

**ÖZET****Fonksiyonel Nanoparçacık İçeren Hidrofilik Kaplama Solüsyonu ve Üretim Yöntemi**

- 5 Buluş, özellikle medikal sektöründe üriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler; kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi vücut içi uygulamalarda kullanılan birçok tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerine yüksek kayganlık özelliğinin kazandırılması amacıyla en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, başlatıcı, solvent ve biyo uyumlu fonksiyonel nanoparçacık POSS (polihedral oligomerik silseskioksan)
- 10 içeren hidrofilik kaplama solüsyonu ve üretim yöntemi ile ilgilidir.

## İSTEMLER

1. Medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, polihedral oligomerik silseskioksan, solvent ve başlatıcı içermesidir.
2. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; ağırlıkça %1-30 oranında hidrofilik polimer ve/veya monomer, %0,1-5 oranında polihedral oligomerik silseskioksan, %60-95 oranında solvent ve %0,5-20 oranında başlatıcı içermesidir.
3. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen hidrofilik polimer ve/veya monomerin; poli(vinil alkol), polivinilpirolidon, poli(etilen oksit), akrilik asit ve metakrilikasitin homo- ve kopolimerleri, maleik anhidrit bazlı kopolimerler, poli(karboksilik asit), selüloz, heparin, poli(etilen glikol), kitosan, hyaluronik asit, kitin ve polilaktinler içeren gruptan seçilen bir birey veya kombinasyonlar olmasıdır.
4. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen solventin; metanol, etanol, propanol ve bütanol gibi alkoller veya bunların karışımları, aseton, metil etil keton, tetrahidrafuran, dikolorometan, tolüen veya su olmasıdır.
5. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen başlatıcının; Tip 1 fotobaşlatıcılar, Tip 2 fotobaşlatıcılar veya peroksitler olmasıdır.
6. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen Tip 1 fotobaşlatıcılar; benzoin eterler, benzil ketaller,  $\alpha$ -dialkoksiasetofenonlar,  $\alpha$ -hidroksialkilfenonlar,  $\alpha$ -amino alkilfenonlar, asilfosfinoksitlerdir.
7. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen Tip 2 fotobaşlatıcılar; benzofenonlar/aminler, tiyoksantonlar/aminlerdir.
8. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen peroksitler; hidrojen peroksit, benzoil peroksit ve kümen hidroperoksittir.
9. Medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu üretim metodu olup, özelliği;

a) hidrofilik polimer ve/veya monomerin solvent içine karıştırılması,

d) elde edilen solüsyona polihedral oligomerik silseskioksan eklenerek karıştırılması,

e) elde edilen solüsyona başlatıcının eklenerek karıştırılması, işlem adımlarını içermesidir.

- 5 **10.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; ağırlıkça %1-30 oranında hidrofilik polimer ve/veya monomer, %0,1-5 oranında polihedral oligomerik silseskioksan, %60-95 oranında solvent ve %0,5-20 oranında başlatıcı içermesidir.
- 10 **11.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen hidrofilik polimer ve/veya monomerin; poli(vinil alkol), polivinilpirolidon, poli(etilen oksit), akrilik asit ve metakrilikasitin homo- ve kopolimerleri, maleik anhidrit bazlı kopolimerler, poli(karboksilik asit), selüloz, heparin, poli(etilen glikol), kitosan, hyaluronik asit, kitin ve polilaktinler içeren gruptan seçilen birey veya kombinasyonlar olmasıdır.
- 15 **12.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen solvent; metanol, etanol, propanol ve bütanol gibi alkoller veya bunların karışımları, aseton, metil etil keton, tetrahidrafuran, dikolorometan, tolüen veya sudur.
- 20 **13.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen başlatıcının; Tip 1 fotobaşlatıcılar, Tip 2 fotobaşlatıcılar veya peroksitler olmasıdır.
- 14.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen Tip 1 fotobaşlatıcılar; benzoin eterler, benzil ketaller,  $\alpha$ -dialkoksiasetofenonlar,  $\alpha$ -hidroksialkilfenonlar,  $\alpha$ -amino alkilfenonlar, asilfosfinoksitlerdir.
- 25 **15.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen Tip 2 fotobaşlatıcılar; benzofenonlar/aminler, tiyoksantonlar/aminlerdir.
- 16.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen peroksitler; hidrojen peroksit, benzoil peroksit ve kümen hidroperoksittir.
- 30 **17.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; özelliği; bahsedilen solüsyonun oda sıcaklığında ya da 40°C'ye kadar ısıtılarak hazırlanmasıdır .
- 35 **18.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen solüsyonun tamamen şeffaf hale gelene kadar karıştırılmasıdır.

