

## Pamuklu Kumaşlarda Antibakteriyel Amaçlı ZnO Nanopartikül İçeren İnce Filmlerin Oluşturulması

Şule Sultan UĞUR<sup>1\*</sup>, Merih SARIŞIK<sup>2</sup>, Ahmet Hakan AKTAŞ<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü / ISPARTA

<sup>2</sup>Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü / ISPARTA

<sup>3</sup>Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü / ISPARTA

Alınış tarihi: 24.12.2009, Kabul tarihi: 30.03.2010

**Özet:** Çok tabakalı kaplama yöntemi ile katyonik dokuma pamuklu kumaşların yüzeyinde ZnO nanopartikül içeren çok tabakalı nanokompozit filmler oluşturulmuştur. Katyonik yüzey yükü oluşturabilmek için pamuklu kumaşlar, 2,3-epoksi propil trimetilamonyum klorür (EP3MAC) ile emdirme-bekletme (pad-batch) yöntemi kullanılarak muamele edilmiştir. Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA nanokompozit 10 ve 16 tabakalı filmler pamuk lifleri üzerinde çok tabakalı kaplama yöntemi ile oluşturulmuştur. Çok tabakalı filmlerin varlığını kanıtlamak amacıyla FTIR-ATR ve SEM analizleri yapılmıştır. Çok tabakalı kaplama yöntemi ile elde edilen bütün çok tabakalı film kaplanan pamuklu kumaşlar *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı iyi derecede antibakteriyel etki göstermiştir. Ayrıca çok tabakalı kaplama yönteminin pamuklu kumaşa etkisini belirlemek amacıyla, ZnO nanopartikül, Nano PU, PSS ve PDDA içeren filmlerin kaplama önce ve sonrasında hava geçirgenliği ve beyazlık dereceleri tespit edilmiştir. Pamuklu kumaşlarda kendiliğinden düzenlenen çok tabakalı filmlerin antibakteriyel aktivite özelliklerinin devamlılığını 10 ve 20 yıkama işleminden sonra tekrar test edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Çok Tabakalı Kaplama Yöntemi, Katyonizasyon, ZnO Nanopartikül, Antibakteriyel Etki

## Fabrication of ZnO Nanoparticle-Based Thin Films on Cotton Fabrics for Antibacterial Purpose

**Abstract :** ZnO nanoparticle involved multilayer nanocomposite films were fabricated on cationic woven cotton fabrics by layer-by-layer molecular self-assembly technique. For cationic surface charge, cotton fabrics pretreated with 2,3-epoxypropyltrimethylammonium chloride (EP3MAC) by pad-batch method. Nano PU/ZnO, PSS/ZnO and ZnO/PDDA nanocomposite 10 and 16 multilayer films on the cotton fabrics were fabricated by using Layer-by-Layer deposition method. FTIR-ATR and SEM was employed to examine the presence of multilayer films. All the multilayered cotton fabrics showed excellent antimicrobial activity against to *Staphylococcus aureus* bacteria. Air permeability and whiteness values of fabrics were performed on the fabrics before and after the treatment with ZnO nanoparticles, Nano PU, PSS and PDDA by layer-by-layer deposition method for evaluate the effect of LbL process on cotton fabrics properties. The durability of the self-assembled multilayer films on the cotton fabrics antibacterial activity properties were analysed after 10 and 20 washing cycles.

**Keywords:** Layer by Layer Deposition, Cationization, ZnO Nanoparticle, Antibacterial Activity

## Giriş

İnorganik kolloidal partiküllerin elektrostatik çekimle yönlendirildiği Iler'in 1966 yılındaki araştırması, çok tabakalı kaplama yöntemi için yapılan ilk çalışmadır. Iler, zıt yüklü silika ve alüminyum partiküllerinden oluşan iki kolloidal çözelti içerisinde materyalin art arda daldırılması ile çok tabakalı yapıların kendiliğinden toplandığını göstermiştir. 1990'ların başlarında, Decher ve arkadaşları nanotabakaların elektrostatik kendiliğinden düzenlenme yöntemi üzerine tekrar çalışmaya başlamıştır. Sulu çözelti içerisinde her iki ucunda iyonik gruplar olan çubuk-benzeri moleküller, polielektrolitler ve yüklü gruba sahip farklı materyaller ile çalışılmıştır. Geliştirilen bu işlem, basit olması ve polielektrolitler ile yüklü nanopartiküllerin de nanotabakaların üretiminde kullanılabilir olmasından dolayı ilk tanıtımından itibaren büyük bir popüleriteye sahip olmuştur (Decher, 1997; Bertrand vd., 2000; Lvov vd., 1997; Lvov vd., 2002; Ou vd., 2007). Daha sonraki yapılan çalışmalarda da DNA gibi biyomakromoleküllerin ve yüklü kolloidal partiküllerin birleşimini içeren benzer çok tabakalı yapıların

oluşturulabilmesinin mümkün olduğu gösterilmiştir. Son yıllarda bu metot, yüklü polimerleri, proteinleri, nanopartikülleri, boyarmaddeleri ve kil nano levhaları içeren kendiliğinden toplanan yapıların geliştirildiği farklı araştırma grupları tarafından da çalışılmıştır (Bertrand vd., 2000; Lee, 2006; Ou vd., 2007; Liu vd., 2007; Cant vd., 2003; Takenaka vd., 2003; Lee vd., 2007; Kim vd., 2007; Ma vd., 2006).

Çok tabakalı kendiliğinden düzenlenme yöntemi, anyonik ve katyonik moleküllerden oluşan çözeltiler içerisinde katı bir materyalin art arda daldırılmasını içermektedir. Elektrostatik çok tabakalı kaplama işlemi zıt olarak yüklenmiş bir polielektrolit çözeltisinin yüklü bir yüzeyle muamele edilmesiyle başlamaktadır. Bağlanan fazla polimer çözeltisi materyalin nötr bir çözelti içerisinde yıkanması ile uzaklaştırılır. Uygun koşullar altında, materyalin yükünün stokiyometrik sayısından daha fazla adsorplanan poliyon yüzeyin yükünün işaretini tersine çevirir. Bu nedenle, materyal zıt yüklü bir poliyon içeren ikinci bir çözeltiyle muamele edildiği zaman, ilave bir poliyon tabaka bir kere

daha yüzeyin yükünün işaretini aynı şekilde tersine çevirerek adsorplanır. Polianyon ve polikanyonların sırayla adsorpsiyonlarıyla yapılan işlemler sonucunda üzerinde polimer filmlerden oluşan nano tabakalar içeren materyaller elde edilerek işlem sonuçları (Decher, 1997; Bertrand vd., 2000; Lvov vd., 1997).

