



IV. ULUSLARARASI LİF ve POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU

4-5 EKİM 2018

Bursa Uludağ Üniversitesi,
Prof.Dr. Mete Cengiz Kültür Merkezi



BİLDİRİ KİTAPÇIĞI
BOOK OF PROCEEDINGS

www.uludag.edu.tr/ulpas

*Bu kitabın baskı versiyonu bildirilerin tam metinlerini içermektedir.
E-kitaba www.uludag.edu.tr/ulpas adresinden ulařılabilir.*

*This printed book contains the full texts of the papers presented at the symposium. The pdf vierson
of the Book of Proceedins will be downloaded from the web site www.uludag.edu.tr/ulpas.*

Ekim 2018

ISBN 978-975-61-49-88-1

Editörler

Prof. Dr. Yusuf ULÇAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

Dr. Öğretim Üyesi Ali KILIÇ

Dr. Öğretim Üyesi Şule SELÇUK

Yayın Sahibi

Bursa Uludağ Üniversitesi

5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu hükümlerine göre Bursa Uludağ Üniversitesi'nin izni alınmadan bu eserin herhangi bir bölümü veya tamamı iktibas edilemez. Fotokopi veya diğer herhangi bir surette çoğaltılamaz, basılamaz ve dağıtılamaz.

Bu eser para ile satılmaz.

Sayfa ve Kapak Tasarım / Baskı

Bursa Uludağ Üniversitesi Basımevi Müdürlüğü

Bursa-2018

Telefon: (224) 294 05 30 - 294 05 32

Belgegeçer: (224) 294 05 31

E-posta: basimevi@uludag.edu.tr

T.C. Bursa Uludağ Üniversitesi Yayımıdır.

Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (4 : 2018 : Bursa)

4. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu : 4-5 Ekim 2018 / editörler Yusuf Ulçay...[ve başkaları]

1. Tekstil lifleri—Türkiye—Kongreler 2. Polimerler—Türkiye—Kongreler I. Ulçay, Yusuf

677.02832009561 U18d 2018

ISBN 978-975-61-49-88-1

Organizasyon ve Bilim Komitesi / Organization and Scientific Committee

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Ali DEMİR, ITU
Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA
Prof. Dr. Ömer Berk BERKALP, İTÜ
Prof. Dr. Hüseyin KADOĞLU, Ege Üniv.
Prof. Dr. Mustafa ÖKSÜZ, Yalova Üniv.
Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, BTU
Prof. Dr. Sinan ŞEN, Yalova Üniv.
Assoc. Prof. Dr. Mohammad JAWAID, UPM, Malaysia
Assoc. Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, BTU
Assoc. Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER, BTU
Assoc. Prof. Dr. Funda CENGİZ CALLIOĞLU, SDU
Assoc. Prof. Dr. Atilla TAŞDELEN, Yalova Üniv.
Assist. Prof. Dr. Şule SELÇUK, ITU
Assist. Prof. Dr. Ali KILIÇ, ITU
Assist. Prof. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir OGU
Assist. Prof. Dr. Tamer HAMOUDA, National Science Foundation, Egypt
Assist. Prof. Dr. Ahmed HASSANIN, Egypt Japan University, Egypt
Assist. Prof. Dr. Abdelrahman ABDELGA WAD, NCSU, USA
Assist. Prof. Dr. M. Arif KAYA, Yalova Üniv.
Assist. Prof. Dr. Aylin TOPRAKÇI, Yalova Üniv.
Assist. Prof. Dr. Ozan TOPRAKÇI, Yalova Üniv.

Bir yılda ikincisi: 4. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu

3. ULPAS'ı 8-9 Mart 2018'de yine Bursa'da X. Uluslararası Ar-Ge Proje Pazarı ile eş-zamanlı ve eş-mekanlı olarak BUTEKOM'da yapmıştık. 60'a yakın bildirinin sunulduğu sempozyumun başarı katılımcıları heyecanlandırmış ve ilkbahar ve sonbahar'da olmak üzere yılda iki kez yapılması önerilmişti. İşte bu öneri doğrultusunda Bursa Uludağ Üniversitesi'nin ev sahipliğinde 2018 yılının ikinci lif ve polimer araştırmaları sempozyumunu 4-5 Ekim 2018'de yapıyoruz. Bu sempozyuma katkı veren tüm araştırmacılarımıza gönülden teşekkür ediyoruz.

Bu sempozyumda ilk defa oturumları konulara göre düzenlemeye gayret ettik;

- **İşlevsel Polimer ve Lifler:** Polimerlerde yapılan değişiklikler ve katkılıandırmalar ile yeni işlevlerin ortaya çıkarılması,
- **Nanolifler:** Son yıllarda çok sayıda araştırmacının ilgi alanı olan nanoliflerin üretimi, işlevselleştirilmesi ve uygulama alanlarının geliştirilmesi,
- **Kompozitler:** Gerek takviye malzemesi olarak gerekse de dolgu malzemesi olarak polimerlerin kompozitlerde kullanımı her zaman geliştirilmeye açık bir alan,
- **Lif ve Kumaş:** Gerek tek bileşenli gerekse de bi-komponent liflerin farklı uygulamalar için geliştirilmesi ile kumaş özelliklerinin polimerler ile iyileştirilmesi,
- **Terbiye:** Çevreye duyarlı polimer esaslı terbiye malzemelerinin geliştirilmesi.

Bu sempozyum ULPAS geleneğinde yeni bir çığır açıyor. Sempozyum kapsamında ülkemizin en modern ve gelişmiş iki polyester iplik üreticisine (Korteks ve Polyteks) teknik gezi düzenliyoruz. Öncelikler bu iki değerli firmamıza kapılarını açtıkları için teşekkür ediyoruz. Bu sayede lif ve polimer araştırmacıları gerçek dünyada polyester lifinin nasıl üretilip şekillendirileceğini görme fırsatını yakalayacaklar. Ama aynı zamanda da bu iki firmanın teknik personeli lif ve polimer araştırmacılarıyla yakından tanışarak yeni ve farklı araştırma ve geliştirme faaliyetlerini tetikleme fırsatları yakalayacaklar. Bu teknik gezilerin ULPAS'larda geleneksel hale geleceğini düşünüyoruz.

Bu Bildiriler Kitabı sempozyum esnasında katılımcıların elinde olduğu gibi sempozyum internet sayfası (www.uludag.edu.tr/ulpas) adresinden şimdiye kadar yapılmış olan sempozyumların bildiriler kitabı ile birlikte de her zaman erişebilecektir.

Şimdiye kadar olduğu gibi bu 4. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu'nun da başarılı, katılımcılar için yararlı ve ülkemiz için katkı verici olacağını inancımız tamdır.

Lif ve Polimer Araştırmaları Enstitüsü adına

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

***Second Symposium in a Year: 4th International Fiber and Polymer Research Symposium
(4th IF&PRS)***

The 3rd International Fiber and Polymer Research Symposium was held on 8-9 March 2018 at BUTEKOM-Bursa during the Xth International R&D Brokerage Event. With more than 60 papers presented, the symposium has generated great enthusiasm and courage. As a result of this well acceptance of the attendants, the committee has agreed to hold the symposia in Spring as well as Autumn in 2018. With the support and sponsorship of Bursa Uludag University, we are having the second fiber and polymer research symposium in 2018 on 4-5th October 2018. We are thankful to all those who have contributed to the success of this symposia.

As the first time, this symposium is organized with sessions classified according to the following subjects;

- **Functional Fibers and Polymers:** With the help of additives and modifications polymers and fibers obtain novel characteristics and functions,
- **Nanofibers:** This is the research area where most of the recent polymer and fiber research has been focused. Development of novel nanofiber production methods, functionalization of nanofibers, and development of new application areas are the hot topics.
- **Composites:** The use of polymers in composites as both filling material as well as reinforcement is a research area for a long time to come.
- **Fiber and Fabrics:** Research and development in the field of fiber and fabrics is an integral part of this symposium. Mono- and bi-component fibers for functional applications will be a value-adding subject. Fabric modification by polymers is also another issue of interest.
- **Finishing:** In order to preserve the environment, fibre and polymer researchers are taking responsibility to develop environmental friendly finishing chemicals and processes.

The 4th IF&PRS is starting a pioneering novelty in symposium organizations. There will be two technical and industrial visits in the symposium program. The largest and most advanced polyester filament yarn manufacturers in Turkey (Korteks and Polyteks) will open up their doors to the 4th IF&PRS attendants. We are especially grateful to both Korteks and Polyteks for opening their doors to researchers. These visits will give the fiber and polymer researchers the great opportunity to see the polyester filament manufacturing installations. After each visit, there will also be opportunity to discuss the possible areas of research interest between the technical staff of both companies and the symposium researchers. We believe that such technical visits will be a tradition in the future IF&PRS.

This Book of Proceedings will be printed and available at the symposium. However, it can also be downloaded from the symposium web site (www.uludag.edu.tr/ulpas) together with all the previous symposia proceedings.

As we have experienced so far, we believe that this 4th IF&PRS will also be another success story for all those who have attended as well as our beloved city for Bursa as well as our country:

On behalf of the Fiber and Polymer Research Institute

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMIR

İÇİNDEKİLER

| | |
|--|----|
| UHMWPE Coating on Anodic Oxidized Ti6Al4V Alloy <i>Gözde ÇELEBİ EFE, Elif YENİLMEZ, İbrahim ALTINSOY, Serbülent TÜRK, Cuma BINDAL</i> | 1 |
| Manyetik özelliğe sahip fonksiyonel polimerlerle Sentetik Asit Red 114 boyasının sulu çözeltilerden uzaklaştırılması ve fizikokimyasal parametrelerin incelenmesi <i>Şahin ÖZEL, Ali KARA</i> | 2 |
| Development of Multi-functional Polyimide Coated Fabrics <i>Ayşe S. HICYILMAZ, ALTIN Yasin, BEDEOĞLU C. Ayşe</i> | 4 |
| Paketleme Tekstillerinde Kullanılan Polipropilen Spunbond Dokusuz Yüzeylerde Hava Geçirgenliği Ve Yırtılma Mukavemetinin İncelenmesi <i>Dilan Canan ÇELİKEL, Seval UYANIK</i> | 6 |
| Alg Kökenli Glikoz Kullanılarak Bakteriyel Selülozun Üretimi <i>Hüma UZYOL KURTOĞLU, Melek SAÇAN TÜRKER</i> | 9 |
| Nişasta Esaslı Yerli Gıda Ambalajı Üretimi <i>Özge KAVÇAK, Ayşe KALEMTAŞ</i> | 12 |
| Tek Duvarlı Karbon Nanotüp (SWCNT) Katkılı Epoksi Kompozitlerin Geliştirilmesi ve Kırılma Tokluğunun İncelenmesi <i>Zeynep AY, Metin TANOĞLU</i> | 15 |
| Smart SMPU Composite Nanofibrous Structures Stimulated by Both Temperature and Moisture <i>Nazife KORKMAZ MEMİŞ, Sibel KAPLAN</i> | 18 |
| Tekstil Sektörüne Yönelik Olarak Kompozit Malzemelerin Geliştirilmesi <i>Ceren TÜRKDOĞAN, Hatice SANDALLI, Hakan Asim ŞENSOY, Derya BEDAVALAR MUTLU, Metin TANOĞLU</i> | 21 |
| Filament Sarım Tekniği ile Üretilen Farklı Tip Fiber ve Konfigürasyona Sahip Silindirik Kompozit Yapıların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi <i>Mustafa AYDIN, Hikmet Sinan ÜSTÜN, Osman KARTAV, Serkan KANGAL, Metin TANOĞLU</i> | 25 |
| Kumaş Fiziksel Özellikleri Bazında Yırtılma ve Kopma Mukavemeti Arasındaki İlişki <i>Fatma Nur PARIN, Asuman KANBER, Kenan YILDIRIM</i> | 29 |
| Sarımsak Yağı ve Sodyum Aljinat Kullanılarak Antimikrobiyal Film Üretimi <i>İrem DOKUZLU, Ayşe KALEMTAŞ</i> | 33 |
| Aljinat Esaslı Kompozit Kürelerle Fosfat Giderimi <i>Okan KARATAŞ, Mehmet İŞLEYEN, Ahmet AYGÜN, Ayşe KALEMTAŞ</i> | 36 |
| Sulardan Katyonik Boyaların Gideriminde Kullanılan Polimer Kompozitler <i>Sevgi SÖZÜGEÇER, Ali KARA</i> | 39 |
| Conductivity Enhancement of PEDOT: PSS for Transparent Electrode Studies <i>İsmail BORAZAN, Ayşe BEDELOĞLU, Ali DEMİR</i> | 41 |
| Deposition of Cu-BTC on Cotton Fabric for Sensor Application <i>CEMAL GÜNER, FEHİME ÖZKAN</i> | 45 |
| Production of Silica Nanofibers via Centrifugal Spinning Method <i>Beyza Nur TEPEKİRAN, Mehmet ÇALIŞIR, Ali KILIÇ</i> | 48 |
| İndirgenmiş Grafen Oksit Katkılı Piezoelektrik Nanojeneratörler <i>Ömer Faruk ÜNSAL, Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU</i> | 50 |