## TARİFNAME

### Fonksiyonel Nanoparçacık İçeren Hidrofilik Kaplama Solüsyonu ve Üretim Yöntemi

#### 5 Teknik Alan

Buluş, fonksiyonel nanoparçacık içeren hidrofilik kaplama solüsyonu olarak kullanılacak ürünler ve bu ürünlerin üretim yöntemi ile ilgilidir.

Buluş, özellikle medikal sektöründe üriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler; kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi vücut içi uygulamalarda kullanılan birçok tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerine yüksek kayganlık özelliğinin kazandırılması amacıyla hidrofilik polimer ve/veya monomer, başlatıcı, solvent ve biyo uyumlu fonksiyonel nanoparçacık POSS (polihedral oligomerik silseskioksan) içeren hidrofilik kaplama solüsyonu ve üretim yöntemi ile ilgilidir.

#### 15 Tekniğin Bilinen Durumu

Günümüzde kaplamalar birçok endüstriyel uygulamalarda olduğu gibi dekoratif veya koruma amaçlı kullanılmaktadırlar. Medikal cihazlarda ise cihazın fonksiyon veya performansında gerekli geliştirmelerin sağlanması amaçlı kullanılmaktadır. Medikal cihazların üretiminde kullanılan malzemelerin çoğu düşük yüzey enerjisine sahip hidrofobik malzemelerden oluşmaktadır. Sulu ortamlarda yeteri kadar ıslanmayan bu cihazlar vücut içi uygulamalarda kullanıldığında sürtünmeden kaynaklı yırtılma, delinme, kanamaya sebep olma gibi travmatik komplikasyonlar ve iltihaplanmalara sebep olabilmektedir. Oluşan bu problemlerin çözümüne yönelik geliştirilen en kesin çözüm ise doku ile direkt temas edecek, cihazın vücut içinde hareketini kolaylaştıracak ve aynı zamanda biyouyumluluğa sahip bir kaplama uygulanmasıdır.

Hidrofilik polimer kaplama olarak da bilinen bu kaplamalar farklı yollarla yüzeye uygulanmaktadırlar. Daldırma ile kaplama en sık kullanılan yöntemlerdendir. Sprey ve film kaplama bir diğer kaplama metotlarından biridir. Bu işlemlerin yanı sıra yaygın olarak kullanılmamakla birlikte, özellikle yassı yüzeyler için kimyasal buharla kaplama (CVD) ve serigrafi (silk screening) metotları da tercih edilebilmektedir. Kaplama metodlarının çoğu kurutma ve kürleme (curing) olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır. Kürleme işlemi ise ısı ve ultraviyole (UV) gibi radyasyon ile gerçekleştirilmektedir [1-5].

Konu ile ilgili literatür taraması yapıldığında US4100309 ve US4119094 yayın numaralı 'Düşük sürtünmeli hidrofilik bir kaplama katsayısına sahip olan kaplanmış alt tabaka ve bunu yapmak için bir yöntem' başlıklı patentlerde kateter ve prezervatif örneklerinin Polivinilpirolidon-

Poliüretan interpolimeri ile kaplandığı görülmektedir. Bu çalışmada, kaplama prosesi iki aşamada gerçekleşmiş ve karışıma zincir uzatıcılar eklenmiştir. Ancak elde edilen bulgular bu yöntem ile üniform bir kaplama yapılamadığını ve istenen özelliklerin kaplamaya sağlanamadığını göstermiştir.

5

US4642267 yayın numaralı 'Hidrofilik polimer harmanı' başlıklı patentte termoplastikpoliüretan, polivinilpirolidon ve/veya poli(N-vinillaktam) karışımları hazırlanmış ve solüsyonlar vinil, epoksi ve poliüretan yüzeylerine kaplanmıştır. Ardından kaplanan yüzeyler ıslatılmış ve sürtünme testinde sürtünme katsayısının oldukça düştüğü belirlenmiştir.

10

US4977901 yayın numaralı 'Çapraz bağlanmamış kristalize polimer kaplamalara sahip olan malzeme' başlıklı patentte farklı molekül ağırlığına sahip poli(vinil alkol) su ve/veya dimetilsülfoksit içerisinde çözündürülmüş ve kılavuz tele kaplanmıştır. Çapraz bağlanmamış bu kaplama fırınlarda kurutulmuş ve kristallinite incelenmiştir. Elde edilen bulgular daha az kristaliniteye sahip kaplamanın su emiliminin daha yüksek olduğunu, sürtünmenin azaldığı dolayısıyla kayganlığın arttığını göstermiştir.