Tekstil materyalleri üzerine çok tabakalı ince filmlerin kaplanması için nanopartikül içeren sadece birkaç çalışma bulunmaktadır (Ding vd., 2004; Dubas vd., 2006). Genellikle sadece polielektrolitlerin kullanıldığı çalışmalarda ise sadece çok tabakalı kaplama yönteminin tekstil materyalleri için kullanılabileceği gösterilmiş olup, elde edilen çok tabakalı film tabakasının yıkama işlemlerine dayanıklılığı üzerine herhangi bir çalışma yapılmamıştır (Hyde vd., 2005; Chunder vd., 2007; Jantas ve Polowinski, 2007; Dubas vd., 2006; Dubas vd., 2007; Polowinski, 2007). Çok tabakalı kaplama yöntemi koruyucu giysilerin üretimi için fonksiyonel tekstiller hazırlama konusunda nanokompozit tekstil liflerinin kolay hazırlanması için yeni bir yöntem olarak ortaya çıkmaktadır. Çok tabakalı kaplama yöntemi polielektrolitlerin yüklü nanopartiküllerin ve reaktif olmayan boyarmaddelerin kontrollü bir şekilde nanotabakalara depolanması ile tekstil liflerinin yüzey özelliklerini geliştirme olanağı sunmaktadır.

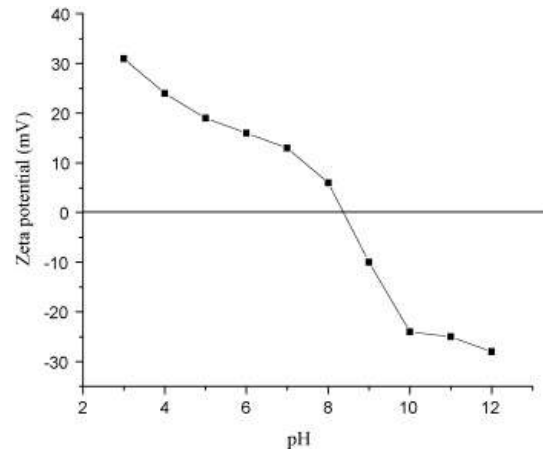
Tekstil materyallerine nanopartiküllerin uygulanması, fonksiyonel tekstil materyalleri üretimini amaçlayan birçok çalışmanın temel sebebinin oluşturmaktadır. Çinko oksit (ZnO) nanopartiküller güneş kremleri, kaplamalar ve boyama işlemlerinde UV absorpsiyon etkinlikleri ve çok fazla bakteriye karşı güçlü antibakteriyel etkinliklerinden dolayı farklı alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Kathirvelu vd., 2009). Literatürde emdirme-kurutma-fiksaj (pad-dry-cure) yöntemi, radyasyon, termal ve kimyasal yöntem gibi birkaç yöntem ZnO nanopartiküllerin liflere uygulanması için açıklanmaktadır. Ancak bu yöntemler birkaç aşamalı işlem, ekstra kimyasal bileşenleri, yüksek sıcaklık ve genellikle bir stabilizasyon ajanı gerektirmektedir. Bu dezavantajlar tekstil materyallerine nano ZnO uygulamaları için yeni bir metodun gerekliliğini ortaya çıkarmaktadır (Li vd., 2009; Zohdy vd., 2002; Vigneshwaran vd., 2006; Perelshtein vd., 2009). Çok tabakalı kaplama yöntemi ile ZnO/ZnO çok tabakalı kaplama yapıların oluşturulduğu çalışmada, pamuklu kumaşların antibakteriyel etkinliklerinin ve UV geçirgenlik değerlerinin geliştirildiği gösterilmiştir (Uğur vd., 2009).

Bu çalışmada, pamuklu kumaşların fonksiyonel özelliklerini geliştirmek amacıyla ZnO nanopartiküller içeren çok tabakalı filmlerin, liflerin yüzeyinde oluşturulması sağlanmıştır. Katyonik yükü sahip pamuk lifleri katyonizasyon işlemi ile oluşturulmuştur. Katyonizasyonu yapılan pamuk liflerinin yüzeyinde Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA bileşenlerini içeren 10 ve 16 tabakalı çok tabakalı film yapıları oluşturulmuştur. Taramalı Elektron Spektroskopisi (SEM) ve Fourier Transform

Infrared Spektroskopisi (FTIR-ATR) depolanmış nanotabakaların varlığını kanıtlamak amacıyla kullanılmıştır. ZnO içeren çok tabakalı film içeren kumaşların kaplama, 10 ve 20 yıkama işlemi sonrasında *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite tayini testleri yapılmıştır. Ayrıca pamuklu kumaş özelliklerine çok tabakalı kaplama yönteminin etkisini belirlemek amacıyla işlem görmemiş ve çok tabakalı film kaplanmış kumaşların hava geçirgenliği ve beyazlık dereceleri belirlenmiştir.

## Materyal ve Metod

Çalışmada Çinko oksit (ZnO) nanopartiküller (partikül boyutu < 100nm, yüzey alanı 15-25 m<sup>2</sup>/g), Poli(sodyum 4-stirensulfonat) (PSS) ve Poli(dialildimetilamonyum klorür) (PDDA) Aldrich firmasından, Nano Poliüretan (Nano PU) çözeltisi (partikül boyutu < 100 nm) ise Tanatex firmasından alınmış ve çok tabakalı film bileşeni olarak kullanılmışlardır. Nanopartikül süspansiyonu Sonics Vibra-Cell marka Ultrasonik Homojenizatör kullanılarak 40 Watt'ta 1 saatte hazırlanmış ve süspansiyonun konsantrasyonu % 0.1 olarak ayarlanmıştır. ZnO nanopartiküllerin izoelektrik noktası Şekil 1'deki pH-zeta potansiyel eğrisinden de görüldüğü gibi pH 8.6'dır (Ying vd., 2009). ZnO nanopartikül süspansiyonların pH değerleri HCl ve NaOH kullanılarak 3 ve 11 olarak ayarlanmıştır. PSS anyonik karakterli polielektrolit ve PDDA katyonik karakterli polielektrolit olarak kullanılmıştır. 3 mg/ml konsantrasyonunda hazırlanan polielektrolit çözeltilerinin pH kontrolleri yapılmıştır. Nano PU anyonik karakterli dispersiyon halinde alınmış, 15 g/l konsantrasyonda hazırlandıktan sonra dispersiyonun pH değeri 5 olarak ayarlanmıştır.