| | |
|---|----|
| Nanolif Esaslı Aerosollere Karşı Koruyucu Yüz Maskesi Geliştirilmesi <i>Yusuf KESKİN, Ali DEMİR, Gülbahar SAAT, Zülfiye AHAN</i> | 53 |
| Yara Örtüsü Uygulamaları için Jelatin/CMC Köpük Üretimi <i>Çiğdem TAŞDELEN YÜCEDAĞ, Emine CANBAY, Melike GÜNGÖR, Merve Nur SAĞIRLI, Ali KILIÇ</i> | 56 |
| Elektro Lif Çekim Yöntemi ile Poli(akrilonitril) (PAN) ve Poli(etilen glikol) (PEG) Karışımı ile Lif Oluşumunun İncelenmesi ve Isıl Enerji Depolamada Faz Değişim Maddesi (FDM) Olarak Kullanılması <i>Özgül GÖK, Cemil ALKAN, Derya KAHRAMAN DÖĞÜŞCÜ</i> | 58 |
| Design of Face Masks with Metal Oxide Decorated Nanofiber Layer for VOC Protection <i>Ali DEMİR, Tugba BAYSAL</i> | 61 |
| Bikomponent Liflerde Dış Polimer Miktarının Temas Noktası Bağlantı Dayanımına Etkisi <i>Fatih SÜVARİ</i> | 64 |
| Akrilik Filament İpliğin Tekstüre Edilebilirliğinin İncelenmesi <i>Aras MUTLU, Ali DEMİR</i> | 66 |
| Vortex Örme Kumaşların Hava Geçirgenliği Üzerine Lif Cinsi, Karışım Oranı ve Kumaş Sıklığının Etkileri <i>Seval UYANIK, Pınar DURU BAYKAL</i> | 69 |
| Farklı Örgü ve Atkı Sıklığındaki Su İtici Pamuklu Dokuma Kumaşların Su Geçirgenlik-Temas Açısı İlişkisinin Değerlendirilmesi <i>Ali ÖZSEVİNÇ, İlhan ÖZEN</i> | 73 |
| Aljinat-Kitosan Kompozit Kürelerle Kırmızı Boya (Red S2B) Giderimi <i>Elif KOÇ, Mehmet İŞLEYEN, Gülsüm AYDIN, Ayşe KALEMTAŞ</i> | 76 |
| Pamuklu Kumaşa Sol-Gel Yöntemi ile Alev Geciktirici Özellik Kazandırılması <i>Esra GELGEÇ, Filiz F. YILDIRIM, Sultan ARAS, Perinur KOPTUR, Şaban YUMRU, Mustafa ÇÖREKCİOĞLU</i> | 80 |
| Silver Nanoparticles Deposited TiO₂ for Super-Hydrophobic Surface Fabrication on Fabric <i>Hakan GÖRGÜLÜER, Bekir ÇAKIROĞLU, Mahmut ÖZACAR</i> | 83 |
| Viskon, Pamuk ve Poliester Kumaş Türlerinde Pilling Değerlerini İyileştiren ve Kumaşlara Yumuşak Tuşe Veren Fonksiyonel Polimerler ile Tekstil Uygulamaları <i>Burcu BÜYÜKKORU, Ali KARA, Ömer Nafi YAVUZ</i> | 85 |
| Yanması Geciktirilmiş Gözenekli Polimerik Malzeme Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu <i>Fatma Nur PARIN, Kenan YILDIRIM, Hasan YÖRÜK</i> | 89 |
| Use of Activated Carbon Nanofibers for Face Mask Applications <i>Ali DEMİR, Zülfiye AHAN</i> | 92 |
| Acquiring Antibacterial and Hemostatic Properties for Polypropylene Nonwovens via Layer-by-Layer Surface Modification Using Soybean Protein <i>Abdelrahman M. Abdelgawad, Consuelo Fritz, Orlando J. Rojas</i> | 95 |

UHMWPE Coating on Anodic Oxidized Ti6Al4V Alloy

ÇELEBİ EFE, Gözde^{1,2*}, YENİLMEZ, Elif¹, ALTINSOY, İbrahim¹, TÜRK, Serbülen², BINDAL Cuma^{1,2}

¹ Sakarya University, Engineering Faculty, Department of Metallurgy and Materials Engineering, Esentepe Campus, 54187 Sakarya-Turkey

²Sakarya University, Biomedical, magnetic and semi conductive materials research center (BIMAS-RC) Esentepe Campus,54187 Sakarya-Turkey,
*gcelebi@sakarya.edu.tr

Abstract

Titanium and its alloys are widely used in many biomedical and industrial applications due to their high specific strength, corrosion resistance and biocompatibility [1-2] via formation of a natural TiO₂ oxide film at room temperature. In this study it is aimed to improve surface properties of Ti6Al4V alloy by coating with Ultra-high molecular weight polyethylene (UHMWPE) film over porous TiO₂ layer which was formed by the simplest and the most economical method of anodic oxidation among the other coating methods [3]. Anodic oxidation was carried out in the electrolyte consists of H₃PO₄, H₂O₂ solution, at a constant voltage of 25V for 120 minutes using a stainless steel as the cathode while a polished Titanium sample was used as the anode. Surface coating with UHMWPE thin film, onto anodic oxidized Ti6Al4V alloy was performed by dip coating method. Among the other polymers UHMWPE has superior properties due to high wear resistance, low friction coefficient, relatively good thermal stability, low toxicity, chemical inertness and biocompatibility [4- 8]. The surface morphology and phase analysis of the coated surface was analyzed by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD) and Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM), The surface wettability was also studied to evaluate the hydrophilicity. It was observed that oxide coating consisting of rutile (TiO₂) phases has a hardness of 500HVN and the average thickness of 1500 nm. Fig. 1 shows the surface FE-SEM micrograph of the UHMWPE coated Ti6Al4V alloy. The typical crystalline phases of UHMWPE coating confirmed by Raman are centered at 1064, 1130, 1297 and 1414 cm⁻¹, respectively.

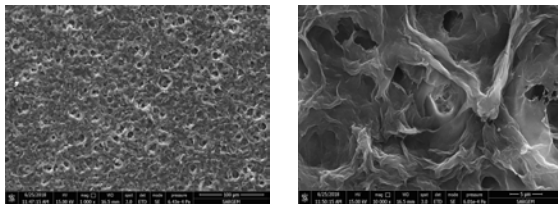


Fig.1. FESEM images of UHMWPE coated Ti6Al4V alloy.

REFERENCES

- [1] Liu, X., Chub, P. K, Dinga C. 2004. “Surface Modification of Titanium, Titanium Alloys, and Related Materials For Biomedical Applications”, *Materials Science and Engineering R* 47, 49–121.
- [2] Cely, M., Alejandro, M., Estupiñan, H., Yesid Peña, D. 2014. “Microstructure Characterization and Tribological Behavior of Anodized Ti6Al4V Alloy” *Ingeniería Y Competitividad*, 16, 1, 295 - 305.
- [3] Vera, M., Rosenberger, M.R., Schvezov, C. E., and Ares, A. E. 2015. “Fabrication of TiO₂ Crystalline Coatings by Combining Ti6Al4V Anodic Oxidation and Heat Treatments”, *International Journal of Biomaterials*, Article ID 395657, 9 pages.
- [4] Ceylan , Y., Yumurtaci Aydogmus , H., Usta, K., A. Usta , Ceylan, N., Yilmaz. H., 2016. “Analysis of Poly(2-Hydroxyethyl Methacrylate)-Copoly(4-Vinyl Pyridine) Copolymers [Cop2,4] Irradiated: An Epr Study”, *Acta Physica Polonica A*, 130, 167- 171
- [5] Turell, M. B., Bellare, A. 2004. “A Study of the Nanostructure and Tensile Properties of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Biomaterials”, *biomaterials*, 25, 3389–3398.
- [6] Khasraghi, S. S., Rezaei, M., Razavi, M. K., 2011. “Melt-crystallization behavior and non-isothermal crystallization kinetics of UHMWPE/HDPE/MWCNTs nanocomposite”, *Proceedings of the Polymer Processing Society Asia/Australia Regional Meeting (PPS-2011)*, November 15-17, Kish Island (Iran)
- [7] Aoike, T., Yokoyama, D., Uehara, H., Yamanobe, T., Komoto, T. 2007. “Tribology of ultra-high molecular weight polyethylene disks molded at different temperatures”, *Wear*, 262, 742-748.
- [8] Sagbasi, B., Durakbasa, M. N. 2014. “Surface Texturing of Vitamin E Blended UHMWPE for Reduction of Wear”, *Acta Physica Polonica A*, 125, 481- 483.

Manyetik özelliğe sahip fonksiyonel polimerlerle Sentetik Asit Red 114 boyasının sulu çözeltilerden uzaklaştırılması ve fizikokimyasal parametrelerin incelenmesi

ÖZEL, Şahin¹ KARA, Ali²,

¹Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü
sahinozel@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada yüksek adsorplama kapasitesine manyetik mikro küreler sentezlemek. Sentezlenen bu kompozit malzemelerle sulu çözeltilerden seçimli adsorpsiyonla boyarmaddeleri uzaklaştırmak amaçlanmaktadır.

GİRİŞ

Tekstil endüstrisinde salınan atık suların büyük bir çoğunluğunu azo grubu içeren boyarmaddeler oluşturmaktadır. Bu azo boyarmaddeler, aerobik degradasyona karşı oldukça dirençlidirler ve degradasyon ürünleri oldukça tehlikelidir. Klasik arıtma yöntemleri, boyarmaddelerin atık sulardan uzaklaştırılmasında yetersiz kalmakta veya bu boyarmaddeleri bir fazdan ikinci bir faza taşıyarak daha tehlikeli yan ürünler oluşturmaktadırlar. Bu nedenle, çevre kirliliğine yol açan ve insan sağlığını tehdit eden boyarmaddelerin sulardan uzaklaştırılmasında alternatif yöntemlere ihtiyaç duyulmaktadır.

Atık sulardaki boyarmaddelerin adsorpsiyonu ve dekolizasyonu için alternatif bir yöntem olan manyetik özelliğe sahip polimer mikro kürelerle reaktif ve sentetik Asit Red 114 (AR 114) azo boyarmaddesinin giderimi amaçlanmaktadır.

Optimum adsorpsiyon koşullarını belirlemek için başlangıç pH değeri, boyarmadde konsantrasyonu, adsorban konsantrasyonu gibi farklı parametreler kullanılarak belirlenecektir.

Organik kirleticiler sularda çok düşük konsantrasyonlarda bulunurlar [1]. Atık sulardaki bu asidik boyarmaddeler oldukça toksiktir ve dayanıklı yapılarından dolayı, klasik ayırma teknikleriyle giderimi oldukça zordur [2].

Adsorpsiyon yöntemleri haricindeki ayırma işlemleri hem pahalıdır hemde düşük konsantrasyonlarda verim göstermezler. Bu yüzden adsorpsiyon prosesleriyle yapılan ayırma işlemleri basit ve kolay uygulanabilen yöntemlerdir. Ve diğer yöntemler arasında adsorpsiyonla boya gidermek sıkça tercih edilen bir ayırma tekniğidir.

DENEYSEL

Malzeme

Nitrik asit

Merck

Sodyum hidroksit

Merck

Etilenglikoldimetakrilat (EG)

Merck

Poli (vinil alkol) (PVA; MA: 72.000, %98 hidrolize edilmiş)

Merck

Manyetit(Fe₃O₄,20-30nmçapında) Sigma-Aldrich

Toluen

Merck

Etil Alkol

Merck

UV-vis.(Hach Lange Dr 5000)

spektrofotometresi.

SEM (Carl Zeiss Evo 40, Cambridge, İngiltere)

Vinil Piridin (VP)

Merck

Benzoil peroksit

Merck

YÖNTEM

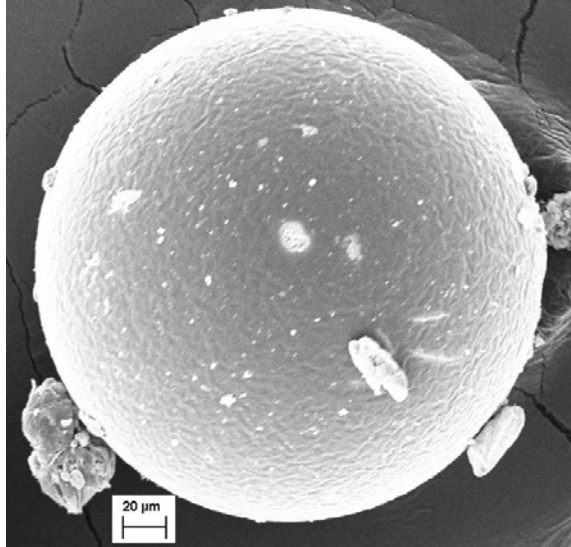
Manyetik poli(EG-VP) mikroküreleri, Vinil piridin (VP) ve etilenglikoldimetakrilat (EG) monomerlerinin süspansiyon polimerizasyon yöntemiyle elde edildi. Manyetik poli(EG-VP) kürelerinin sentezinde kullanılan bu yöntemde organik faz ve dispersiyon fazı yer almaktadır. Dispersiyon fazı; 50 ml saf suda PVA stabilizöründen 0.2 gramının karıştırıcılı ısıtıcıda çözünmesiyle oluşturulmuştur. Organik faz ise; 0,1 g başlatıcı benzoil peroksit 10 mL gözenek yapıcı toluende 5 dakika karıştırılarak çözünmesi sağlanıp 5,0 mL çapraz bağlayıcı EG ve 3,4 mL VP monomeri eklenerek homojen faz elde edilinceye kadar karıştırılıp hazırlanmıştır. 65°C sabit sıcaklıkta, kapalı silindirik pyrex camdan yapılmış polimerizasyon reaktöründe (Electromantle Ceketli Isıtıcı, İngiltere) manyetik karıştırıcı yardımıyla sistem karıştırılarak sırasıyla dispersiyon fazı, 0,5 g manyetit organik faza eklenerek karıştırılmıştır.