15

POSS (polihedral oligomerik silseskioksan) olarak adlandırılan yeni nesil takviye malzemeleri silika ( $\text{SiO}_2$ ) ve silikon ( $\text{R}_2\text{SiO}$ ) arasında, moleküler boyutları yaklaşık olarak 1-3nm olan küresel şekilli hibrit nanoyapılardır. Bununla birlikte silika ve diğer konvansiyonel dolgulardan farklı olarak, herhangi bir POSS molekülü kendisini polimerler, biyolojik sistemler veya yüzeyler ile uyumlu hale getiren organik gruplar içerir. Bu özellik POSS'un harmanlandığı polimer zincir ile kovalent olarak tepkimeye girmesini de mümkün kılmaktadır[6]. Sıradan organik bileşiklerin tersine, uçucu organik bileşikler salmadıkları için kokusuz ve çevre dostu olarak bilinmektedirler[7,8]. POSS'un sahip olduğu geniş ve esnek kimyasal yapısal özellikler sebebiyle polimer yapısına dahil edilme aşamasında hem kopolimerizasyon, hem aşılama hem de harmanlama tekniğine imkan sağlamaktadır.

20

25

POSS kullanımı ile ilgili literatür taraması yapıldığında, US20160083612 yayın numaralı 'F-POSS kaplamaları ve katkı maddeleri ve aynısını yapma yöntemleri' başlıklı patent malzemelerin yüzey performansını arttırmak için kaplamalar alanında faydalı flüorlu polihedral oligomerik silseskioksan ("F-POSS") kopolimerleri ve terpolimerleri ve bu gibi kopolimerler ve terpolimerler yapmak için yöntemler de açıklanmaktadır. Burada açıklanan bileşimlerin örnek teşkil tarzları, normalde yeterince kararlı veya dayanıklı homojenliğe sahip olmayacak olan flüorinatlı, halojenli veya diğer katkı maddeleri içeren formülasyonların stabilitesini ve ömrünü iyileştirmede yararlı olabilir.

30

35

US9334419B2 yayın numaralı 'UV kürlenebilir kaplamalar' başlıklı patentte ise epoksisikloheksil-POSS kullanılarak UV ile kürlenebilen kaplama formülasyonları hazırlanmıştır. Kaplama formülasyonları POSS, silikon nanoparçacıkları, silan ve fotobaşlatıcı içermektedir. Hazırlanan bu solüsyonlar cam üzerine kaplanmış ve örneklerin statik indantasyon kırılma dayanımı, çatlama dayanımı, çizik ve aşınmalara karşı dayanımı ve nem dayanıklılığı incelenmiştir.

Mevcut patentlerde POSS kullanılarak hazırlanmış kaplamaların hidrofilik özelliği incelenmemiştir. Özellikle vücut içi uygulamalarda kullanılmak maksadıyla çalışılmış herhangi bir araştırma bulunmamaktadır.

Uriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler, kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi birçok medikal cihaz vücut içine yerleştirilirken veya çıkartılırken, vücuttan herhangi bir sıvının drenajını sağlarken yüzeylerinin bir kayganlaştırıcı ile kaplanmasına ihtiyaç duymaktadırlar. Ayrıca bu kayganlık yerleştirme ve çıkarma esnasında yumuşak doku hasarını minimize etmek için gereklidir. Hidrofilik kaplamalar cihazın hasta vücuduna yerleştirilmesinden önce, bir süre su veya başka bir sıvı ile ıslatılarak düşük sürtünme özelliklerine ulaşmış kaygan yüzey kaplamalarıdır. Hidrofilik kaplamalar çoğu zaman malzeme (substrat) yüzeyine tutunmayarak aşınma eğilimi sergilemekte ve bunun sonucu olarak kullanım esnasında kayganlıklarını yitirmektedirler. Kaplama solüsyonlarının malzeme yüzeyine uygulanmasında hidrofilik kat ile malzeme yüzeyi arasında bağlanma sağlamak için ekstradan primer kaplamalar kullanılmaktadır.

Sonuç olarak yukarıda anlatılan olumsuzluklardan dolayı ve mevcut çözümlerin konu hakkındaki yetersizliği nedeniyle ilgili teknik alanda bir geliştirme yapılması gerekli kılınmıştır.

### **Buluşun Kısa Açıklaması**

Buluş, mevcut durumlardan esinlenerek oluşturulup yukarıda belirtilen olumsuzlukları çözmeyi amaçlamaktadır.

Buluşun öncelikli amacı, özellikle medikal sektöründe üriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler; kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi vücut içi uygulamalarda kullanılan birçok tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerine uygulanması için hidrofilik kaplama solüsyonu elde edilmesini sağlamaktır.

Buluşun bir amacı, yüksek kayganlığın yanı sıra yüksek aşınma dayanımına sahip hidrofilik kaplama solüsyonu geliştirmektir.

Buluşun bir diğer amacı, malzeme(substrat) yüzeyine hidrofilik kaplama solüsyonunun uygulanması için herhangi bir primer kaplamaya ihtiyaç duyulmadan,içerdiği POSS sayesinde hidrofilik katın direkt malzeme yüzeyine uygulabilirliğini sağlamasıdır.