Şekil 1. ZnO nanopartiküllerin pH değerine karşı zeta potansiyel değeri grafiği (Ying vd., 2009)

Çok tabakalı kaplama işlemi için mercerizasyon ve ağartma işlemleri yapılmış % 100 pamuklu kumaş kullanılmıştır. Pamuklu kumaş bezayağı dokuma, 138,84 g/m<sup>2</sup> gramaja sahip, 56 çözgü/tel ve 31 atkı/tel sıklığı sahiptir. Kumaş yüzeyinde katyonik yük oluşturmak için kimyasal olarak muamele edilmeden önce yaklaşık olarak 18 cm x 25 cm boyutlarında kesilmiştir.

Pamuk liflerinin yüzeyinde katyonik bölgeler oluşturmak için 2,3-epoksipropiltrimetilamonyum klorür (EP3MAC) kullanılarak katyonizasyon işlemi yapılmıştır (Hauser ve

Tabba, 2001). EP3MAC, 3-kloro-2-hidroksi propil trimetil amonyum klorür (CHP3MAC) ile NaOH reaksiyonu ile elde edilmiştir. EP3MAC selülozun hidroksil grupları ile reaksiyona girerek lif yüzeyinde katyonik yükler oluşturmaktadır. % 65'lik CHP3MAC ve NaOH kristaller, Aldrich firmasından alınmıştır. 100 g CHP3MAC ve 45.5 g NaOH 200 ml deiyonize su içerisinde karıştırılmıştır. Bu çözelti pamuklu kumaşa laboratuvar tipi fulard makinesinde emdirilmiş ve kumaş numunleri 24 saat standart şartlar altında (20 °C ve % 65 nem) kilitli numune torbalarında bekletilmiştir. 24 saat sonunda katyozinasyon işlemi uygulanan pamuklu kumaşlar 60 °C sıcaklıkta ticari bir kurutucuda kurutulmuştur. Katyonizasyon işleminin oluştuğundan emin olmak için rastgele seçilen 5 cm x 5 cm boyutlarındaki kumaşlar anyonik karakterli bir boyarmadde ile boyanmıştır.

Çok tabakalı kaplama işlemi için, polipropilen taşıma tepsileri (20 cm x 30 cm) kullanılmıştır. Kaplama işlemi için, pozitif yüklü pamuklu kumaşlar 5 dakikalık periyotlar halinde hazırlanan kimyasal çözeltilerine art arda daldırılmıştır. Pamuk lifleri üzerinde 10 ve 16 çok tabakalı yapılar elde edilene kadar depolama işlemleri devam etmiştir. Çok tabakalı film kaplanan pamuklu kumaşlar 60 °C'de kurutulmuş ve 130 °C'de 3 dk.'da fikse edilmiştir. Çok tabakalı kaplama işlemi ile Nano ZnO/PSS, Nano ZnO/Nano PU ve PDDA/Nano ZnO film kaplanan pamuklu kumaşlar elde edilmiştir.

QUANTA 400F Field Emission yüksek çözünürlüklü Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Bruker IFS 66/S FTIR-ATR spektrometre kullanılarak çok tabakalı film kaplanan numunelerin yüzey morfolojisi ve özellikleri belirlenmiştir. Ayrıca Bruker IFS 66/S FTIR- spektrometre ile ZnO nanopartiküllerin KBr analizi gerçekleştirilmiştir.

Çok tabakalı kaplama işlemi yapılan pamuklu kumaşların fiziksel özelliklerindeki değişimin belirlenebilmesi amacıyla kaplama işlemi yapılmış ve yapılmamış kumaşların TexTest Instruments FX 3300 Air Permeability Tester III ile hava geçirgenliği ve Minolta 3600d Spektrometre ile beyazlık dereceleri belirlenmiştir.

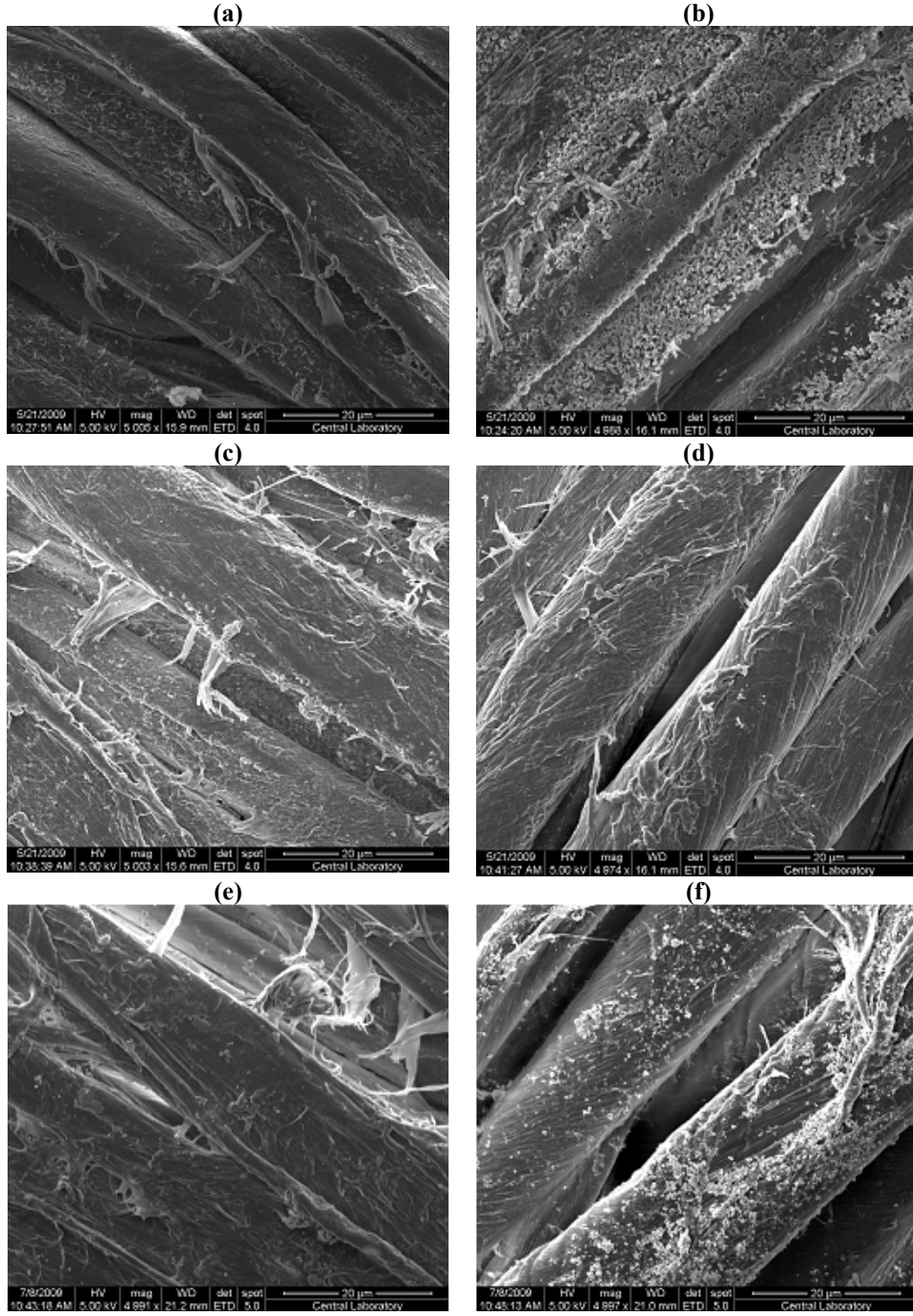
ISO 20645 Textile Fabrics-Determination of Antibacterial Activity-Agar Diffusion Plate Test Method Standardı ile *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı çok tabakalı kaplama işlemi sonucunda kumaşların antibakteriyel etkileri belirlenmiştir.