Polimerizasyon, 65°C sıcaklıkta 4 saat, 75°C sıcaklıkta 800 rpm karıştırma hızında sürdürüldü. Belirtilen süre sonrasında dispersiyon fazı dekante edildi. Elde edilen polimer mikroküreler, su ve etil alkol karışımında iki gün bekletildi. Sıvı karışım dekante edildi. Tepkimeye girmeyen monomer veya çözücünün uzaklaştırılması için polimer mikroküreler su ve etil alkolle yıkandı. Yıkama işleminden sonra da polimer mikroküreler süzülüp vakum etüvünde 70°C sıcaklıkta 48 saat süre ile kurutuldu.

m-poli(EG-VP) mikrokürelerinin yüzey yapısı, yüksek büyütme sağlaması nedeniyle taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Carl Zeiss Evo 40, Cambridge, İngiltere) ile incelendi. Mikroküreler öncelikle, iletken bir yapıştırıcı yardımıyla SEM plakası üzerine yerleştirildi. Daha sonra, mikrokürelerin yüzeyi vakum altında 200 Å kalınlığında metalik altın ile kaplanarak iletken hale gelmesi sağlandı ve nümune SEM cihazının örnek yuvasına yerleştirilerek fotoğrafları çekildi. Adsorpsiyon çalışmaları AR 114 sulu çözeltileriyle yapılmıştır. Adsorpsiyon, çalışmaları için optimum koşullar belirlenerek uygun izoterm modeli önerilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

m-poli(EG-VP) mikrokürelerinin yüzey morfolojisi, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülendi. Sentezlenen bu mikroküreler için elde edilmiş olan SEM görüntüsü ve m-poli(EG-VP) mikrokürelerinin küresel yapısını göstermektedir.



Şekil: m-poli(EG-VP) mikrokürelerinin SEM görüntüsü

Maksimum adsorpsiyon miktarı pH 2-12 arası yapılan çalışmada pH 3'te olduğu görüldü. Başlangıç konsantrasyonu 50 ppm iken adsorpsiyon miktarı pH 3'de 27,50mg/g olarak elde edildi. Adsorpsiyon ise dengeye 80 dakikada gelmiştir.

Adsorpsiyonun hangi izoterm uygunluk gösterdiğini belirlemek için Langmuir ve Freundlich adsorpsiyon izoterm modelleri kullanıldı ve adsorpsiyonun Langmuir izoterm modeline uygun olduğu görüldü.

GENEL SONUÇLAR

m-poli(EG-VP) mikroküreleri; etilen glikol dimetakrilat (EG), Vinil piridin (VP), başlatıcı benzoil peroksit ve stabilizör poli(vinil alkol) (PVA) kullanılarak süspansiyon polimerizasyonu yöntemiyle sentezlenmiştir.

Sentezlenen manyetik polimerik mikro kürelere (AR 114) boyar maddesinin adsorpsiyonu sonucunda Langmuir izoterm modeline uygun olduğu görülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sentezlenen polimerlere fotokatalitik özellik kazandırılarak adsorpsiyon, desorpsiyon kinetiği ve fotokatalitik degradasyon çalışmalarını yapılması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

KAYNAKLAR

- [1] Verschueren, K., (1983). Handbook of Environmental Data on Organic Chemicals, Second Edition, Van Nostrand Reinhold Company, New York.
- [2] Removal of basic yellow dye from aqueous solutions by sorption onto reed as an adsorbent F. Boudrahema,*, F. Aissani-Benissada, A. Soualhb Desalination and Water Treatment, 54:6, 1727-1734
- [3] Matthews, R.W., Ollis, D.F. ve Al-Ekabi, H., (1993). "Photocatalytic Purification and Treatment of Water and Air:in", Elsevier Science Publishers, 121-138.
- [4] Muruganandham, M. ve Swaminathan, M. (2004). "Solar photocatalytic degradation of a reactive azo dye in TiO2-suspension", Solar Energy Materials & Solar Cells, 81:439-457.

Development of Multi-functional Polyimide Coated Fabrics

HICYILMAZ S. Ayse¹, ALTIN Yasin², BEDEOGLU C. Ayse³

¹⁻²Bursa Technical University, Department of Fiber and Polymer Engineering, Bursa, TURKEY
ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

AIM

The aim of this study to develop multi-functional fabrics for protection textile area. Cotton and polyester fabrics coated with polyimide and this application provide non-wetting surface, acid resistant, and flame retardancy property to the fabrics.

INTRODUCTION

Textile products have wide applications from houses to industrial textiles. Especially technical textiles make easier our lives. Protecting textile products are using against fire, chemicals, UV-lights or physical impacts etc. There are several studies about developing technical textiles. In this study, we have used a high-performance polymer to develop multi-functional technical textile. Polyimide is a high-performance polymer that has high-temperature resistance, high heat conductivity, high LOI value¹. Also, polyimide is resistant to the chemicals and an inert polymer. In the literature, polyimide was studied as coating or film and composites.²⁻⁴ Polyimide is produced in two-step process. First polyamic acid synthesis by the polycondensation reaction, the second step is high-temperature imidization reaction.⁵ Studies about polyimide coating focused on the high-temperature resistant materials such as steel, carbon fiber, kevlar vs. due to imidization process.^{4, 6, 7} There is limited study about polyimide coating on the polyester and cotton fabric to obtain protecting textile products. In this study, we made optimizations about imidization temperature and time to use polyester and cotton fabric as substrate material. The aim of this study to obtain flame retardant, chemical resistant and non-wetting polyester and cotton fabrics by coating with polyimide. Developed polyimide coated fabrics could be used in fire protection clothes, blankets, employee garments, gloves or protection layer in automotive, aircraft products.

EXPERIMENTAL

Materials

Pyromellitic dianhydride (PMDA), 4,4'-oxydianiline (ODA) and dimethylacetamide (DMAc) were purchased from Sigma Aldrich Chemical Company and used as is. Weaved polyester and cotton fabric used as is.

Method

0,025 mole ODA was dissolved in DMAc and bubbled with N₂ (g) to eliminate O₂. PMDA was mixed with DMAc. 0.024,5 mole PMDA mixture was added to ODA solution dropwise. Total monomer concentration was fixed to 20 % (wt monomer/wt solution). The reaction was conducted N₂ media and vigorous mixing. The reaction temperature was fixed to 0-10 °C. After 24 hours yellow, viscous polyamic acid (PAA) solution was obtained.

Polyester and cotton fabrics were dipped in PAA solution than padded through the padder to obtain a uniform coating. This process conducted twice for each fabric. Then the solvent was evaporated for 24 hours at room temperature. Fully dried coated fabrics were dipped in PAA solution, excess solution was removed with padder.

Imidization reaction of polyamic acid coated polyester and cotton fabrics was conducted in 200 °C oven for 12 hours. Yellow fabrics turned into brown color after imidization reaction.

EXPERIMENTAL RESULTS / DISCUSSION

The chemical structure of the synthesized polymer and coated fabrics characterized by FT-IR analysis. Coating effect is clearly observed in IR spectrums of the coated cotton and polyester fabrics. Characteristic peaks of polyamic acid were observed at 1718 cm⁻¹ (C=O of carboxylic acid), 1710 cm⁻¹ (C=O of amide) and 1603 cm⁻¹ (C=C of ketone) on IR spectrum of coated cotton and 1610 cm⁻¹ (C=C of ketone), on the IR spectrum of coated PET fabrics. Also, the characteristic peaks of imide structure clearly observed at 1777,60 cm⁻¹ (C=O of conjugate anhydride) cm and 1350 cm⁻¹ (C-N of aromatic amine) on IR spectrums of both cotton and polyester fabrics. That results proved that coating and imidization processes conducted successfully.

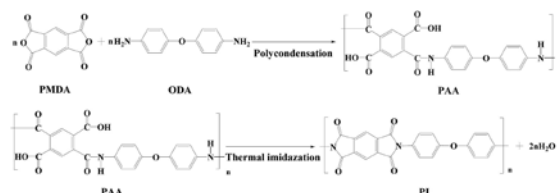


Figure 1. Polyamic acid synthesis and imidization reaction mechanism⁸.

Wettability of the coated fabrics was studied with contact angle measurements by using Attension Theta Lite contact angle meter. While non-coated polyester and cotton fabrics have not contact angle due to hydrophilic structure, polyimide coated polyester and cotton fabrics have 112° contact angle, in average. Non-wetting cotton and polyester fabrics obtained with polyimide coating.

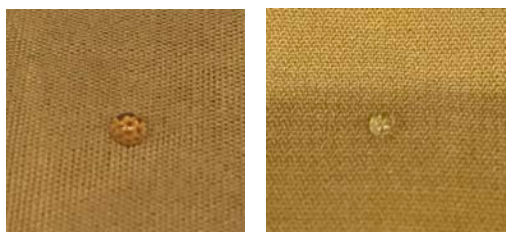


Figure 2. Non-wetting polyimide coated cotton (left) and polyester (right) fabrics.

Acid resistance of the polyimide coated fabrics was studied with chemical resistance test according to ASTM 543-87. Samples were waited in deionized water, 10% HCl and 40% HNO₃ solutions for 24 h. Than weight losses were measured. There are no degradation for PI coated cotton and polyester fabrics. Polyimide coating is resistant to acids.

Flame retardancy tests were conducted according to the modified UL-94 standard test method. Non-coated cotton and polyester fabrics burned and turned into ash. Also, non-coated polyester fabrics melted down while burning. The melted drops ignited cotton indicator. Afterflame is longer and afterglow time is shorter for polyimide coated cotton and polyester fabrics compared to non-coated fabrics. Moreover, polyimide coated polyester fabric did not melt down and did not ignite the cotton indicator. On the other hand, polyimide coated fabrics turned into char protecting its fabric texture.

CONCLUSION

Non-wetting with high contact angle (112°) and acid resistant polyimide coated polyester and cotton fabrics are developed. Flame retardant test results indicate 40% (wt/wt) polyimide coating on the fabrics has change burning behavior of the fabrics. Char forming and non-dripping PI coated PET and cotton fabrics developed. Developed polyimide coated fabrics could be used in fire protection clothes, blankets, employee garments, gloves or protection layer in automotive, aircraft products.

FUTURE WORK

The mechanism of non-dripping behavior of coated polyester fabric will be investigated. Mechanical strength and washing durability tests of coated fabrics will be done and improved.

REFERENCES

1. "Dupont™ Kapton® Hn Polyimide Film" Dupond. <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-HN-datasheet.pdf>, 08 September 2018.
2. Yu Z, Wang X, Wu D, 2017, "Mechanical properties, impact fracture behavior, and morphology of long-polyimide-fiber-reinforced poly (butylene terephthalate) composites". *Journal of Composite Materials*,51,24,3425-39.
3. Yano K, Usuki A, Okada A, 1997, "Synthesis and properties of polyimide-clay hybrid films". *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*,35,11,2289-94.
4. Serbezeanu D, Popa A M, Stelzig T, Sava I, Rossi R M, Fortunato G, 2015, "Preparation and characterization of thermally stable polyimide membranes by electrospinning for protective clothing applications". *Textile Research Journal*,85,17,1763-75.
5. Xu Y, Wang S, Li Z, Xu Q, Zhang Q, 2013, "Polyimide fibers prepared by dry-spinning process: imidization degree and mechanical properties". *Journal of materials science*, 48,22,7863-8.
6. Görlach B, Holweger W, 2005, "Future polyimide coatings used in high loaded bearings". *Industrial Lubrication and Tribology*, 57,5,197-201.
7. He S, Zhang S, Lu C, Wu G, Yang Y, An F, et al., 2011, "Polyimide nano-coating on carbon fibers by electrophoretic deposition". *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 381,1-3,118-22.
8. Li Y, Pei X, Shen B, Zhai W, Zhang L, Zheng W, 2015, "Polyimide/graphene composite foam sheets with ultrahigh thermostability for electromagnetic interference shielding". *RSC Advances*, 5,31,24342-51.

Paketleme Tekstillerinde Kullanılan Polipropilen Spunbond Yüzeylerin Hava Geçirgenliği ve Yırtılma Mukavemeti Üzerine Bir Araştırma

UYANIK, Seval¹, ÇELİKEL Dilan Canan¹,
¹Gaziantep Üniversitesi,
uyanik@gantep.edu.tr

AMAÇLAR

Çalışma ile paketleme ve ambalaj tekstillerinde kullanılan, farklı gramaj ve kalınlıklara sahip polipropilen hammaddeden üretilmiş spunbond yapılı dokusuz yüzeylerin yırtılma mukavemeti ve hava geçirgenliği özellikleri üzerine gramajın etkisinin ortaya konulması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Paketleme tekstilleri, endüstriyel, tarımsal, üretim vb. gibi çeşitli alanlarda kullanılan; çeşitli ürün materyalleri çevresel etkilerden korumak veya çevreyi üründen korumak, dış ortam ile irtibat derecesini istenen düzeye getirmek, istenilen şartlarda taşınması gibi amaçlarla kullanılan tekstilleri içermektedir.

Tekstil yüzeylerinin ambalaj malzemesi olarak kullanımı pamuk, keten, jüt gibi doğal liflerden elde edilen torba ve çuval yapımı ile başlamış, sentetik polimerlerin çeşitlenmesiyle birlikte polipropilen ürünlerin kullanımı yaygınlaşmıştır. Polipropilen liflerinin yüksek mukavemet, düşük yoğunluk, düşük maliyet, geri dönüştürülebilirlik ve esneklik avantajları paketleme tekstilleri alanında kullanılmasına olanak sağlamaktadır.

