı incelendiğinde 6. saat sonunda başlangıçtaki bakteri sayısının % 60'ına yakın bir kısmının öldüğü, 12. Saatin sonunda yaklaşık % 85'inin öldüğü, 24. saatin sonunda ise ancak on binde 3'lük bir kısmın kaldığı görülmüştür.

% 2 Ag^+ katkılı numunelerde 6. saatin sonunda bakterilerin % 76'sının öldüğü, 12. saatin sonunda yaklaşık % 90'ının öldüğü ve 24. saatin sonunda ise bakterilerin tamamının öldüğü tespit edilmiştir.

% 3 Ag^+ katkılı numunelerde 6. saatin sonunda bakterilerin % 93 gibi çok büyük bir kısmının öldüğü, 12. saatin sonunda % 96'sının öldüğü ve 24. saatin sonunda ortamda hiç bakteri kalmadığı yani tamamının öldüğü görülmüştür.

% 4'lük Ag^+ katkılı kaplamada yapılan çalışmada ise 6. saatin sonunda bakterilerin yaklaşık % 95'inin öldüğü, 12 saatin sonunda bakterilerin % 99,5' inin yani neredeyse tamamının öldüğü ve 24 saatin sonunda yine tüm bakterilerin öldüğü tespit edilmiştir.

Son olarak % 5'lik Ag^+ katkılı numunede 6. saatin sonunda bakterilerin % 98'inin öldüğü, 12. saatin sonunda ortamda hiç bakteri kalmadığı yani 12. saatin sonunda tüm bakterilerin öldüğü görülmüştür.

Artan Ag⁺ katkısı oranıyla ekimi yapılan Staphylococcus aerus bakterisinin yok olma hızı belirgin bir şekilde artmaktadır. Hatta % 5 Ag⁺ katkılı numunelerdeki bakteri kolonisinin 12. saatin sonunda tamamen yok olduğu görülmüştür.

Çalışmalarımızda sol-jel yöntemiyle hazırlanan kaplama solüsyonlarında Ag⁺ katkısının anti bakteriyel özelliğinin olduğu ortaya konulmuştur.

Anti bakteriyel kaplamalarda Ag⁺ katkısından farklı olarak bazı metallerin özellikle kalayın anti bakteriyel etkisi de incelenebilir.

Anti bakteriyel kaplamaların hazırlık aşamasında renklendirilmesiyle kaplama kalınlıkları ve homojenliğinin daha rahat izlenebileceği düşünülmektedir.

Ekimi yapılan Staphylococcus aerus bakterisinden farklı bakterilerle çalışmalar tekrarlanarak Ag⁺ katkısının bakteri yok olma hızına etkisi incelenebilir.

Benzer kaplamalar farklı malzemelere yapılarak anti bakteriyel performansları tespit edilebilir.

6. KAYNAKLAR

- Anonim, 1989. TS 6930. Süt ve Mamülleri ve Koliformların Sayımı. Bölüm 1. 30°C’da Koloni Sayım Tekniği. Türk Standartları Genel Müdürlüğü. Ankara.
- Bardakçı S. (2007). Sol-Jel Yöntemi ile Hazırlanan TiO₂ İnce Filmlerin Optik Özelliklerinin Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Boztoprak Y, Güngör A., Karaman, Vezir M., Kayoman, ApohanN.e, (2007). Sol-jel Tekniğiyle Kaplanan Polikarbonatların Fiziksel Özelliklerinin İncelenmesi. 8. Uluslar Arası Kırılma Konferansı Kırılma Bildiriler Kitabı,: 330-337
- Brinker, C.J., (1990). Sol-gel science : the physics and chemistry of sol-gel processing, Eds., Brinker, C.J. and Scherer, G.W., Academic Press,Boston.
- Brinker CJ, Scherer GW (1990) Sol–gel science: the physics and chemistry of sol–gel processing. Academic Press, San Diego, **787**: 839–880
- Can, C., Körlü, A., (2011). Antibakteriyel Tekstil Üretiminde Sıkça Kullanılan Gümüşün Etki Mekanizması ve Toksisitesi, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, **5(3)**:54-59
- Efendiler H.(2006). TiO₂ İnce Filmler İle Kaplanmış Yüzeylerin Staphylococcus aureus’ a Karşı Fotokatalitik Bakterisidal Etkilerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.
- Evcin, A., (2006). Sol-Jel Proseslerine Giriş Ders Notları. Afyon Kocatepe Üniversitesi, Afyon.

Feng, Q., Wu, L., Chen, J., Cui G.Q., Kim F.Z., Kim T.N., J.O., (2000). A Mechanistic Study of the Antibacterial Effect of Silver Ions on Escherichia Coli and Staphylococcus Aureus, John Wiley and Sons, 662-668.

Fujita, S. And Inagaki, S, *Chem. Mater.*, (2008). **vol. 20**: 891

G.suyal Thin Solid Films (2003),53.

Gallardo J, Duran A, Garcia I, Celis JP, Arenas MA, Conde A (2003). *Sol-Gel Sci. Technol*, **2**: 175–183.