Ayrıca Nano ZnO/PSS, Nano ZnO/Nano PU ve PDDA/Nano ZnO film kaplanmış pamuklu kumaşların antibakteriyel aktivite özelliklerinin kalıcılığının belirlenebilmesi için çok tabakalı kaplama işlemi numuneleri konvansiyonel yıkama makinesinde 10 ve 20 kere 40 °C'de 30 dak.'lık yıkama işlemlerinden geçirilmiş ve antibakteriyel aktivite tayini testleri tekrarlanmıştır.

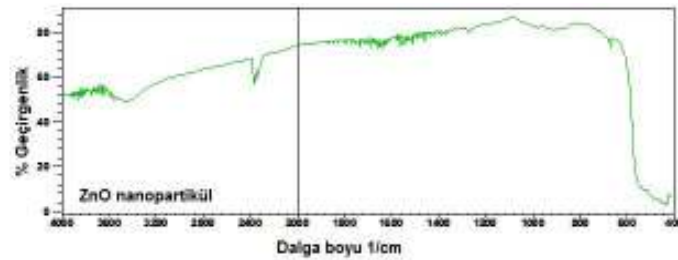
## Bulgular

Katyonize pamuk liflerinin üzerine depolanan ZnO nanopartikül içeren nanotabakaların varlığını kanıtlamak amacıyla Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) kullanılmıştır. Şekil 2'de 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve PDDA/ZnO film depolanmış katyonize pamuklu kumaşların 20 µm SEM görüntüleri verilmiştir. Pamuk liflerinin yüzeylerinin tamamen film tabakası ile kaplandığı ve bütün kaplama yapılarında kaba yüzeyler olduğu gözlenmektedir. PSS/ZnO ve Nano PU/ZnO çok tabakalı film kaplanmış yapılarında ZnO nanopartiküllerin kristal formunun değiştiği görülmektedir. Bu durum çok tabakalı kaplama işlemi için pH 3 değerinde nano ZnO süspansiyonların hazırlanmasında nanopartiküllerin tamamen çözülmesinden kaynaklanmıştır. Özellikle 10 ve 16 film tabakası kaplanan kumaşlar kendi aralarında karşılaştırıldığında, tabaka sayısındaki artışla beraber yüzeydeki nanopartikül yoğunluğunun arttığı belirlenmiştir.

Çok tabakalı kaplama yöntemi için kullanılan ZnO nanopartiküllerin FTIR-KBr spektrumu Şekil 3'de verilmiştir. FTIR spektrumu incelendiğinde, ZnO nanopartiküllerin 460 1/cm'de bir maksimum veren kuvvetli bir metal-oksijen (M-O) titreşim bandı gözlenmektedir.



**Şekil 2.** Çok tabakalı kaplama yöntemi ile elde edilen film kaplanan pamuklu kumaşların SEM görüntüleri; (a) Nano PU/ZnO 10 tabaka, (b) Nano PU/ZnO 16 tabaka, (c) PSS/ZnO 10 tabaka, (d) PSS/ZnO 16 tabaka, (e) ZnO/PDDA 10 tabaka, (f) ZnO/PDDA 16 tabaka