Dokusuz yüzeylerin kullanım alanlarının belirlenmesinde sahip oldukları fiziksel ve mekanik özellikler etkilidir. Örneğin hijyenik tekstillerde kullanılan dokusuz yüzeylerde yüksek emme kapasitesine sahip olması önem taşırken, paketleme tekstilleri için dayanımın yüksek olması, sızdırmazlık gibi özellikler aranmaktadır. Söz konusu özelliklerin tespit edilmesinde hava geçirgenliği ve yırtılma mukavemeti belirleyicidir

DENEYSSEL

Spunbond tekniği ile farklı gramajlarda polipropilen hammaddeli nonwoven yüzeyler üretilmiştir.

Yüzeylerin gramaj ve kalınlıkları sırasıyla TS EN 12127 ve TS 7128 EN ISO 5084 standartlarına göre belirlenmiştir.

Numunelerin hava geçirgenlikleri TS 391 EN ISO 9237 standardına göre Prowhite PHG-01A model dijital hava geçirgenliği test cihazında 20 cm² deney alanı kullanılarak 100 Pa basınç farkı ile mm/s cinsinden ölçülmüştür.

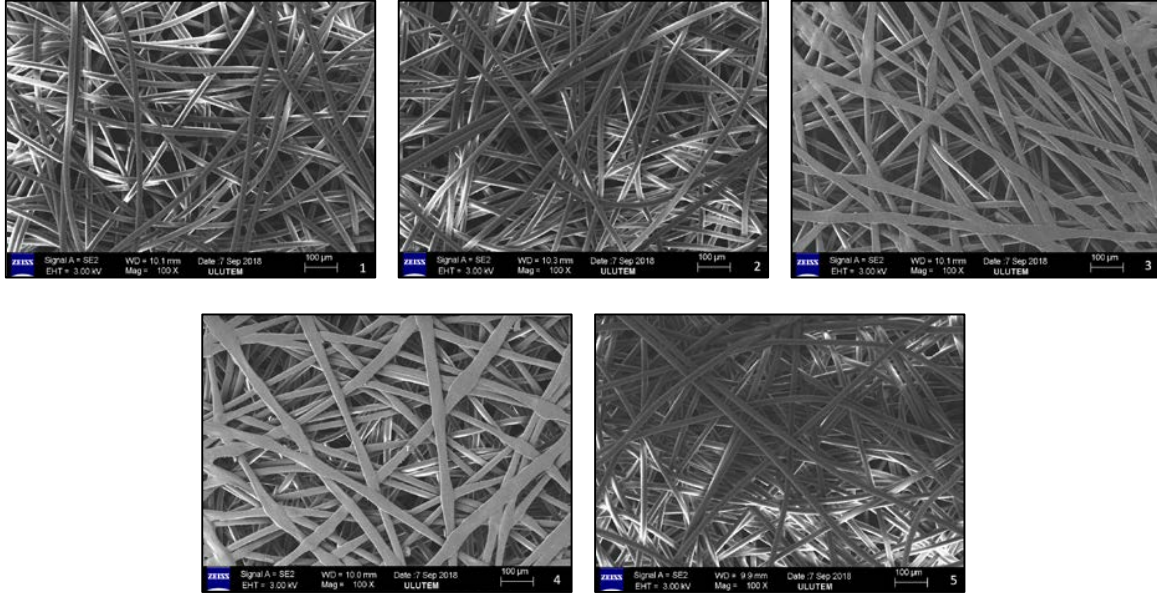
Numunelerin dinamik yırtılma mukavemetleri ise TS EN ISO 13937-1 standardı balistik sarkaç metoduna göre SDL Atlas Dijital Elmendorf mukavemet cihazı kullanılarak yapılmıştır. Her bir numuneden, liflerin yerleşim yönüne bağlı olarak makine yönü (MD) ve makine yönüne dik (CD) olarak iki farklı doğrultuda ölçümler alınarak Newton (N) cinsinden dinamik yırtılma kuvveti değerleri saptanmıştır.

Spunbond yüzeylerin fiziksel özellikleri, hava geçirgenlik ve yırtılma mukavemeti değerleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Fiziksel ve performans özellikleri

| Numune Kodu | Gramaj (g/m ²) | Kalınlık (mm) | Hava geçirgenliği (mm/s) | Yırtılma mukavemeti (N) | |
|-------------|----------------------------|---------------|--------------------------|-------------------------|-------|
| | | | | MD | CD |
| 1 | 48,04 | 0,352 | 1115,60 | 49,72 | 46,26 |
| 2 | 59,56 | 0,390 | 820,40 | 57,08 | 56,83 |
| 3 | 74,06 | 0,500 | 757,40 | 54,68 | 53,99 |
| 4 | 82,50 | 0,506 | 628,83 | 51,90 | 53,18 |
| 5 | 94,72 | 0,558 | 529,33 | 55,02 | 54,22 |

Ayrıca numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yüzey görüntüleri alınarak incelenmiştir. SEM analizi için numuneler altın-paladyum (Au-Pd) ile 2 mbar basınç ve 6-7 mA akım altında 75 sn süreyle kaplanarak iletken hale getirilmiştir. Cihazda 20, 100 ve 200 kat büyütme yapılarak görüntüler elde edilmiştir. Numunelerin 100 kat büyütülmüş SEM görüntüleri Şekil 1'de verilmiştir.



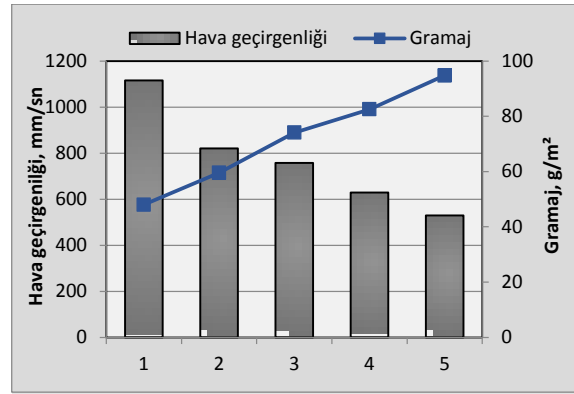
Şekil 1. 100 kat büyütülmüş SEM görüntüleri

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Numunelerin fiziksel özellikleri olan gramaj ve kalınlık değerleri Çizelge 1’den incelendiğinde numuneler açısından genel eğilimin beklendiği gibi gramajın artmasıyla kalınlık değerlerinin de artması olduğu ve buna sadece 4 nolu numunenin uymadığı belirlenmiştir. Nonwoven yüzeylerde anizotrop yapı ve düzenli bir lif dağılımı olmaması sebebiyle bu vb. durumlar gözlenebilmektedir.

Hava Geçirgenliği

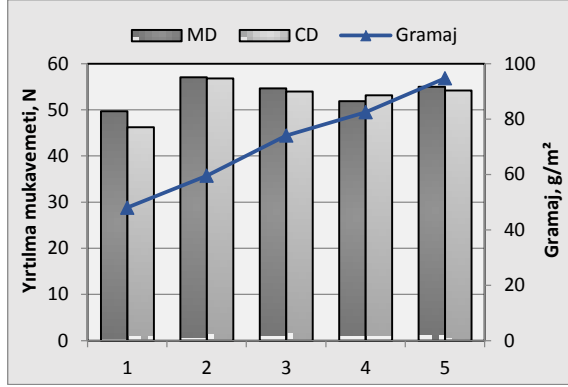
Şekil 1’de spunbond numunelerin gramaja göre gösterdikleri hava geçirgenliğini gösteren grafik verilmiştir. Grafikten çok açık bir şekilde gramajın artmasıyla hava geçirgenliğinin azaldığı görülmektedir. Ancak 1 nolu numune hariç diğer kumaşların hava geçirgenliği arasındaki farklar birbirine daha yakın iken 1 nolu numunede farkın oldukça arttığı izlenmektedir. Bu durumdan yola çıkılarak çok düşük gramajlarda hava geçirgenliğinin gramaja paralel doğrusal artış eğiliminden uzaklaşarak çok daha yüksek değerlerde gerçekleştiği söylenebilir. SEM görüntüleri incelendiğinde de 1 nolu numuneden 5 nolu numuneye doğru gramajın artmasıyla lifler arası boşlukların azaldığı görülmekte olup bu görüntüler de azalan boşlukların hava geçişini azalttığını desteklemektedir.



Şekil 2. Hava geçirgenliği

Yırtılma Mukavemeti

Numunelerin dinamik yırtılma mukavemetlerinin gösterildiği Şekil 3’teki grafikten gramajın artmasıyla mukavemet değerlerinin arttığı gözlenmesine rağmen bu artışlar gramaj artışına paralel bir şekilde gerçekleşmemiştir. Bu durumun SEM görüntülerinden de görülebileceği üzere 2 ve 3 nolu numunelerin yüzey kısmındaki liflerin kalenderleme işleminde sıcak silindir etkisiyle yapışması olduğu ve bu yapışmanın da yırtılmayı zorlaştırması nedeniyle olduğu tahmin edilmektedir. Dolayısıyla 2 ve 3 nolu numuneler hariç tutulduğunda numunelerin dinamik yırtılma mukavemetlerinin gramajın artmasına paralel olarak arttığı grafikten gözlenmektedir. Diğer yandan numunelerin MD ve CD yönü mukavemet değerleri göz önüne alındığında genel olarak beklendiği gibi MD yönünde mukavemetin CD yönüne göre az bir farkla daha yüksek olduğu izlenmektedir.



Şekil 3. Dinamik yırtılma mukavemeti

GENEL SONUÇLAR

Çalışma spunbond yüzeylerde gramajın artmasıyla birim alandaki lif yoğunluğu artmasına paralel kalınlık ve dinamik yırtılma mukavemet değerlerinin arttığını, hava geçirgenliğinin ise havanın içerisinden geçiş yapabileceği boşlukların azalması sonucunda hava geçirgenliğinin azaldığını ortaya koymuştur. Ayrıca kalenderleme işleminin lifleri eriterek bağlaması nedeniyle yüzeydeki lif yapışmalarının yırtılmayı daha da zorlaştırdığı, numune lif yerleşim yönünün yırtılma mukavemeti üzerinde çok fazla etkiye sahip olmadığı ve gramajın oldukça düşük seviyelere gerilemesiyle hava geçirgenliğindeki artış katsayısının daha da yükseldiği tespit edilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Akalın M., Özen, M.S., 2010. Tülbent Esaslı Dokunmamış Kumaşlar (Nonwoven Fabrics). Nesil Matbaacılık, İstanbul.
2. Okur A., Turan R.B., 2008 . Kumaşlarda Hava Geçirgenliği, Tekstil ve Mühendis, TMMOB Tekstil Mühendisleri Odası Yayınları.
3. Russel S.J., 2007. Handbook of Nonwovens, Textile Institute, Woodhead Publishing, Manchester, England.
4. Midha V.K., Dakiri A., 2017. Spunbonding Technology and Fabric Properties: A Review Journal of Textile Engineering & Fashion Technology, 1 (4): 1-9.
5. Kim H. S., (2004). Relationship between Fiber Orientation Distribution Function and Mechanical Anisotropy of Thermally Point-Bonded Nonwovens, Fiber and Polymers 5(3): 177-181.

Alg Kökenli Glikoz Kullanılarak Bakteriyel Selülozun Üretimi

UZYOL KURTOĞLU, Hüma¹, SAÇAN TÜRKER, Melek¹

¹Boğaziçi Üniversitesi, Çevre Bilimleri Enstitüsü, Hisar Kampüsü, 34342 İstanbul Türkiye
huma.uzyol@gmail.com

AMAÇLAR

Çalışmanın amacı, bakteriyel selüloz (BS) üretiminde kullanılan *Komagataeibacter hansenii* bakterisinin besiyerinde karbon kaynağı olarak algin nişasta içeriğinden faydalanmak ve en yüksek BS eldesi için pH, inkübasyon tipi/süresi, glikoz/etanol konsantrasyonu parametrelerini optimize etmektir.

GİRİŞ

Selüloz, hücre dışı polisakkaritlerin homopolisakkarit grubu içerisinde yer almaktadır ve oldukça yaygın kullanılan bir biyopolimerdir^{2,18}. Bakteriyel selüloz, bitkisel selülozdan yüksek saflık, yüksek kristalinite, yüksek su tutma kapasitesi ve yüksek biyoyumluluk gibi özellikleriyle ayrılmakta, hemiselüloz ve lignin içermemektedir¹. Yüksek elastisite, yüksek mekanik dayanım, yüksek yüzey alanı ve yüksek porozite gibi eşsiz özelliklere sahip BS, çoğunlukla *Komagataeibacter* (bilinen önceki isimleriyle, *Gluconacetobacter*, *Acetobacter*), *Agrobacterium*, *Aerobacter*, *Achromobacter*, *Alcaligenes*, *Azotobacter*, *Rhizobium*, *Pseudomonas*, *Sarcina*, *Salmonella* bakterilerinin türleri tarafından üretilmektedir^{3,8}. Bakteriyel selüloz çevre, gıda, farmasötik ve tıp gibi çok çeşitli alanlarda geniş uygulama yelpazesine sahip bir materyaldir^{4-5,7,9,13-14}. BS üretimini inkübasyon tipi, inkübasyon süresi, pH, glikoz konsantrasyonu, kimyasal madde ilavesi gibi faktörler etkilemektedir^{5-6,10-12,15-17,19-20}. Bununla birlikte, BS üretimi aerobik bir fermentasyon sürecidir ve kullanılan karbon kaynağı prosesin maliyetini belirlemektedir. Karbon kaynağı olarak genellikle glikoz, fruktoz gibi şekerler kullanılmakta ve bunlar proses maliyetini arttırmaktadır¹⁸. Yüksek protein, nişasta ve yağ içeriğine sahip mikroalgler, tek hücreli fotosentetik mikroorganizmalardır. Bu çalışmada *Chlorella vulgaris*, BS üretiminde glikoz kaynağı olarak değerlendirilmiştir. Algin nişasta içeriğini arttırmak için azot ve kükürt eksikliği ile ışık yoksunluğunun etkileri test edilmiştir. Nişastanın hidrolizinde enzimatik ve asidik yöntemlerin performansları kıyaslanmıştır.