- 5 Buluş ayrıca, POSS ilavesi ile hidrofilik kaplamanın kürlenme zamanının daha kısa sürelerle çekilebilmesini amaçlamaktadır.

10 Buluş, yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için, medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, polihedral oligomerik silseskioksan, solvent ve başlatıcı ihtiva etmektedir.

15 Buluş, yukarıda anlatılan amaçların yerine getirilmesi için, medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu üretim metodu olup, özelliği;

- a) hidrofilik polimer ve/veya monomerin solvent içine karıştırılması,  
 b) elde edilen solüsyona POSS (polihedral oligomerik silseskioksan) eklenerek karıştırılması,  
 20 c) elde edilen solüsyona başlatıcının eklenerek karıştırılması,  
 işlem adımlarını ihtiva etmektedir.

25 Buluşun yapısal ve karakteristik özellikleri ve tüm avantajları aşağıda verilen detaylı açıklama sayesinde daha net olarak anlaşılabacaktır. Bu nedenle değerlendirmenin de bu detaylı açıklama göz önüne alınarak yapılması gerekmektedir.

### **Buluşun Anlaşılmasına Yardımcı Olacak Şekiller**

30 **Şekil 1.** Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ile kaplanan substrat ile kaplamasız substratın sürtünme kuvvetlerinin kıyaslanmasının grafiksel gösterimidir.

**Şekil 2.** Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ile kaplanan substratın tekrarlanan testler ile sürtünme kuvvetlerinin değişiminin grafiksel gösterimidir.

### **Buluşun Detaylı Açıklaması**

35 Bu detaylı açıklamada, buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ve üretim yöntemi ile tercih edilen formülasyonları, sadece konunun daha iyi anlaşılmasına yönelik olarak ve hiçbir sınırlayıcı etki oluşturmayacak şekilde açıklanmaktadır.

Buluş, özellikle medikal sektöründe üriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler; kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi vücut içi uygulamalarda kullanılan birçok tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerine yüksek kayganlık özelliğinin kazandırılması amacıyla en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, başlatıcı, solvent ve biyo uyumlu fonksiyonel nanoparçacık POSS (polihedral oligomerik silseskioksan) içeren hidrofilik kaplama solüsyonu ve üretim yöntemi ile ilgilidir.

Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ile poliestereüretan, polieterüretan, nylon, poli(eter-blok-amit), poli(etilen teraftalat), poli(vinil klorür), doğal kauçuk, sentetik kauçuklar, poliester-polieter kopolimerleri, polikarbonat vb. organik malzemeler(substratlar)kaplanabilmektedir. Tablo 1’de, buluş konusuhidrofilik kaplama solüsyonunu oluşturan hammaddeler ve bu hammaddelerin ağırlıkça kullanım oranları verilmektedir.

**Tablo1: Hidrofilik kaplama solüsyonu için hammadde ve kullanım oranları**

| İçerik                                                        | Ağırlıkça<br>Tercih Edilen Miktar<br>(%) | Ağırlıkça<br>Kullanılabilen Miktar<br>(%) |
|---------------------------------------------------------------|------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Solvent<br>(Etanol)                                           | 78,9                                     | 60-95                                     |
| Hidrofilik polimer<br>ve/veya monomer<br>(Polivinilpirolidon) | 20                                       | 1-30                                      |
| Başlatıcı<br>(Hidrojen Peroksit)                              | 1                                        | 0,5-20                                    |
| Fonksiyonel nanoparçacık<br>POSS                              | 0,1                                      | 0,1-5                                     |
| TOPLAM                                                        | 100                                      |                                           |

Buluş kapsamında hidrofilik polimer ve/veya monomer, POSS ve başlatıcının solvent içinde çözünmesiyle solüsyon hazırlanması sağlanmaktadır. Solüsyon oda sıcaklığında hazırlanabildiği gibi 40°C’ye kadar ısıtılarak da hazırlanabilmektedir. Solüsyon tamamen şeffaf hale gelene kadar karıştırılmalıdır. Elde edilen solüsyon istenilen substrat yüzeyine uygulanmalıdır. Yüzeye uygulanmada tercih edilen yöntem olarak daldırma yöntemi kullanılmaktadır. Solüsyonun substrat yüzeyine uygulanmasında sprej, film kaplama, buharla kaplama, serigrafi gibi başka metotlarda kullanılabilir. Substrat yüzeyine uygulanmış solüsyon tercih edilen ultraviyole (UV) kürleme metodu ile hidrofilik kaplama halini almaktadır. Diğer

kürleme seçeneklerisıtma, soğutma, kurutma gibi fiziksel metotlar olabilirken, ısı ve radyasyon gibi kimyasal metotlar da olabilir.