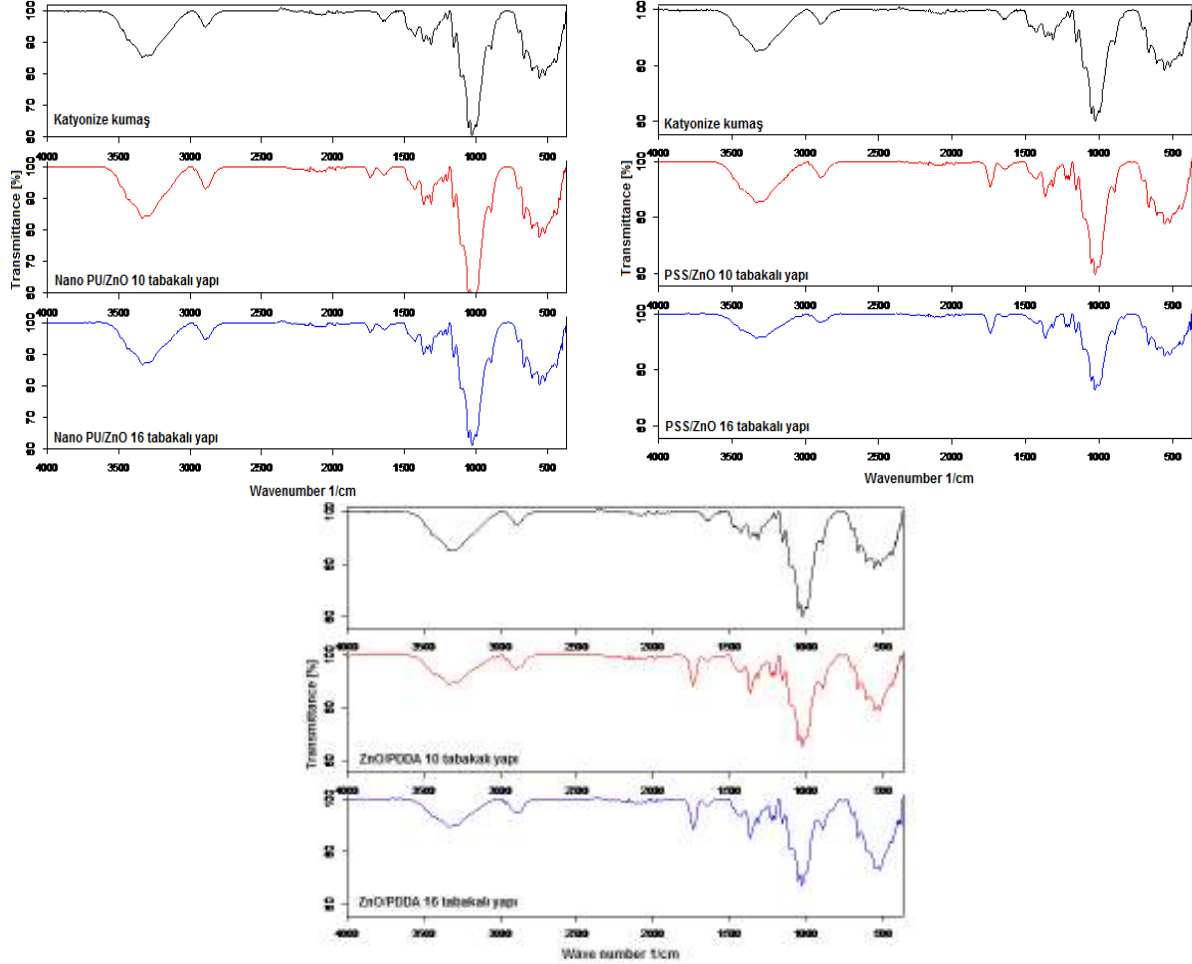


**Şekil 3.** ZnO nanopartiküllerin FTIR-Kbr spektrumu

Katyonize pamuklu kumaş, 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA depolanmış pamuklu kumaşların FTIR-ATR spektrumları Şekil 4'de verilmiştir. Katyonizasyon işlemi uygulanan pamuklu

kumaş belirgin FTIR absorpsiyon spektrumları göstermektedir. Çok tabakalı kaplama işlemi uygulanan pamuklu kumaşların kationize pamuklu kumaşın absorpsiyon spektrumlarını koruduğu gözlenmektedir. Bütün kumaş örnekleri için görülen 3100-3700 1/cm civarında yaklaşık 3360 1/cm'de merkezlenen geniş bant, selülozda bulunan OH fonksiyonel gruplarının bir karakteristiğidir. 1030 1/cm'de bir maksimum veren kuvvetli bir absorpsiyon bandı selülozun (C-C, C-O and C-O-C titreşimleri) fonksiyonel gruplarından

kaynaklanmaktadır. Çok tabakalı kaplama işlemi ile depolanan tabaka sayısındaki artışla beraber bu bantların geçirgenliğinde de artış olmaktadır. 560 ve 460  $\text{cm}^{-1}$  bulunan absorpsiyon bandı temel olarak kationize pamuklu kumaşta görülen bantla örtüşmektedir. Fakat ZnO nanopartikül içeren çok tabakalı film kaplanan pamuklu kumaşların spektrumlarında bu bantın geçirgenlik değerlerindeki farklılığı ile pamuklu kumaşların yüzeyine depolanan ZnO nanopartiküllerin varlığını kanıtlanmaktadır.



Şekil 4. Çok tabakalı kaplama yöntemi ile elde edilen 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA film kaplanan pamuklu kumaşların FTIR-ATR spektrumları

Çok tabakalı kaplama yönteminin kumaş özelliklerine etkisini belirlemek amacıyla, kaplama işlemi uygulanmamış ve çok tabakalı kaplama işlemi ile film kaplanmış pamuklu kumaşların hava geçirgenliği ve Stensby indeksine göre beyazlık dereceleri belirlenmiş ve Tablo 1'de sonuçları verilmiştir. Hava geçirgenliği test sonuçları kaplanan tabaka sayısındaki artışla beraber kumaşların hava geçirgenliği değerlerinin azaldığını göstermektedir. Hava geçirgenliği değerlerinde en büyük azalma yaklaşık % 32'lik bir azalma ile Nano PU/ZnO 16 tabaka kaplanan kumaşta görülürken, en az azalma

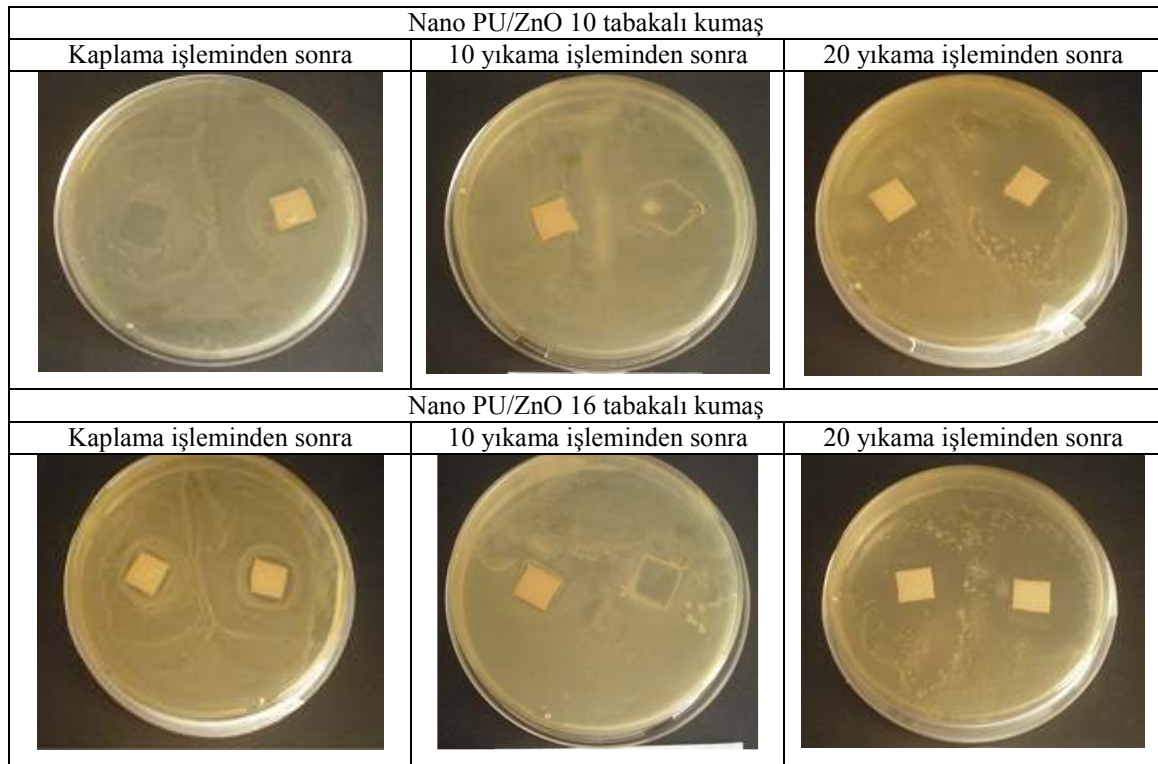
yaklaşık %10.5'lik bir azalma ile PSS/ZnO 10 tabaka kaplanan kumaşta görülmektedir. Hava geçirgenliği test sonuçları da pamuk liflerinin yüzeyinde depolanan tabakaların varlığını kanıtlamaktadır. İşlem görmemiş ve çok tabakalı kaplama işlemi ile elde edilen pamuklu kumaşların beyazlık dereceleri Stensby İndeksine göre belirlenmiştir. Pamuklu kumaşa depolanan tabaka sayısındaki artışla beraber beyazlık derecesinde daha fazla azalma olmaktadır. Ancak beyazlık derecesindeki azalma miktarları, kumaş yüzeyinde önemli bir sararmaya neden olacak düzeyde oluşmamaktadır.