Bu çalışma literatürde, BS üretimi için *K. hansenii* bakterisinin besiyerinde glikoz yerine alg nişastasının asit hidrolizatının kullanılabilirliğini gösteren ilk çalışmadır. Kontrol çalışması olarak BS üretiminde doğrudan glikoz kullanımı gerçekleştirilmiştir. Kuru ağırlık cinsinden karşılaştırıldığında algden elde edilen glikoz kullanımında 1.104±0.002 g/L, doğrudan glikoz

kullanımında 1.202±0.005 g/L BS üretilmiştir. BS'lerin karakterizasyon çalışması taramalı elektron mikroskobu ve Fourier Transform Infrared Spektroskopisi ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar, üretilen her iki BS'nin de yapısal özellikleri itibarıyla benzer olduğunu göstermiştir.

DENEYSSEL

Malzeme

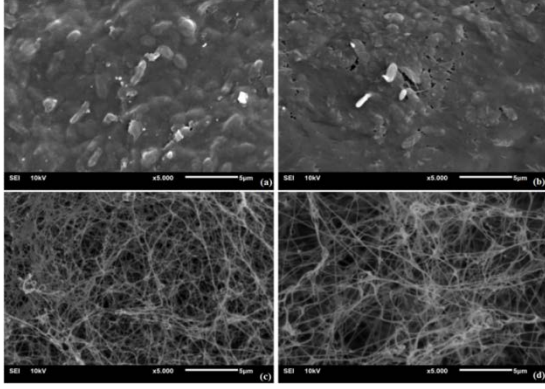
Chlorella vulgaris, Boğaziçi Üniversitesi Çevre Bilimleri Enstitüsü Ekotoksikoloji ve Kemometrik Laboratuvarı'ndan elde edilmiştir. *Komagataeibacter hansenii*, Alman Mikroorganizma ve Hücre Kültür Koleksiyonu'ndan tedarik edilmiştir. Çalışmada kullanılan kimyasallar analitik derecededir.

Yöntem

Chlorella vulgaris, Bold's Basal besiyerinde, 24.0±0.6°C'de, 60 µmol foton m⁻²s⁻¹ sürekli ışık şiddeti altında yetiştirilmiştir. Algin nişasta içeriği, toplam nişasta değerlendirme kiti (Megazyme) kullanılarak belirlenmiştir. Alg nişastası asidik ve enzimatik yöntemlerle hidroliz edilmiştir.

DENEYSSEL SONUÇLAR

Chlorella vulgaris için farklı koşullar altında nişasta içerikleri (%), normal kültür şartlarında 5.27±0.04 iken; azot eksikliğinde 7.14±0.18; kükürt eksikliğinde 5.00±0.08 ve karanlık koşullar altında 1.35±0.04 olarak değişmiştir. Elde edilen yüksek nişasta içeriği dolayısıyla azot eksikliğinin olduğu kültür koşullarında yetişen algin asit hidrolizatında glikoz % (kuru ağırlık cinsinden) 10.2±0.2 iken; enzim hidrolizatında 6.6±0.1 olmuştur. BS fermentasyonu için en uygun inkübasyon tipi 0.612±0.003 g/L BS üretimi ile statik inkübasyon olmuştur. Bununla birlikte 14 günlük inkübasyon süresi, % 1 glikoz konsantrasyonu, % 0.5 etanol konsantrasyonu ve pH 6, BS verimliliğinde artışın görüldüğü optimum çalışma koşullarıdır. Bakteriyel selülozlar üzerine yapılan alkali (NaOH) muamele bakteriyel hücre kalıntılarının uzaklaştırılmasını sağlayarak, üç boyutlu ağı yapıyı ve mikrofibrilleri görünür hale getirmiştir. Şekil 1'de de görüldüğü üzere, alg kökenli glikoz kullanılarak üretilen BS diğerine kıyasla daha geniş aralıklı mikrofibril yapıya sahiptir.

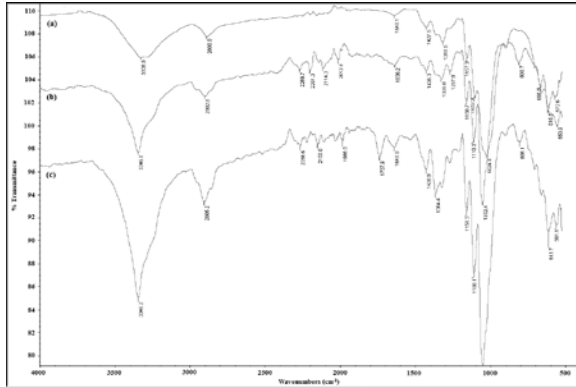


Şekil 1. Üretilen bakteriyel selülozlara ait SEM mikrografları

NaOH muamelesi öncesi (a) glikoz kökenli BS (b) alg kökenli BS;

NaOH muamelesi sonrası (c) glikoz kökenli BS (d) alg kökenli BS. Magnifikasyon 5000, ölçek 5μm

Moleküler kompozisyonun analizi için yapılan FTIR çalışmasının sonuçları, referans olarak kullanılan mikrokristalin selüloz ile alg kökenli glikoz kullanılarak üretilen BS'nin yapısal olarak oldukça benzerlik gösterdiğini ortaya koymuştur (Şekil 2).



Şekil 2. FTIR spektrumları (a) mikrokristalin selüloz, (b) glikoz kökenli BS, (c) alg kökenli BS

GENEL SONUÇLAR

BS eşsiz pek çok özelliğe sahip bir biyomateryaldir ve BS üretiminde glikoz kaynağı olarak *Chlorella vulgaris*'in kullanımı ekonomik açıdan oldukça avantajlı bir uygulama olmuştur. Literatürde mikroalglerin pek çok biyoteknoloji uygulamasında yer aldığı bilinmektedir ve bu çalışma alg kökenli glikozun BS üretiminde kullanıldığı ilk çalışmadır. Biyorafineri konseptinden hareketle BS üretiminde algerden faydalanılması düşük maliyetli ve çevre dostu bir yaklaşımdır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Boğaziçi Üniversitesi Araştırma Fonu (No: 8502) desteği ile yürütülmüştür. Katkılarından ötürü Dr. Aziz Akın Denizci ve Dr. Güldem Utkan'a teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Bielecki, S. Krystynowicz, A. Turkiewicz, M. Kalinowska, H. 2005. "Bacterial Cellulose", Biopolymers Online, 5.
2. Chawla, P.R. Bajaj, I.B. Survase, S.A. and Singhal, R.S. 2009. "Microbial Cellulose: Fermentative Production and Applications", Food Technology and Biotechnology, 47(2), 107-124.
3. Huang, Y. Zhu, C. Yang, J. Nie, Y. Chen, C. Sun, D. 2014. "Recent advances in bacterial cellulose", Cellulose, 21(1), 1-30.
4. Indrarti, L. Yudianti, R. 2012. "Development of Bacterial Cellulose/Activated Carbon Composites Prepared by In Situ and Cast-drying Methods", Asian Transactions on Basic and Applied Sciences, 2(5), 21-24.
5. Katepetch, C. Rujiravanit, R. Tamura, H. 2013. "Formation of nanocrystalline ZnO particles into bacterial cellulose pellicle by ultrasonic-assisted in situ synthesis", Cellulose, 20, 1275-1292.
6. Krystynowicz, A. Czaja, W. Wiktorowska-Jezierska, A. Gonçaves-Miskiewicz, M. Turkiewicz, M. Bielecki, S. 2002. "Factors affecting the yield and properties of bacterial cellulose", Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology, 29, 189-195.
7. Kurniawan, H. Ye, Y.S. Kuo, W.H. Lai, J.T. Wang, M.J. Liu, H.S. 2013. "Improvement of biofouling resistance on bacterial cellulose membranes", Biochemical Engineering Journal, 78, 138-145.
8. Li, Y. Tian, C. Tian, H. Zhang, J. He, X. Ping, W. Lei, H. 2012. "Improvement of bacterial cellulose production by manipulating the metabolic pathways in which ethanol and sodium citrate involved", Applied Microbiology and Biotechnology, 96, 1479-1487.
9. Lin, S.P. Calvar, I.L. Catchmark, J.M. Liu, J.R. Demirci, A. Cheng, K.C. 2013. "Biosynthesis, production and applications of bacterial cellulose", Cellulose, 20, 2191-2219.
10. Liu, C. Yang, D. Wang, Y. Shi, J. Jiang, Z. 2012. "Fabrication of antimicrobial bacterial cellulose-Ag/AgCl nanocomposite using bacteria as versatile biofactory", Journal of Nanoparticle Research, 14, 1084.
11. Lu, M. Guan, X. Wei, D. 2011. "Removing Cd²⁺ by Composite Adsorbent Nano-Fe₃O₄ / Bacterial Cellulose", Chemical Research in Chinese Universities, 27(6), 1031-1034.
12. Lu, Z. Zhang, Y. Chi, Y. Xu, N. Yao, W. Sun, B. 2011. "Effects of alcohols on bacterial cellulose production by *Acetobacter xylinum* 186", World Journal of Microbiology and Biotechnology, 27, 2281-2285.
13. Mohite, B.V. Patil, S.V. 2013. "A novel Biomaterial: Bacterial Cellulose & Its New Era

- Applications”, *Biotechnology and Applied Biochemistry*. DOI: 10.1002/bab.1148.
14. Mondal, I.H. 2013. “Mechanism of structure formation of microbial cellulose during nascent stage”, *Cellulose*, 20, 1073–1088.
15. Sun, D. Yang, J. Wang, X. 2010. “Bacterial cellulose/TiO₂ hybrid nanofibers prepared by the surface hydrolysis method with molecular precision”, *Nanoscale*, 2, 287-292.
16. Ul-Islam, M. Ha, J.H. Khan, T. Park, J.K. 2013. “Effects of glucuronic acid oligomers on the production, structure and properties of bacterial cellulose”, *Carbohydrate Polymers*, 92, 360-366.
17. Watanabe, K. Tabuchi, M. Morinaga, Y. Yoshinaga, F. 1998. “Structural features and properties of bacterial cellulose produced in agitated culture”, *Cellulose*, 5, 187-200.
18. Zhong, C. Zhang, G.C. Liu, M. Zheng, X.T. Han, P.P. Jia, S.R. 2013. “Metabolic flux analysis of *Gluconacetobacter xylinus* for bacterial cellulose production”, *Applied Microbiology and Biotechnology*, 97, 6189–6199.
19. Zhou, L.L. Sun, D.P. Hu, L.Y. Li, Y.W. Yang, J.Z. 2007. “Effect of addition of sodium alginate on bacterial cellulose production by *Acetobacter xylinum*”, *Journal of Industrial Microbiology & Biotechnology*, 34, 483–489.
20. Zhu, H. Jia, S. Yang, H. Jia, Y. Yan, L. Li, J. 2011. “Preparation and Application of Bacterial Cellulose Sphere: A Novel Biomaterial”, *Biotechnology & Biotechnological Equipment*, 25, 1.

Niřasta Esaslı Yerli Gıda Ambalajı Üretimi

KAVÇAK, Özge, KALEMTAŞ, Ayşe
Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doęa Bilimleri Fakültesi,
Metalurji ve Malzeme Mühendislięi Bölümü, Bursa, Türkiye
ayse.kalemtaş@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışma kapsamında gıda ambalaj sektörü için yenilebilir antibakteriyel özellięe sahip niřasta esaslı biyobozunur film üretimi hedeflenmektedir. Tasarlanan antimikrobiyel filmler ile gıdaların kolay bozunmasına neden olan ve depolama sürecinde görülen mikrobiyolojik bozulmaların önüne geçilmesi, gıda raf ömrünün ve gıda güvenlięinin artırılması amaçlanmaktadır.

GİRİŐ

Günümüzde gıdaların besin deęerlerinin korunmasının önemi toplumun her kesimi tarafından gün geçtikçe daha iyi anlaşılmaktadır. Mikroorganizmaların sebep olduęu mikrobiyal kirlenme ve kontaminasyon hem endüstriyel uygulamalarda, hem de dięer yaşamsal alanlarda bozunma ve enfeksiyon gibi pek çok soruna neden olmaktadır. [1] Ortaya çıkan bu sorunları gidermek için yeni pastörizasyon ve antibakteriyel tekniklere duyulan ihtiyaç gün geçtikçe artmaktadır. [1-3] Günümüzde besin deęerini yitirmeksizin gıdaların raf ömrünü arttırmayı sağlayabilen ambalaj malzemelerinin geliştirilmesi önemli çalışma alanlarından biri olup bu alandaki arařtırmalarda nanoteknoloji ve biyobozunur özelliklerdeki malzemelerden yoğun olarak yararlanılmaktadır. [2-6] Ayrıca her geçen gün en az seviyede işlem görmüş, sağlıklı gıdalara olan ilgi de tüketicilerin artan ilgi ve bilinçlenmesine baęlı olarak artmaktadır.