5 Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonunu üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri aşağıda verilmektedir.

**Solvent** geniş kullanım alanına sahip sıvı halindeki bir maddedir. Söz konusu buluş solüsyon veya dispersiyon gibi sıvı bir ortamı kapsayan hidrofilik kaplama formülasyonlarını içermektedir. Sıvı ortamı oluşturacak solvent olarak metanol, etanol, propanol ve butanol gibi 10 alkoller veya bunların karışımları, aseton, metil etil keton, tetrahidrafuran, diklorometan, toluen veya su seçilebilmektedir. Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonunda ağırlıkça %60-95 solvent kullanılabilmektedir. Buluşun tercih edilen formülasyonunda solvent olarak ağırlıkça %78,9 oranında etanol kullanılmaktadır.

15 **Hidrofilik polimer veya monomer** kısaca suyu seven molekül zincirleri veya molekül olarak adlandırılmaktadır. Hidrofilik bir molekül veya bir molekülün hidrofilik bir bölümü tipik olarak yük kutuplaşması gösterir ve hidrojen bağı kurma yeteneği vardır, böylece yağ ve diğer hidrofobik çözücülere kıyasla suda çözünmeye daha müsaittir. Hidrofilik moleküller polar moleküller olarak da bilinmektedirler.

20

Buluş konusu kaplama solüsyonuna hidrofilik özellik katan polimer ve/veya monomer; poli(vinil alkol), polivinilpirolidon, poli(etilen oksit), akrilik asit ve metakrilikasitin homo- ve kopolimerleri, maleik anhidrit bazlı kopolimerler, poli(karboksilik asit), selüloz, heparin, poli(etilen glikol), kitosan, hyaluronik asit, kitin ve polilaktinler içeren gruplar arasından birey veya 25 kombinasyonlar seçilebilmektedir. Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonunda ağırlıkça %1-30 oranında hidrofilik polimer ve/veya monomer kullanılabilmektedir. Buluşun tercih edilen formülasyonunda ağırlıkça %20 oranında Polivinilpirolidon(PVP)kullanılmaktadır.

**Fonksiyonel nanoparçacık POSS** (polihedral oligomerik silseskioksan) seramik ve organik 30 malzemeler arasındaki boşluğa köprü oluşturan nano yapıları bir kimyasaldır. POSS, mekanik özelliklerden ödün vermeksizin ürün performansını geliştirir ve çok çeşitli endüstrilerde kullanılır. POSS silika ( $\text{SiO}_2$ ) ve silikon ( $\text{R}_2\text{SiO}$ ) arasında, moleküler boyutları yaklaşık olarak 1-3nm olan küresel şekilli hibrit nano yapıdadır. Bununla birlikte silika ve diğer konvansiyonel dolgulardan farklı olarak, herhangi bir POSS molekülü kendisini polimerler, biyolojik sistemler veya yüzeyler ile uyumlu hale getiren organik gruplar içerir. Bu özellik POSS'un harmanlandığı 35 polimer zincir ile kovalent olarak tepkimeye girmesini de mümkün kılmaktadır. Sıradan organik bileşiklerin tersine, uçucu organik bileşikler salıvermedikleri için kokusuz ve çevre dostu olarak

bilinmektedirler. POSS'un sahip olduğu geniş ve esnek kimyasal yapısal özellikler sebebiyle polimer yapısına dahil edilme aşamasında hem kopolimerizasyon, hem aşılama hem de harmanlama tekniğine imkan sağlamaktadır. Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonunda ağırlıkça %0,1-5 oranında POSS kullanılabilir. Buluşun tercih edilen formülasyonunda ağırlıkça %0,1 oranında POSS kullanılmaktadır.

**Başlatıcı** polimerizasyon reaksiyonunu başlatan maddedir. Fotobaşlatıcılar, ışık absorplayan ve reaktif başlatıcı radikalleri oluşturan, UV ile polimerizasyon sistemlerinin en önemli bileşenleridir. Buluş kapsamında formülasyonlarda kullanılan başlatıcı Tip 1 fotobaşlatıcılar (benzoin eterler, benzil ketaller,  $\alpha$ -dialkoksiasetofenonlar,  $\alpha$ -hidroksialkilfenonlar,  $\alpha$ -amino alkilfenonlar, asilfosfinoksitler gibi), Tip 2 fotobaşlatıcılar (benzofenonlar/aminler, tiyoksantonlar/aminler gibi) ve peroksitler (hidrojen peroksit, benzoil peroksit ve kümen hidroperoksit) içeren gruplar arasından seçilebilmektedir. Buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonunda ağırlıkça %0,5-20 oranında başlatıcı kullanılabilir. Buluşun tercih edilen formülasyonunda ağırlıkça %1 oranında hidrojen peroksit kullanılmaktadır.