**Tablo 1.** Çok tabakalı kaplama yöntemi ile elde edilen 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA film kaplanan pamuklu kumaşların Hava geçirgenliği ve Beyazlık Derecesi test sonuçları

	Hava Geçirgenliği (l/m <sup>2</sup> /s)	Beyazlık Derecesi (Stensby, D65)
İşlem görmemiş kumaş	56.68	85.549
Nano PU/ZnO 10 tabakalı kumaş	46,11	83.404
Nano PU/ZnO 16 tabakalı kumaş	39,04	81.995
PSS/ZnO 10 tabakalı kumaş	49,19	83.406
PSS/ZnO 16 tabakalı kumaş	48,07	81.033
ZnO/PDDA 10 tabakalı kumaş	50,74	77.225
ZnO/PDDA 16 tabakalı kumaş	48,73	76.505

Çok tabakalı kaplama işlemi uygulanan kumaş numunelerine *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı antibakteriyel aktivite tayini testleri yapılmış ve çok tabakalı film kaplanan bütün kumaşlar antibakteriyel etki göstermiştir. Çok tabakalı kaplama yöntemi ile elde edilen 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO, PSS/ZnO ve ZnO/PDDA film kaplanan pamuklu kumaşlardan 1 cm<sup>2</sup>'lik 2'şer test numunesi alınarak ISO 20645 test metoduna göre hazırlanan bir bakteri çözeltisi içerisine konulmuştur.

Şekil 5, 10 ve 16 tabaka Nano PU/ZnO film kaplanan kumaşların kaplama işleminden, 10 ve 20 yıkama işleminden sonra yapılan antibakteriyel aktivite tayini test sonuçlarını içermektedir. Nano PU/ZnO 10 tabaka film kaplanan kumaşta antibakteriyel etki kaplama, 10 yıkama işlemi ve 20 yıkama işlemi sonucunda temas zonu şeklinde oluşmuştur. Nano PU/ZnO 16 film tabakası kaplanması durumunda ise kaplama işlemi sonunda 1.4 cm inhibasyon alanı, 10 yıkama işlemi sonunda 1.3 cm inhibasyon alanı ve 20 yıkama işlemi sonucunda ise temas zonu şeklinde antibakteriyel etki elde edilmiştir.

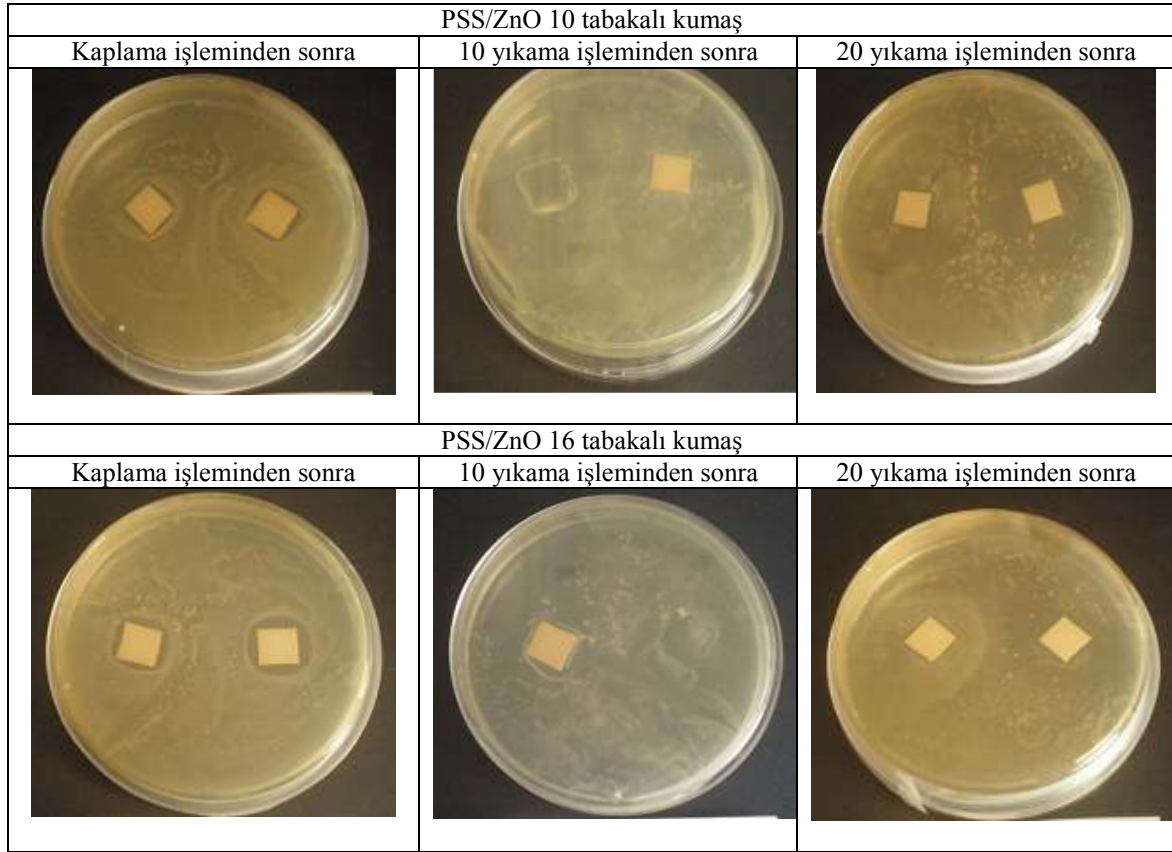
**Şekil 5.** Nano PU/ZnO 10 ve 16 tabaka film kaplanan pamuklu kumaşların antibakteriyel aktivite tayini test sonuçları görüntüleri

10 ve 16 tabaka PSS/ZnO film kaplanan kumaşların kaplama işleminden, 10 ve 20 yıkamadan sonra yapılan antibakteriyel aktivite tayini test sonuçları Şekil 6'da

verilmektedir. PSS/ZnO 10 tabaka film kaplı kumaşta antibakteriyel etki kaplama sonucunda 1.4 cm inhibasyon alanı, 10 ve 20 yıkama işlemi sonucunda ise, temas zonu