Gıda maddelerinin raf ömrünü uzatmak, gıdalardaki spesifik mikroorganizmaların üreme hızını düşürerek canlı mikroorganizma sayısını azaltmak, gıdanın tazelięini korumak ve kalitesinin bozulmasını önlemek amacıyla antibakteriyel yenilebilir film ve kaplamalar kullanılmaktadır. [2, 3] Niřasta, en bol bulunan doęal polisakkarit hammaddedir. Ayrıca, niřasta granülleri güçlü hidrojen baęlarına sahiptir. Bu güçlü hidrojen baęları sayesinde niřasta zincirlerini bir arada tutarak granüllerin soęuk su içerisinde çözünmesini engeller. Gıda ambalajı olarak niřasta kullanımı özellikle kolay kullanımı, nispeten ekonomik oluşu ve biyobozunur özellik göstermesi gibi sebeplerle tercih edilmektedir. [2, 3]

Niřasta filmlerin özelliklerini iyileřtirmek amacıyla pek çok farklı ilave kullanımı mümkündür. Bu ilaveler arasında özellikle gliserol, killler, CMC, PVA, PEG, selüloz lifler, antioksidan ve

antibakteriyel özelliklere sahip organik ve inorganik çeřitli ilaveler kullanılmaktadır. [2, 3, 6-9]

DENEYSSEL

Malzeme

Bu çalışma kapsamında film üretiminde kullanılmak üzere mısır niřastası ve gliserol kullanılmıřtır.

Yöntem

100 mL saf su içerisine 5 gram yerli mısır niřastası ilave edilerek manyetik karıřtırıcıda homojen çözelti hazırlama işleminin gerçekleştirilmiştir. İstenen özelliklere sahip çözelti hazırlandıktan sonra çözelti 96°C'ye ısıtılarak jelleşme sağlanmıştır. Ardından da çözelti 50°C'ye soęutulurken gliserol ilave edilmiştir. Çözelti belirli bir süre karıřtırılarak homojenlik sağlanmıştır. Hazırlanan bileşim ile kalıplara film dökümü gerçekleştirilmiştir. Dökümü gerçekleşen filmler etüv içerisinde 45°C'de 24 saat boyunca kurutulmuştur.

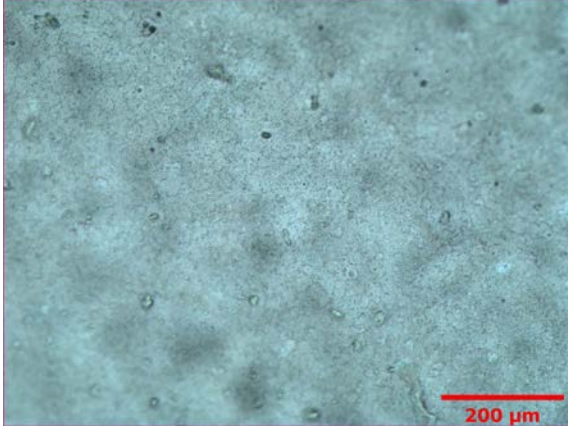
DENEYSSEL SONUÇLAR/TARTIŐMA

Bu çalışmada biyobozunur niřasta esaslı film üretimi gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda plastikleştirici olarak gliserol kullanılmıřtır. Gliserol ile hazırlanan filmler daha esnek olması sebebiyle plastikleştirici olarak gliserol tercih edilmiştir.

Őekil 1'de üretilen niřasta esaslı filme ait makroskobik görüntü sunulmaktadır. Filmin optik mikroskop görüntüsü ise Őekil 2'de sunulmaktadır. Üretilen filmlerin yüzeylerinin oldukça düzgün olduęu ve önemli oranda bir gözenek vb sorunu olmadığı belirlenmiştir.

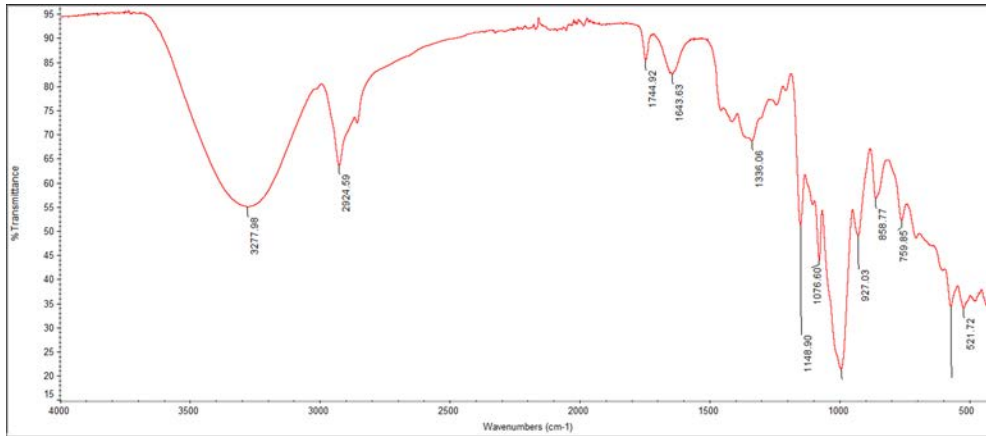


Őekil 1. Üretilen niřasta esaslı filme ait makroskobik görüntü



Şekil 2. Üretilen nişasta esaslı filme ait makroskobik görüntü

Üretilen nişasta filmlerin FTIR analizleri Thermo scientific Nicolet i550 model spektrometre kullanılarak ölçülmüştür. Gerçekleştirilen analiz sonucu Şekil 3'de sunulmaktadır.



Şekil 3. Üretilen nişasta esaslı filme ait FTIR analizi sonucu

GENEL SONUÇLAR

- Bu çalışmada sunulmuş olan veriler üretilen ilk filmlere ait olup çalışmalara henüz yeni başlanmıştır.
- Bu çalışma kapsamında nişasta esaslı filmler kolay uygulanabilir ve ekonomik bir yöntem olan döküm yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir.
- Üretilen filmlerin optik mikroskop incelemeleri sonucunda homojen olduğu belirlenmiştir.
- Nişasta esaslı filmler biyobozunur özellikle olmalarından dolayı doğa dostu malzemelerdir. Petrol esaslı ambalajlar yerine bu tür doğa dostu nişasta esaslı ambalajlar kullanılarak petrol esaslı ambalajların çevreye verdiği zararları azaltmak mümkün olacaktır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Üretilen nişasta esaslı filmlere çeşitli inorganik ve organik ilaveler yapılarak filmlerin mekanik, ısı ve antimikrobiyal özellikleri geliştirilecektir. Hazırlanan filmlerin içyapı, faz, mekanik, antimikrobiyal ve geçirgenlik vb. özellikleri incelenecektir.

KAYNAKLAR

- [1] O. Yamamoto, Influence of particle size on the antibacterial activity of zinc oxide, *International Journal of Inorganic Materials* 3(7) (2001) 643-646.
- [2] A. Jiménez, M.J. Fabra, P. Talens, A. Chiralt, Edible and biodegradable starch films: a review, *Food and Bioprocess Technology* 5(6) (2012) 2058-2076.
- [3] A. Durango, N. Soares, S. Benevides, J. Teixeira, M. Carvalho, C. Wobeto, N. Andrade, Development and evaluation of an edible antimicrobial film based on yam starch and chitosan, *Packaging Technology and Science: An International Journal* 19(1) (2006) 55-59.

- [4] M. Maizura, A. Fazilah, M. Norziah, A. Karim, Antibacterial activity and mechanical properties of partially hydrolyzed sago starch-alginate edible film containing lemongrass oil, *Journal of Food Science* 72(6) (2007) C324-C330.
- [5] E.A. Baldwin, R. Hagenmaier, J. Bai, *Edible coatings and films to improve food quality*, CRC Press 2011.
- [6] C. Valencia-Sullca, L. Atarés, M. Vargas, A. Chiralt, Physical and Antimicrobial Properties of Compression-Molded Cassava Starch-Chitosan Films for Meat Preservation, *Food and Bioprocess Technology* 11(7) (2018) 1339-1349.
- [7] R. Avila-Sosa, E. Palou, M.T.J. Munguía, G.V. Nevárez-Moorillón, A.R.N. Cruz, A. López-Malo, Antifungal activity by vapor contact of essential oils added to amaranth, chitosan, or starch edible films,

International journal of food microbiology 153(1-2)
(2012) 66-72.

[8] B. Priya, V.K. Gupta, D. Pathania, A.S. Singha, Synthesis, characterization and antibacterial activity of biodegradable starch/PVA composite films reinforced with cellulosic fibre, Carbohydrate polymers 109 (2014) 171-179.

[9] E. Basiak, A. Lenart, F. Debeaufort, How Glycerol and Water Contents Affect the Structural and Functional Properties of Starch-Based Edible Films, Polymers 10(4) (2018) 412.

Tek Duvarlı Karbon Nanotüp (SWCNT) Katkılı Epoksi Kompozitlerin Geliştirilmesi ve Kırılma Tokluğunun İncelenmesi

AY, Zeynep¹, TANOĞLU, Metin¹

¹ İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Makine Mühendisliği Bölümü, Urla, İzmir
metintanoglu@iyte.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada, tek duvarlı karbon nanotüp (SWCNT) katkıli epoksi reçineler kalender (3-roll mill) yöntemi ile hazırlanmış ve geliştirilen kompozitlerin kırılma toklukları tek çentik kenarlı eğme (SENB) testi ile karakterize edilmiştir.

GİRİŞ

Nano-malzemelerin polimerik matrislere katılması reçinelerin mekanik özelliklerini arttırmak için etkili bir yöntem olarak bilinmektedir¹. Elyaf gibi tek duvarlı karbon nanotüpler (SWCNT) geniş yüzey alanı ve yüksek mekanik özellikleri sayesinde, minimum konsantrasyonlarda dahi epoksi reçineye katılması durumunda, epoksinin kırılma tokluğu ile birlikte diğer mekanik özelliklerini de iyileştirmektedir^{2,3}. Yüksek mekanik özellikleri elde edebilmek için, SWCNT'lerin epoksi içerisinde toplanmasını minimize etmek önemlidir. SWCNT, kompozitlerde stres birikimini engellediği ve epoksi reçine ile etkileşimi sayesinde stres transfer mekanizmasını arttırdığı görülmüştür⁴. SWCNT'ler arasında oluşan Van der Waals kuvvetleri toplanmaya neden olduğu bilinmektedir. Kompozitte bulunan bu toplanmalar mikroskopik kusurlara neden olacağı için çatlak oluşumunu hızlandırır. Topaklanma oluşumunu engellemek için; mekanik karıştırma, ultrasonikasyon ve kalenderleme (three roll milling) literatürde yaygın olarak kullanılan yöntemlerdir⁴⁻⁹. Epoksi gibi viskozitesi yüksek olan reçineler içinde karbon nanotüp (CNT) dağılımı için ultrasonikasyon yöntemini kullanmak, yüksek frekans nedeniyle CNT yapısına zarar verebilmektedir. Literatürde yapılan birçok çalışmada, CNT'nin epoksi reçine içerisinde homojen dağılımını sağlamak için en uygun yöntemin kalenderleme yöntemi olduğu görülmüştür⁷. Bu çalışmada, tek duvarlı karbon nanotüpler (SWCNT) epoksi reçine içinde kalender cihazı kullanılarak "kesme (shear)" etkisi ile karıştırılmış ve kırılma tokluğunu arttırmak için optimum ve minimum SWCNT konsantrasyonu belirlenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

TUBALL Matrix 301 (konsantre SWCNT) ve HUNSTMAN epoksi (Araldite MY740, Aradur HY918 ve Accelerator DY062) kullanılarak SENB test kuponları hazırlanmıştır.

Yöntem

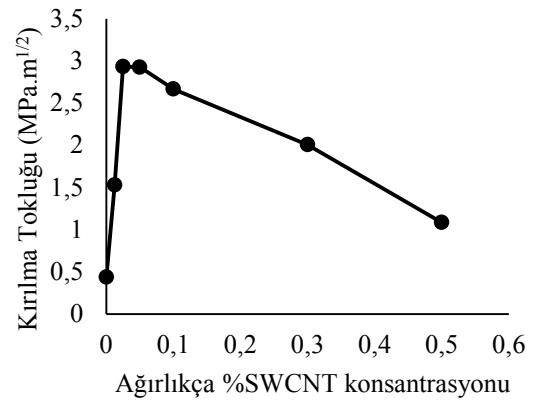
SWCNT takviyeli epoksi kompozit reçineler kalender yöntemi ile hazırlanmıştır (Şekil 1). ASTM-D 5045¹⁰ standardına göre hazırlanan test kuponlarının SENB testleri ISO 178'e bağlı olarak Shimadzu AGS-X test cihazında gerçekleştirilip, kırılan yüzeyler taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.



Şekil 1. Kalender (three roll mill) cihazı.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Şekil 2'de ağırlıkça yüzde 0,0125, 0,025, 0,05, 0,1, 0,3 ve 0,5 SWCNT takviyeli epoksi kompozitlerin SENB testi sonucu kırılma toklukları verilmiştir.

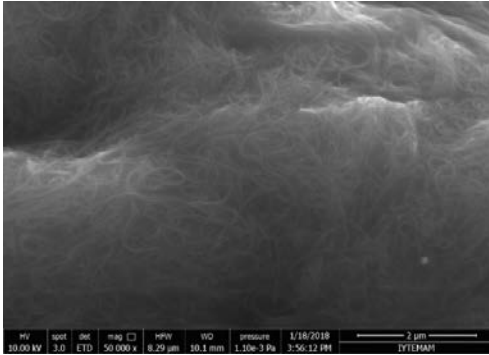


Şekil 2. Üretilen kompozitlerin ağırlıkça yüzde SWCNT konsantrasyonuna karşı kırılma tokluğu grafiği.