**DeneySEL prosedürde** oda sıcaklığında, Tablo 1'de belirtilen tercih edilen miktarlarda, hidrofilik polimer Polivinilpirolidon (PVP) solvent olarak kullanılan etanol içine karıştırılmıştır. Elde edilen solüsyona POSS eklenerek karıştırılmaya devam edilmiştir. Karışıma başlatıcı olarak hidrojen peroksit eklenmiş ve şeffaf bir solüsyon elde edilene kadar karıştırılmıştır. Ardından kaplanmak istenen substrat solüsyona daldırılmış ve çıkarılarak belirli sürelerde UV ışınlarına maruz bırakılmıştır. Kurlenme aşamasında önemli olan husus çapraz bağ reaksiyonunun tamamlanmasıdır. Böylelikle yüzeye tutunan kaplama kuvvet altında sıyrılmadan özelliklerini korumaktadır. Son aşamada elde edilen hidrofilik kaplamalı örnekler sürtünme testine tabi tutulmuş ve sürtünme kuvvetleri belirlenmiştir. Bu doğrultuda kaplanan kateterler bir dakika boyunca su içinde bekletilmiş ve takiben 500 gramlık bir yük uygulanarak iki kauçuk ped arasından toplamda 20 kez çekilmiştir.

Hazırlanan hidrofilik solüsyon ile kaplanmış substratın ve kaplanmamış substratın kayganlıkları sürtünme testleri ile belirlenmiştir. Bu amaçla kaplı örnek ard arda 10 kez yük altında çekilmiş ve sürtünme kuvvetleri elde edilmiştir. Şekil 1'de buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ile kaplanan substrat ile kaplamasız substratın sürtünme kuvvetlerinin kıyaslanmasını göstermektedir. Yüzeyinde hidrofilik kaplama solüsyonu bulunan örneğin sürtünme kuvvetinin, kaplamasız örneğin sürtünme kuvvetine kıyasla ortalama 20 kat azaldığı tespit edilmiştir.

Kaplamanın yüzeye tutunması ise ard arda tekrar edilen testler ile belirlenmiştir. Şekil 2'de buluş konusu hidrofilik kaplama solüsyonu ile kaplanan substratın tekrarlanan testler ile sürtünme kuvvetlerinin değişimini göstermektedir. Kaplamalı substratlara ait 10 çekmenin sonunda elde edilen eğrilerin aynı trende sahip olduğu ve kuvvet değerlerinin benzer olduğu görülmüştür. Bu bulgu kaplamanın substrat yüzeyinden ayrılmadığını ve homojen olduğunu göstermektedir.

Yapılan sürtünme testleri sonucunda POSS parçacığının reaksiyonu hızlandırarak kürlenme zamanını kısalttığı görülmüştür.

## KAYNAKLAR

[1] Evcin A., İleri Sol Jel, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Afyonkarahisar Kocatepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, 2008,s. 1-3.

5

[2] Karaçalı İ., The Fabrication and Characterization of Benzocyclobutene (BCB 4022-35) Polymer Thin Films by Spin Coating Method. (M. Sc. Thesis), Gazi University Institute of Science, 2010, Ankara.

10

[3] Ronald F., Article Having Non-Crosslinked Crystallized Polymer Coatings, 2014, Patent No. 4,977,901., U.S.: Minnesota Mining and Manufacturing Company.

[4] Lopergolo L. C., Lugao A. B., Catalani L.H., Direct UV Photocrosslinking of poly (N-vinyl-2-pyrrolidone) (PVP) to Produce Hydrogels, Elsevier 2003,(44), 6217.

15

[5] Mastan E., Surface Modification of Polyethylene Film by Catalytic Ozonation. (M. Sc. Thesis), Ryerson University Chemical Engineering, 2010, Canada.

20

[6] Zeng J., Kumar S., Iyer S., Schiraldi D. A., Gonzalez R. I., High Performance Polymers 2005; 17; 403.

[7] Li G., Wang L., Hanli N., Pittman C. U., Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane (POSS) Polymers and Copolymers, J. Inorganic and Organometallic Polymers 2001; 11(3), 123.

25

[8] Kuo S. W., Chang F. C., POSS Related Nanocomposites, Progress in Polymer Science 2011; 36, 1649.