şeklinde oluşmuştur. PSS/ZnO 16 film tabakası kaplanması durumunda ise kaplama işlemi sonunda 1.7 cm inhibasyon alanı, 10 yıkama işlemi sonunda 1.1 cm

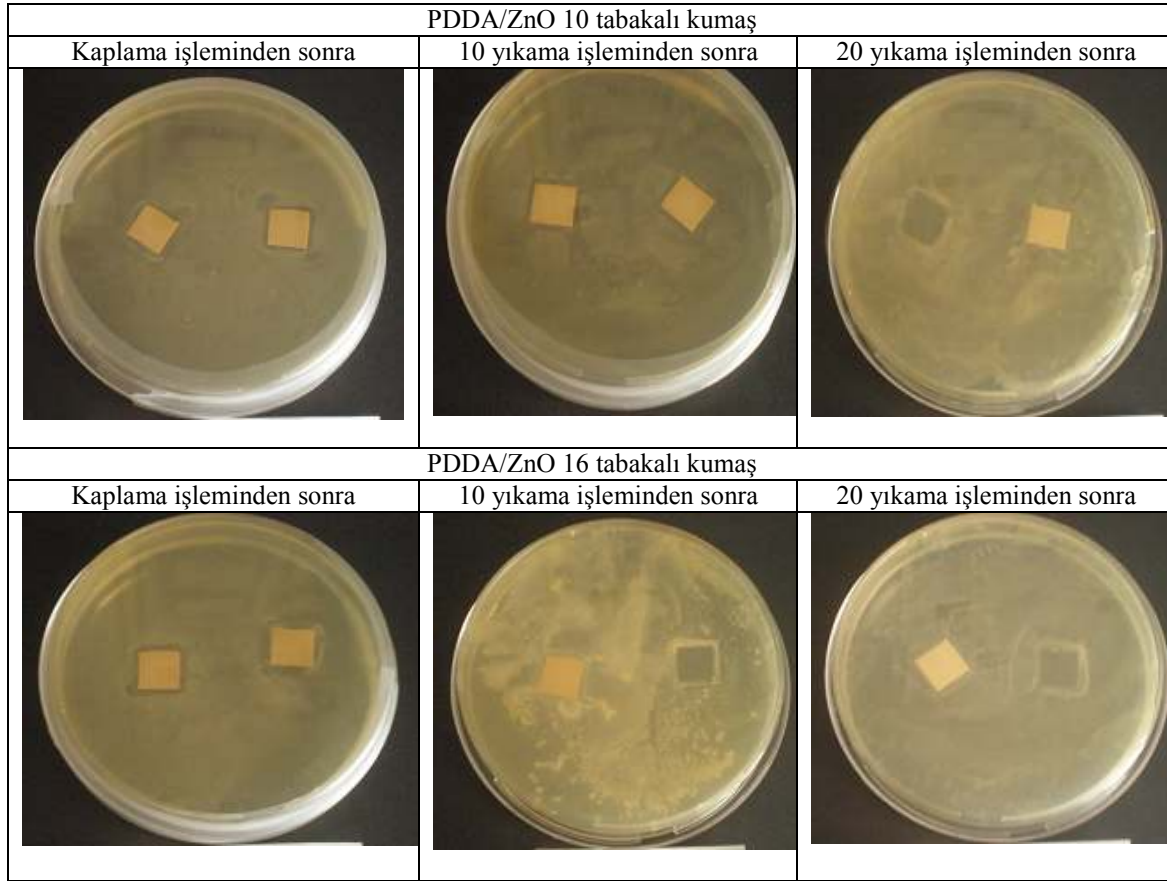
inhibasyon alanı ve 20 yıkama işlemi sonucunda temas zonu şeklinde antibakteriyel etki elde edilmiştir.



**Şekil 6.** PSS/ZnO 10 ve 16 tabaka film kaplanan pamuklu kumaşların antibakteriyel aktivite tayini test sonuçları görüntüleri

10 ve 16 tabaka ZnO/PDDA film kaplanan kumaşların kaplama işleminden, 10 ve 20 yıkamadan sonra yapılan antibakteriyel aktivite tayini test sonuçları Şekil 7'de verilmiştir. ZnO/PDDA 10 tabaka film kaplı kumaşta antibakteriyel etki kaplama sonucunda 1.3 cm inhibasyon alanı, 10 ve 20 yıkama işlemi sonucunda temas zonu

şeklinde oluşmuştur. ZnO/PDDA 16 film tabakası kaplanması durumunda ise kaplama işlemi sonunda 1.4 cm inhibasyon alanı, 10 yıkama işlemi sonunda 1.2 cm inhibasyon alanı ve 20 yıkama işlemi sonucunda temas zonu şeklinde antibakteriyel etki elde edilmiştir.



**Şekil 7.** PDDA/ZnO 10 ve 16 tabaka film kaplanan pamuklu kumaşların antibakteriyel aktivite tayini test sonuçları görüntüleri

## Tartışma ve Sonuçlar

Pamuklu kumaşlar üzerinde ZnO nanopartikül içeren farklı film tabakaları Çok Tabakalı Kaplama Yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. 10 ve 16 çok tabakalı film tabakası PSS/ZnO, Nano PU/ZnO ve ZnO/PDDA bileşenleri ile pamuklu kumaş yüzeyinde oluşturulmuştur. Pamuk liflerinin yüzeyinde nanokompozit çok tabakalı filmlerin varlığını kanıtlamak amacıyla FTIR-ATR ve SEM analizleri yapılmıştır. Ayrıca elde edilen filmlerin pamuklu kumaşın hava geçirgenliği ve beyazlık derecelerine etkileri araştırılmıştır. PSS/ZnO, Nano PU/ZnO ve ZnO/PDDA bileşenleri ile oluşturulan 10 ve 16 çok tabakalı film içeren pamuklu kumaşlar *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı antibakteriyel etkinlik göstermiştir. Yapılan bu çalışma ile antibakteriyel özelliğe sahip pamuklu kumaş elde etmek için, ZnO nanopartiküller kullanılarak Çok Tabakalı Kaplama Yönteminin uygulanabileceği gösterilmiştir. Tekstil materyallerine antibakteriyel etkinlik kazandırmak için kullanılan diğer yöntemlere göre daha az kimyasal ve su kullanımı gerektirmesi, özel bir cihaza gereksinim duyulmaması ve oda sıcaklığında uygulanabilir olması çok tabakalı kaplama yönteminin tekstil sektörü için kullanılabilir bir yöntem olabileceğini göstermektedir.

## Teşekkür

Bu çalışma, Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (1814-D-09)

tarafından finansal olarak desteklenmiştir. Ayrıca, antibakteriyel test denemelerinin gerçekleştirilmesini sağlayan Ege Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyokimya Bölümü öğretim üyelerinden Doç. Dr. Nurdan Pazarlıoğlu, Emre Erden ve M. Çiğdem Uçar'a teşekkür ederiz.