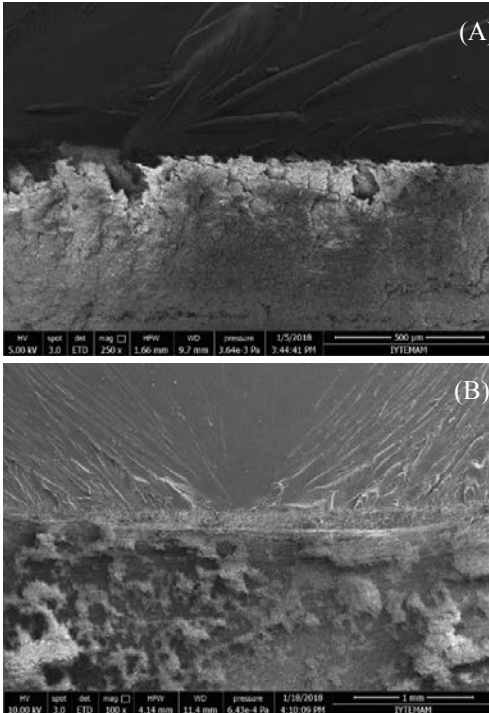
Yapılan SENB testleri sonucunda, düşük konsantrasyonlarda SWCNT ilavesi ile kırılma tokluğunun çok önemli seviyede arttığı (ağırlıkça

%0,025 ve 0,05 SWCNT katkıli epoksi kompozitlerin kırılma tokluğu katkısız epoksiye göre %570 artmıştır), ancak daha yüksek konsantrasyonlarda tokluk değerlerinin düştüğü gözlemlenmiştir. Bu sonuçlar, konsantrasyon artışı ile SWCNT'ler arasındaki Van Der Waals kuvvetlerinin fazla olması sonucu oluşan topaklanmaların çatlak ilerleme ve kırılma enerjisine etkisinin daha sınırlı olduğunu göstermektedir.

Şekil 3'de bu çalışmada takviye olarak kullanılan SWCNT'lerin SEM görüntüsü gösterilmektedir. Çalışmamızda kullanılan uzun yapıli SWCNT'nin kırılma tokluğunu literatürde bulunan çalışmalara göre daha fazla arttırdığı görülmüştür^{1,6,8,9}. SEM görüntülerine dayalı olarak, katkısız epoksinin kırık yüzeyi oldukça pürüzsüzken, yapı içerisindeki SWCNT varlığı ile kırılma tokluğu artmış ve daha pürüzlü kırık yüzey elde edilmiştir (Şekil 4).



Şekil 3. Kompozit üretiminde kullanılan tek duvarlı karbon nanotüplerin SEM görüntüsü.



Şekil 4. A) Katkısız ve B) Ağırlıkça %0,05 SWCNT katkıli epoksi kompozitlerin kırık yüzey SEM görüntüleri.

GENEL SONUÇLAR

SWCNT katkıli epoksi kompozitler kalenderleme (3 roll-mill) yöntemi ile başarılı şekilde ürettiğimiz. SENB testi sonucu, geliştirilen SWCNT katkıli epoksi kompozitlerin kırılma tokluk değerlerinin çok düşük SWCNT konsantrasyonuyla çok önemli oranda arttığını, ancak artan SWCNT konsantrasyonunda bu etkinin azaldığını göstermiştir. En yüksek kırılma tokluğu ağırlıkça %0,025 ve %0,05 SWCNT içeren kompozitler için elde edilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleriki çalışmalarda, geliştirilen SWCNT katkıli epoksi reçineler sürekli formda karbon fiber takviyeli kompozitlerin ve depolama tanklarının üretiminde kullanılarak, bu yapıların mekanik özelliklerine etkilerinin incelenmesi planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından ARDEB 215M182 nolu proje olarak desteklenmektedir. Yazarlar bu destekten dolayı teşekkürlerini sunarlar. Çalışmada kullanılan OCSiAl Tubal SWCNT'ler PİNHAS A.Ş. tarafından temin edilmiştir. Firmaya teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

- [1] Thostenson, E. T., Chou, T. W. 2006. "Processing-structure-multi-functional property relationship in carbon nanotube/epoxy composites", Carbon, 44(14), 3022-3029.
- [2] Yu, M. F., Lourie, O., Dyer, M. J., Moloni, K., Kelly, T. F., Ruoff, R. S. 2000. "Strength and breaking mechanism of multiwalled carbon nanotubes under tensile load", Science, 287(5453), 637-640.
- [3] Kaplan-Ashiri, I., Cohen, S. R., Gartsman, K., Ivanovskaya, V., Heine, T., Seifert, G., Tenne, R. 2006. "On the mechanical behavior of WS2 nanotubes under axial tension and compression", Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 103(3), 523-528.
- [4] Shtein, M., Nadiv, R., Lachman, N., Wagner, H. D., Regev, O. 2013. "Fracture behavior of nanotube-polymer composites: Insights on surface roughness and failure mechanism", Composites Science and Technology, 87, 157-163.
- [5] Leopold, C., Augustin, T., Schwebler, T., Lehmann, J., Liebig, W. V., Fiedler, B. 2017. "Influence of carbon nanoparticle modification on the mechanical and electrical properties of epoxy in small volumes", Journal of Colloid and Interface Science, 506, 620-632.

- [6] Gkikas, G., Barkoula, N. M., Paipetis, A. S. 2012. "Effect of dispersion conditions on the thermo-mechanical and toughness properties of multi walled carbon nanotubes-reinforced epoxy", *Composites Part B: Engineering*, 43(6), 2697-2705.
- [7] Ma, P. C., Siddiqui, N. A., Marom, G., Kim, J. K. 2010. "Dispersion and functionalization of carbon nanotubes for polymer-based nanocomposites: a review", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(10), 1345-1367.
- [8] Gojny, F. H., Wichmann, M. H. G., Köpke, U., Fiedler, B., Schulte, K. (200. "Carbon nanotube-reinforced epoxy-composites: enhanced stiffness and fracture toughness at low nanotube content", *Composites science and technology*, 64(15), 2363-2371.
- [9] Gojny, F. H., Wichmann, M. H., Fiedler, B., & Schulte, K. 2005. "Influence of different carbon nanotubes on the mechanical properties of epoxy matrix composites—a comparative study", *Composites Science and Technology*, 65(15), 2300-2313.
- [10] Astm, D. (2007). 5045-99: Standard test methods for plane-strain fracture toughness and strain energy release rate of plastic materials. ASTM International.

Smart SMPU Composite Nanofibrous Structures Stimulated by Both Temperature and Moisture

KORKMAZ MEMİŞ, Nazife¹, KAPLAN, Sibel¹

¹Süleyman Demirel University, Faculty of Engineering, Department of Textile Engineering, West Campus, Isparta, 32260, Turkey
nazifekorkmaz@sdu.edu.tr

AIMS

The aim of this study was to produce composite nanofiber webs having heterogeneous-twin-switch shape memory function (thermal and water responsiveness) by reinforcement of commercial shape memory polyurethane (SMPU) matrix with varying cellulose nanowhisker (CNW) concentrations.

INTRODUCTION

Shape memory polymers, which can detect external stimuli such as temperature, water/moisture, light, electricity, pH, etc. and react to them, are a member of smart materials that could change their shape from a temporary deformed shape to their original by an external stimulus³⁻⁵. The commonly used SMPs, which were also studied for textile applications, are thermal induced structures². Nowadays, segmented SMPU is one of the most commonly used thermal induced SMPs⁶. SMPUs are phase separated polymers due to the thermodynamic incompatibility between hard and soft segments¹⁰ and this characteristic enables remarkable shape memory effect. On the other hand, in recent years there are attempts to modify SMPUs to have a switching temperature within the range of body temperature and create dual responsive structures that can be stimulated by different external stimulus according to the requirements of some end use areas such as comfort and biomedical applications. In this manner, moisture-induced SMPs have gained much popularity, recently¹. The formation of nanocomposite materials by introducing hydrophilic nanoparticles as reinforcing filler or the switching element into polymer matrix such as graphene oxide¹¹, organoclay, cellulose, etc.¹³ is a very useful approach to obtain the water-induced SMPs and modify mechanical characteristics of shape memory polymers. Among these nanoparticles, CNWs have attracted interest in recent years as a nanofiller and these particles have also been considered in the context of shape memory polymers due to their stiffness, high strength and large surface area¹². Water-induced shape memory effect could be obtained by the percolation network formed by CNWs whose hydrogen bonds can be reversibly regulated by water molecules^{8, 12, 14}. Nevertheless, the water-responsive shape recovery speed of shape memory composites including CNW is slow causing long shape recovery time⁷. Response speed is as

important as shape fixity and shape recovery ratios, which are determinant indexes for the performance of shape memory effect¹³.

Based on the mentioned information, it was aimed to produce nanofibrous shape memory structures having heterogeneous-twin-switch shape memory function (thermal and water responsiveness simultaneously) with a faster response compared to film and filament forms. For this aim, composite nanofiber webs including CNW nanofiller within SMPU matrix were produced via electrospinning to obtain water besides temperature responsiveness. Besides extra water responsiveness, it was aimed to obtain faster shape recovery effect due to extremely high specific surface area of nanofibers. To determine shape memory properties of the twin-switch smart materials, comprehensive thermo-aqueous shape memory test procedure including different thermal and moisture conditions in different orders and combination was used.⁹

EXPERIMENTAL

Materials

Pellet-type MM-3520 SMPU (SMP Technologies Inc., Japan) was used as matrix material which has a T_g of 35°C, suitable for body applications. CNWs which were used as a nanofiller (Grafen Co., Turkey) have a length of 150-200 nm and width of 20 nm and crystallinity of 98.98%.

Method

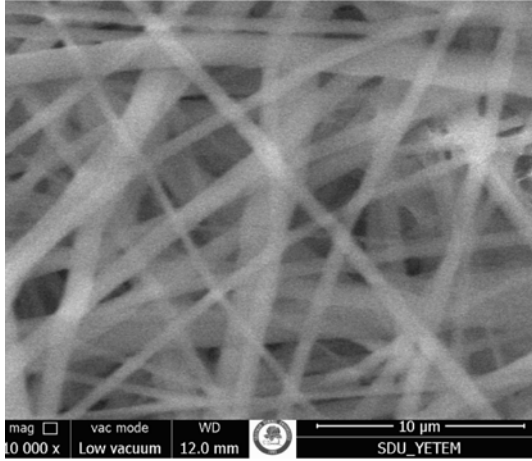
For producing SMPU-CNW nanocomposite solutions, SMPU pellets were dissolved in DMF at a concentration of 10 wt. %. These SMPU solutions were then mixed with CNWs at different ratios (1, 3, 5 wt. %) and a fixed amount of nonionic polysorbate surfactant and sonicated until dispersion became visually homogenous. Electrospun CNW-SMPU composite nanofiber webs were fabricated with 20.2 kV high voltage, 1 mL/h feeding rate and a fixed needle to collector working distance of 15 cm.

The morphological features of electrospun composite nanofibers were evaluated by SEM. Also, the effects of CNW on the mechanical and shape memory performances of composite nanofibers were investigated by tensile and thermo-aqueous programming procedure including shape memory tests under different thermal and moisture conditions (thermal environments below and above T_g of SMPU, dry and aqueous environments).

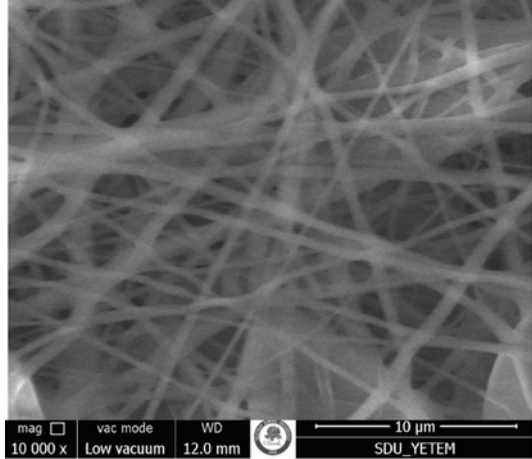
EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

SEM images show that, very smooth neat SMPU nanofibers with the average diameter of 310 ± 51 nm were obtained (Figure 1a). With the addition of CNWs, the diameter and standard deviation of the composite nanofibers increased and also bead defects were formed (Figure 1b-d).

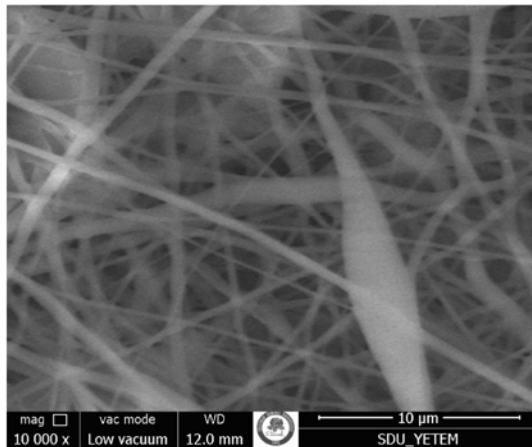
(a)



(b)



(c)



(d)

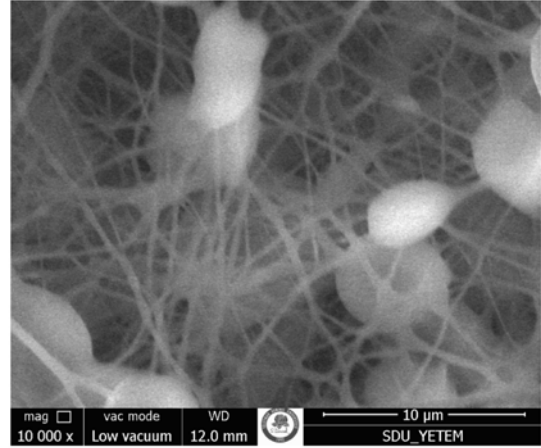


Figure 1. SEM images of SMPU and SMPU-CNW composite nanofibers.