30

35

## İSTEMLER

1. Medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, polihedral oligomerik silseskioksan, solvent ve başlatıcı içermesidir.
2. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; ağırlıkça %1-30 oranında hidrofilik polimer ve/veya monomer, %0,1-5 oranında polihedral oligomerik silseskioksan, %60-95 oranında solvent ve %0,5-20 oranında başlatıcı içermesidir.
3. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen hidrofilik polimer ve/veya monomerin; poli(vinil alkol), polivinilpirolidon, poli(etilen oksit), akrilik asit ve metakrilikasitin homo- ve kopolimerleri, maleik anhidrit bazlı kopolimerler, poli(karboksilik asit), selüloz, heparin, poli(etilen glikol), kitosan, hyaluronik asit, kitin ve polilaktinler içeren gruptan seçilen bir birey veya kombinasyonlar olmasıdır.
4. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen solventin; metanol, etanol, propanol ve bütanol gibi alkoller veya bunların karışımları, aseton, metil etil keton, tetrahidrafuran, dikolorometan, tolüen veya su olmasıdır.
5. İstem 1'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen başlatıcının; Tip 1 fotobaşlatıcılar, Tip 2 fotobaşlatıcılar veya peroksitler olmasıdır.
6. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen Tip 1 fotobaşlatıcılar; benzoin eterler, benzil ketaller,  $\alpha$ -dialkoksiasetofenonlar,  $\alpha$ -hidroksialkilfenonlar,  $\alpha$ -amino alkilfenonlar, asilfosfinoksitlerdir.
7. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen Tip 2 fotobaşlatıcılar; benzofenonlar/aminler, tiyoksantonlar/aminlerdir.
8. İstem 5'e uygun hidrofilik kaplama solüsyonu olup, özelliği; bahsedilen peroksitler; hidrojen peroksit, benzoil peroksit ve kümen hidroperoksittir.
9. Medikal sektöründe yer alan tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmak üzere hidrofilik kaplama solüsyonu üretim metodu olup, özelliği;

a) hidrofilik polimer ve/veya monomerin solvent içine karıştırılması,

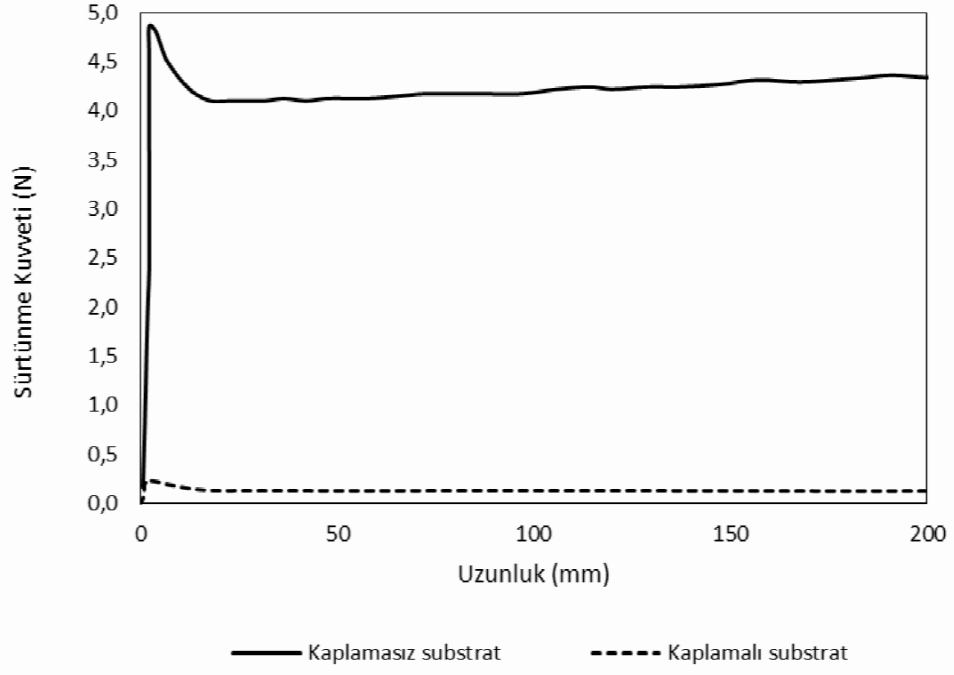
d) elde edilen solüsyona polihedral oligomerik silseskioksan eklenerek karıştırılması,