## Kaynaklar

- Bertrand, P., Jonas, A., Laschewsky, A., Legras, R. 2000. Ultrathin Polymer Coatings by Complexation of Polyelectrolytes at Interfaces: Suitable Materials, Structure and Properties. *Macromolecular Rapid Communications*, 21, 319-348.
- Cant, N.E., Zhang, H., Critchley, K., Mykhalyk, T.A., Davies, G.R., Evans, S.D. 2003. Fabrication and Characterization of Self-Assembled Nanoparticle/Polyelectrolyte Multilayer Films. *J. Phys. Chem. B.*, 107, 13557-13562.
- Chunder, A., Sarkar, S., Yu, Y., Zhai, L. 2007. Fabrication of Ultrathin Polyelectrolyte Fibers and Their Controlled Release Properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 58, 172-179.
- Decher, G. 1997. Multicomposites Fuzzy Nanoassemblies: Toward Layered Polymeric. *Science*, 277, 1232-1237.



- Ding, B., Kim, J., Kimura, E., Shiratori, S. 2004. Layer-by-Layer Structured Films of TiO<sub>2</sub> Nanoparticles and Poly(acrylic acid) on Electrospun Nanofibres. *Nanotechnology*, 15, 913-917.
- Dubas, S.T., Limsavarn, L., Iamsamai, C., Potiyaraj, P. 2006. Assembly of Polyelectrolyte Multilayers on Nylon Fibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 101, 3286-3290.
- Dubas, S.T., Chutchawalkulchai, E., Egkasit, S., Iamsamai, C., Potiyaraj, P. 2007. Deposition of Polyelectrolyte Multilayers to Improve the Color Fastness of Silk. *Textile Research Journal*, 77, 437-441.
- Hauser, P.J., Tabba, A.H. 2001. Improving the Environmental and Economic Aspects of Cotton Dyeing Using a Cationised Cotton. *Coloration Technology*, 117, 282-288.
- Hyde, K., Rusa, M., Hinestroza, J. 2005. Layer-by-Layer Deposition of Polyelectrolyte Nanolayers on Natural Fibres: Cotton. *Institute of Physics Publishing, Nanotechnology*, 16, 422-428.
- Jantas, R., Polowinski, S. 2007. Modifying of Polyester Fabric Surface with Polyelectrolyte Nanolayers Using the Layer-by-Layer Deposition Technique. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 15-61, 97-99.
- Kathirvelu, S., D'Souza, L., Dhurai, B. 2009. A Study on Functional Finishing of Cotton Fabrics Using Nano-particles of Zinc Oxide. *Materials Science*, 15, 75-79.
- Kim, S.H., Shin, C-J., Keum, S-R., Koh, K. 2007. Layer-by-Layer Self-Assembled Multilayer of Cationic Spiroxazine and Polystyrenesulfonate. *Dyes and Pigments*, 72, 378-382.
- Lee, D., Rubner, M.F., Cohen, R.E. 2006. All-Nanoparticle Thin-Film Coatings. *Nano Letters*, 6, 2305-2312.
- Lee, D., Omolade, D., Cohen, R.E., Rubner, M.F. 2007. pH-Dependent Structure and Properties of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> Nanoparticle Multilayer Thin Films. *Chem. Mater*, 19, 1427-1433.
- Li, J.H., Hong, R.Y., Li, M.Y., Zi, H.Z., Zheng, Y., Ding, J. 2009. Effects of ZnO Nanoparticles on the Mechanical and Antibacterial Properties of Polyurethane Coatings. *Organic Coatings*, 64, 504-509.
- Liu, X., Wang, J., Zhang, J., Liu, B., Zhou, J., Yang, S. 2007. Fabrication and Characterization of Ag/Polymer Nanocomposite Films Through Layer-by-Layer Self-Assembly Technique. *Thin Solid Films*, 515, 7870-7875.
- Lvov, Y., Ariga, K., Onda, M., Ichinose, I., Kunitake, T. 1997. Alternate Assembly of Ordered Multilayers of SiO<sub>2</sub> and Other Nanoparticles and Polyions. *Langmuir*, 13, 6195-6203.
- Lvov, Y., Price, R., Gaber, B., Ichinose, I. 2002. Thin Film Nanofabrication via Layer-by-Layer Adsorption of Tubule Halloysite, Spherical Silica, Proteins and Polycations. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 198-200, 375-382.
- Ma, M., Hill, R.M. 2006. Superhydrophobic Surfaces. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 11, 193-202.
- Ou, R., Zhang, J., Deng, Y., Ragauskas, A.J. 2007. Polymer Clay Self-Assembly Complexes on Paper. *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 1987-1992.
- Perelshtein, I., Applerot, G., Perkas, N., Wehrschetz-Sigl, E., Hasmann, A., Guebitz, G.M., Gedanken, A. 2009. Antibacterial Properties of an In Situ Generated and Simultaneously Deposited Nanocrystalline ZnO on Fabrics. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 1, 361-366.
- Polowinski, S. 2007. Deposition of Polymer Complex Layers onto Nonwoven Textiles. *Journal of Applied Polymer Science*, 103, 1700-1705.
- Takenaka, S., Maehara, Y., Imai, H., Yoshikawa, M., Shiratori, S. 2003. Layer-by-Layer Self-Assembly Replication Technique: Application to Photoelectrode of Dye-Sensitized Solar Cell. *Thin Solid Films*, 438-439, 346-351.
- Uğur, Ş.S., Sarıışık, M., Aktaş, H. 2009. Layer-by-Layer Deposition of ZnO Nanoparticles on Cotton Fabrics. *International Symposium on Engineering And Architectural Sciences of Balkan, Caucasus and Turkic Republics*, 22-24 Ekim, Isparta, *Proceedings Volume II*, 259-265.
- Vigneshwaran, N., Kumar, S., Kathe, A.A., Varadarajan, P.V., Prasad, V. 2006. Functional Finishing of Cotton Fabrics Using Zinc Oxide-Soluble Starch Nanocomposites. *Nanotechnology*, 17, 5087-5095.
- Ying, K.L., Hsieh, T.E., Hsieh, Y.F. 2009. Colloidal Dispersion of Nano-Scale ZnO Powders Using Amphibious and Anionic Polyelectrolytes. *Ceramics International*, 35, 1165-1171.
- Zohdy, M.H., Karem, H.A., El-Naggar, A.M., Hassan, M.S. 2002. Microbial Detection, Surface Morphology, and Thermal Stability of Cotton and Cotton/Polyester Fabrics Treated with Antimicrobial Formulations by a Radiation Method. *Journal of Applied Polymer Science*, 89, 2604-2610.