Galliano P, de Damborenea J, Pascual MJ, Duran A (1998) *Sol-Gel Sci. Technol*, **13**: 723.

Halkman, K. (2005). *Gıda Mikrobiyolojisi Uygulamaları*. Başak Matbaacılık ve Tanıtım Hizmetleri Ltd. Şti. Ankara.

Hasançebi Ö., (2006). *Sol-Gel Yöntemiyle Hazırlanan Bakır Oksit İnce Filmlerin Elektriksel, Yapısal ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

Holt, K., Bard, A., (2005) Interaction of Silver (I) Ions with the Respiratory Chain of Escherichia Coli An Electrochemical and Scanning Electrochemical Microscopy Study of the Antimicrobial Mechanism of Micromolar Ag.

Hench, L.L., (1997). *Sol-Gel Technology in Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, **vol:22** 497-528.

Kawashita M., Tsuneyna S., Miyaji F., Kokuba T., Kazuka H., Yamamoto K., (2000). *Biomaterials* **21**, 393

- Liau, S.Y., Read, D.C., Pugh, W.J., Furr, J.R., Russell, A.D., (1997) Interaction of Silver Nitrate with Readily Identifiable Groups: Relationship to the Antibacterial Action of Silver Ions, *Letters in Applied Microbiology*, **vol:25** 279-283.
- Li, W., Xie, X., Shi, Q., Zeng, H., Ou, S., Chen, Y., (2010) Antibacterial Activity and Mechanism of Silver Nanoparticles on Escherichia Coli, *Applied Microbial and Cell Physiology*, **vol:85** 1115-1122.
- Lee, D., Yu, C., and Lee, K., *J. Phys. Chem. C*, (2008). **vol:112** 5136
- Mosher, BP. (2006). Synthesis and characterization of sol-gel nano composites demonstrating enhanced mechanical properties. MSc Dissertation, North Carolina State University
- Nickerson, J.T. and Sinskey, A.J. (1974). *Microbiology of Food and Food Processing*. American Elsevier Publishing Company. New York. USA.
- Palalı, E., (2005). Sol-Jel Yöntemiyle İndiyum Kalay Oksit İnce Film Üretimi. Yüksek Lisans Tezi, Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Şanlıurfa.
- Pandey, P.C., Upadhyay, S., Pathak H.C., (1999). A new glucose sensor based on encapsulated glucose oxidase with inorganically modified sol-gel glass. *Sensors and Actuators B: Chemical*. **Volume :60** 2-3
- R. Budakoglu, E Arpaç, *Key Eng Mat.* (2004), 264-268
- Rivero, Pedro J., Arrequi, J., Goicoechea, J., Matias, Ignacio R., Urritia, A., Zamerrreno, Carlos R., (2011). An Antibacterial Coating Based a Polymer/sol-gel Hybrid Matrix Loaded with Silver Nano particles. *Nano scale research Letters*. 6.1:305

Feng Q.L., Kim T.N., Wu J., E. Park S., Kim J. O., Lim D.Y., Cui F.Z., (1996). Thin Film Solids 335, 214

Sun S.Q., Sun B, Wenoquin Z., Wang D., (2008). Preparation and Antibacterial Effect of Ag-TiO₂ Composite Film by Liquid Phase Decompsition Method. *Indian Academy Science*, **vol:31** 61-66

Sayılkın, F. (2007). Nano-TiO₂ Fotokatalizör Sentezi ve Fotokatalitik Aktivitesinin Belirlenmesi. Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya.

Şahin,S. (2011). Medikal Alanda Kullanılan Tekstillerde Anti bakteriyel Etkiler İçin Sol-Jel Uygulamaları. Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir.

İnternet Kaynakları

1. <http://www.muhandisbeyinler.net/gumusun-antibakteriyel-ozelligi-kullanimi/>
19.10.2015
2. www.kimmuh.com/evcin/coating/coating8.pdf, 11.08.2015

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : EROL GÖKSU
Doğum Yeri ve Tarihi :SİNOP/AYANCIK 21.02.2984
Yabancı Dili : İNGİLİZCE
İletişim (Telefon/e-posta) :0507 701 64 98/erol.goksu@hotmail.com

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : YABANCI DİL AĞIRLIK LİSE (SİNOP)
(2000-2004)
Lisans : ERZURUM ATATÜRK ÜNİ. KİMYA MÜH.
(2005-2009)
Yüksek Lisans : AFYON KOCATEPE ÜNİVERSİTESİ (2013-2016)
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

Çalıştığı Kurum/Kurumlar ve Yıl :

-AG HOLZMAN PLASTİK YAPI LEMANLARI (2010-2011)
ÜRETİM SORUMLUSU

-FARMASOL TIBBİ ÜRÜNLER SAN. VE TİC A.Ş. (2011-2013)
KALİTE GÜVENCE VE SATINALMA SORUMLUSU

-ÖZER KONVEYÖR BAND TURİZM SAN. VE TİC. A.Ş. (2013-Devam ediyor)
KALİTE SİSTEM MÜDÜR YARDIMCISI-KALİTE YÖNETİM TEMSİLCİSİ