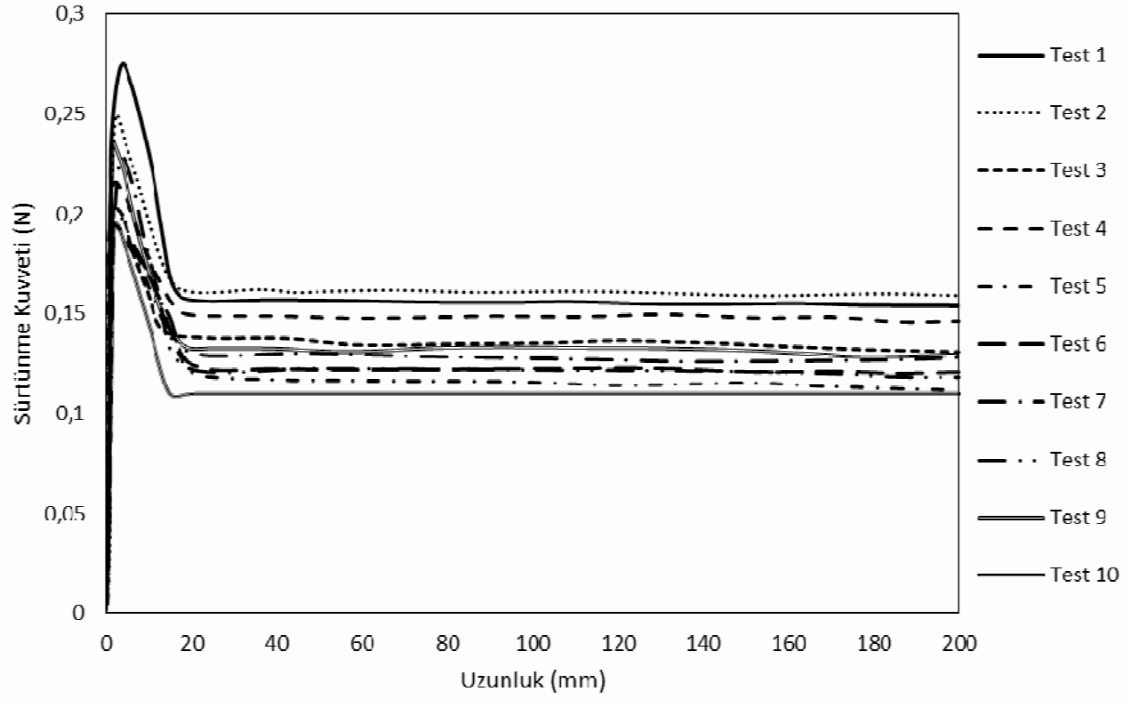
e) elde edilen solüsyona başlatıcının eklenerek karıştırılması, işlem adımlarını içermesidir.

- 5 **10.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; ağırlıkça %1-30 oranında hidrofilik polimer ve/veya monomer, %0,1-5 oranında polihedral oligomerik silseskioksan, %60-95 oranında solvent ve %0,5-20 oranında başlatıcı içermesidir.
- 10 **11.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen hidrofilik polimer ve/veya monomerin; poli(vinil alkol), polivinilpirolidon, poli(etilen oksit), akrilik asit ve metakrilikasitin homo- ve kopolimerleri, maleik anhidrit bazlı kopolimerler, poli(karboksilik asit), selüloz, heparin, poli(etilen glikol), kitosan, hyaluronik asit, kitin ve polilaktinler içeren gruptan seçilen birey veya kombinasyonlar olmasıdır.
- 15 **12.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen solvent; metanol, etanol, propanol ve bütanol gibi alkoller veya bunların karışımları, aseton, metil etil keton, tetrahidrafuran, dikolorometan, tolüen veya sudur.
- 20 **13.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen başlatıcının; Tip 1 fotobaşlatıcılar, Tip 2 fotobaşlatıcılar veya peroksitler olmasıdır.
- 14.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen Tip 1 fotobaşlatıcılar; benzoin eterler, benzil ketaller,  $\alpha$ -dialkoksiasetofenonlar,  $\alpha$ -hidroksialkilfenonlar,  $\alpha$ -amino alkilfenonlar, asilfosfinoksitlerdir.
- 25 **15.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen Tip 2 fotobaşlatıcılar; benzofenonlar/aminler, tiyoksantonlar/aminlerdir.
- 16.** İstem 13'e uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen peroksitler; hidrojen peroksit, benzoil peroksit ve kümen hidroperoksittir.
- 30 **17.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; özelliği; bahsedilen solüsyonun oda sıcaklığında ya da 40°C'ye kadar ısıtılarak hazırlanmasıdır .
- 35 **18.** İstem 9'a uygun üretim metodu olup, özelliği; bahsedilen solüsyonun tamamen şeffaf hale gelene kadar karıştırılmasıdır.

**ÖZET****Fonksiyonel Nanoparçacık İçeren Hidrofilik Kaplama Solüsyonu ve Üretim Yöntemi**

- 5 Buluş, özellikle medikal sektöründe üriner, gastrointestinal (endoskopi, kolonoskopi vb.) ve kardiyovasküler kateterler; kılavuz teller, implantlar, stentler, enjektörler ve membranlar gibi vücut içi uygulamalarda kullanılan birçok tıbbi cihaz ve aletlerin yüzeylerine yüksek kayganlık özelliğinin kazandırılması amacıyla en az bir hidrofilik polimer ve/veya monomer, başlatıcı, solvent ve biyo uyumlu fonksiyonel nanoparçacık POSS (polihedral oligomerik silseskioksan)
- 10 içeren hidrofilik kaplama solüsyonu ve üretim yöntemi ile ilgilidir.

**Şekil 1**

**Şekil 2**