Tensile properties of the SMPU and SMPU-CNW composite nanofibers at room temperature were summarized in Table 2. These results indicated that, tensile strength in the composite nanofibers increased significantly while the elongation to break decreased with CNW loading.

Table 2. Mechanical properties of SMPU and SMPU-CNW composite nanofibers.

| Samples | Breaking strength (Mpa) | Elongation (%) |
|------------|-------------------------|----------------|
| SMPU | 18.40±0.005 | 80.54±0.127 |
| SMPU-CNW-1 | 24.569±0.029 | 72.79±2.606 |
| SMPU-CNW-3 | 26.850±0.392 | 67.44±2.955 |
| SMPU-CNW-5 | 28.625±0.749 | 54.69±4.007 |

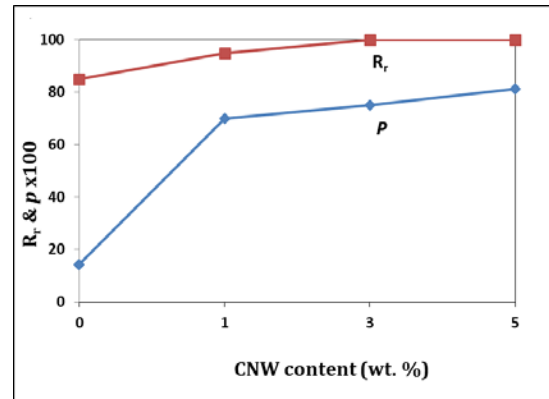


Figure 3. The shape recovery ratios and the percentage of the water-induced recovery against the total shape recovery (p index) of SMPU and SMPU-CNW composite nanofibers.

In thermal-aqueous test results, we obtained the maximum total shape recovery value of approximately 100 % for 5 wt. % CNW (Figure 3) and 81.25 % of this recovery belongs to water-

induced shape memory effect at 2 min of shape recover time. Summing up, it was observed that produced composite nanofibers maintained its thermal-induced shape switchable effect originally existing in SMPU and simultaneously it possessed water-induced shape memory effect due to the percolation network of the whose hydrogen CNWs bonding can be regulated by water reversibly. In addition to high shape recovery value, another index, responsive speed is also important for the SMP. Noticeably, our composite nanofibers have a fast responsive velocity within 2 min. As far as we known, our composite nanofibers demonstrate faster responsive speed than reported water-responsive CNW-polymer shape memory composites.

CONCLUSIONS

According to the results, strength of composite nanofibers increased with CNW concentration as expected and elongation decreased as a result of limited mobility of molecule chains in amorphous region and the entropic elasticity restriction of the SMPU matrix. Thermo-aqueous shape memory test results show faster and excellent shape memory abilities than a standard SMPU filament because of higher specific surface area of nanofibers. CNW concentration enhanced shape recovery of the structure due to the percolation network induced by water besides temperature response ability originally existing in SMPU matrix.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

Composite structures as in this study, enable to obtain extra functions by an easier and cheaper modification process. After analyzing shape memory function of the composite nanofiber webs, for further work, extra tests may be designed and carried out to test end use performances such as biomedical and other industrial applications.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This study was financially supported by the Süleyman Demirel University (Project No. 05424-DR-14).

REFERENCES

- [1] Chen, S, Mo, F, Stadler, F. J, Chen, S, Ge, Z, & Zhuo, H. 2015. "Development of zwitterionic copolymers with multi-shape memory effects and moisture-sensitive shape memory effects", *Journal of Materials Chemistry B*, 3(32), 6645-6655.
- [2] Hu, J, Yang, Z, Yeung, L. J, F, Liu, Y. 2005. "Crosslinked polyurethanes with shape memory properties", *Polymer International*, 54, 854-859.
- [3] Hu, J, Chen, S. 2010. "A review of actively moving polymers in textile applications", *Journal of Materials Chemistry*, 20, 3346-3355.
- [4] Hu, J, Meng, H, Li, G, Ibekwe, S. I. 2012. "A review of stimuli-responsive polymers for smart textile applications", *Smart Materials and Structures*, 21, 053001.
- [5] Hu, J, Zhu, Y, Huang, H, Lu, J. 2012. "Recent Advances in shape-memory polymers: structure, mechanism, functionality, modeling and applications", *Progress in Polymer Science*, 37, 1720-1763.
- [6] Huang, W. M, Yang, B, Zhao, Y, Ding, Z. 2010. "Thermo-moisture responsive polyurethane shape-memory polymer and composites: A Review", *Journal of Materials Chemistry*, 20, 3367-3381.
- [7] Korkmaz Memiş, N, Kaplan, S. 2017. "Production and analysis of cellulose nanowhisker reinforced thermo-water responsive polyurethane nanocomposites", 16th International The Recent Progress Symposium On Textile Technology and Chemistry, Bursa, Turkey.
- [8] Luo, H, Hu, J, & Zhu, Y. 2011. "Polymeric shape memory nanocomposites with heterogeneous twin switches", *Macromolecular Chemistry and Physics*, 212(18), 1981-1986.
- [9] Luo, H. 2012. Study on stimulus-responsive cellulose-based polymeric materials, The Hong Kong Polytechnic University Institute of Textiles & Clothing, Ph.D. Thesis, 224p, Hong Kong.
- [10] Meng, Q. 2010. Studies of functional shape memory fibers, The Hong Kong Polytechnic University Institute of Textiles & Clothing, Ph.D. Thesis, 232p, Hong Kong.
- [11] Qi, X, Yao, X, Deng, S, Zhou, T, & Fu, Q. 2014. "Water-induced shape memory effect of graphene oxide reinforced polyvinyl alcohol nanocomposites", *Journal of Materials Chemistry A*, 2(7), 2240-2249.
- [12] Tan, L, Hu, J, Ying, Rena, K, Zhu, Y, & Liu, P. 2017. "Quick water-responsive shape memory hybrids with cellulose nanofibers", *Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 55(4), 767-775.
- [13] Wang, Y, Cheng, Z, Liu, Z, Kang, H, & Liu, Y. 2018. "Cellulose nanofibers/polyurethane shape memory composites with fast water-responsivity", *Journal of Materials Chemistry B*, 6(11), 1668-1677.
- [14] Zhu, Y, Hu, J, Luo, H, Young, R. J, Deng, L, Zhang, S, & Ye, G. 2012. "Rapidly switchable water-sensitive shape-memory cellulose/elastomer nano-composites", *Soft Matter*, 8(8), 2509-2517.

Tekstil Sektörüne Yönelik Olarak Kompozit Malzemelerin Geliştirilmesi

TÜRKDOĞAN, Ceren¹, SANDALLI, Hatice¹, ŞENSOY, Hakan Asim², BEDAVALAR MUTLU, Derya², TANOĞLU, Metin^{1,3*}

¹İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Makine Mühendisliği Bölümü, Urla, İzmir

²Şık Makas Giyim San. ve Tic. A.Ş., Ergene, Tekirdağ,

³Innoma, İnovatif Malzeme Teknolojileri San. ve Tic.Ltd., Urla, İzmir

*metintanoglu@iyte.edu.tr

AMAÇLAR

Tekstil sektöründe denim kumaşları aşındırmak ve eskitilmiş bir görüntü kazandırabilmek için “PONZA TAŞI” adı verilen; doğal sünger yapı taşı olan malzeme kullanılmaktadır. Ponza taşının, hafif, gözenekli ve suyu emebilen bir yapısı vardır. Hafif olmasının yanında sürtünme katsayısı son derece yüksek bir taştır. Aynı zamanda kolayca ufalanabilme özelliği gösterir. Bu sayede kumaşa zarar vermeden vermiş olduğu sürtünme ve çarpma etkisi ile ürünlerin eski görünmesine ve renklerinin açılmasını sağlar. Ancak tüm bu avantajlarının yanında; ufalanması ve kum-toz haline gelmesi nedeniyle atık suda çok ciddi miktarda bulunduğu için bertaraf ve arıtma zorluğu çıkarır. Bu nedenle, yıkama işlemleri esnasında ponza taşı gibi efekt ve eskime verebilecek, sürtünme katsayısı yüksek ve aynı zamanda ağır olmayan ve ponza taşı kadar ufalanma eğilimi olmayıp tekrar tekrar kullanılabilir yapay-kompozit malzemelere ihtiyaç vardır. Bu çalışmada, polimerik malzemeler ve farklı tipte dolgular ile kompozitler geliştirilmiştir. Ayrıca tekstil yıkama atıkları vb. atık malzemelerden yararlanılarak kompozitler üretilmiştir. Geliştirilen kompozitlerin mekanik, aşınma, yoğunluk vb. özellikleri karakterize edilmiştir.

GİRİŞ

Ponza taşı taşlanmış denim üretimi için en önemli malzemedir. Formu volkanik püskürme sonucu dışarı çıkan yüksek sıcaklıktaki silika yoğun yapışkan eriyik içerisindeki gazlar yükselirken kabarcık oluşturmaktadır. Meydana gelişi on beş bin yıldan fazla zamana dayanır. En çok Türkiye, Yunanistan, İzlanda az miktarda da Filipinler, Endonezya, Çin ve Japon, Ekvator, Meksika ve Amerika’da bulunur.³ Ponza, başlıca şu sektörlerde kullanılmaktadır; inşaat, tekstil, tarım, kimya, diğer endüstriyel ve teknolojik alanlar. Ponza taşının ülkemiz için en önemli kullanım alanlarından biri de tekstil sektörüdür. Ülkemizde hammadde potansiyeli açısından çok bulunan bir malzeme olmasına karşılık tekstil sektöründe son 20 yıldır kullanılmaktadır. Tekstil sektörünün bazı dallarında ponza, aranan ve miktarı azımsanmaması gereken önemli girdi hammaddelerinden biri olmuştur. Yaygın olarak, denim kumaşların renginin açılması

ve yumuşatılması amacıyla kullanılmaktadır. Bu sektörde kullanılan ponzanın kimyasal ve fiziksel özelliklerine dikkat edilmelidir. Kimyasal ve fiziksel özelliklerine dikkat edilmez ise malzemenin yumuşaklığı ve renginin açılması istenen düzeyde gerçekleşmemektedir.⁴ Ponzanın genel kimyasal bileşimi Tablo 1’de verilmiştir. Ponza taşından istenen fiziksel özellikler ise şu şekildedir:

- Ponza orta sertlikte olmalı, kırılmadan ezilmeli,
- Yabancı maddelerden arındırılmış olmalı, demir oksit, sodyum oksit ve potasyum oksit miktarları kumaşı boyamayacak ve rengini etki etmeyecek şekilde olmalıdır.
- Ponza kuru, gözenekli ve yuvarlak olmalıdır,
- Kullanılacak ponza, 3x4x5 cm ebatlarında olmalıdır,
- Rengi beyaz olup suda yüzmeli, su emme oranı tekstil kalitesi için ideal olmalıdır.¹

Tablo 1. Ponzanın Genel Kimyasal Bileşimi⁴

| Bileşen | İçerik | Bileşen | İçerik |
|--------------------------------|--------|------------------------------------|--------|
| SiO ₂ | 60-75 | Na ₂ O+K ₂ O | 7-8 |
| Al ₂ O ₃ | 13-15 | TiO ₂ | Eser |
| Fe ₂ O ₃ | 1-3 | SO ₂ | Eser |
| CaO | 1-2 | Cl | Eser |

Tekstil sektöründe son zamanlarda gelişen teknoloji ile birlikte, üretilen kumaşların daha az ponza ile ağartmak mümkün olabilmektedir. Bu tip kumaşlarda parça başına ponza tüketimi 0,5 kg civarındadır.² Ponzanın kolayca ufalanması, kum-toz haline gelmesi nedeniyle atık suda çok ciddi miktarda bulunması, bertaraf ve arıtma zorluğu çıkarır. Bu nedenle denim kumaşları yıkama işlemleri esnasında ponza taşıyla aynı etkiyi verebilecek, sürtünme katsayısı yüksek ve aynı zamanda yoğunluğu düşük ve ponza taşı kadar ufalanma eğilimi göstermeyen, tekrar tekrar kullanılabilir yapay-kompozit bir malzeme geliştirilmesi tekstil sektörü için önemli bir adım olacaktır.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada kullanılan polyester reçine ve yardımcı sarflar kullanılmıştır. Ponza atığı, Şık Makas Giyim Sanayi ve Ticaret A.Ş tarafından, farklı boyutlarda cam küreler (0.25-0.5 mm, 0.5-1 mm ve 1-2 mm boyutlarında) ise OMNİS Kompozit Ltd.Şti., tarafından tedarik edilmiştir. Kullanılan atık baca külleri, Yatağan Santrali külleridir. Üretilen kompozit malzemelerin özelliklerinin karşılaştırılabilmesi için saf ponza da ayrıca tedarik edilmiştir.

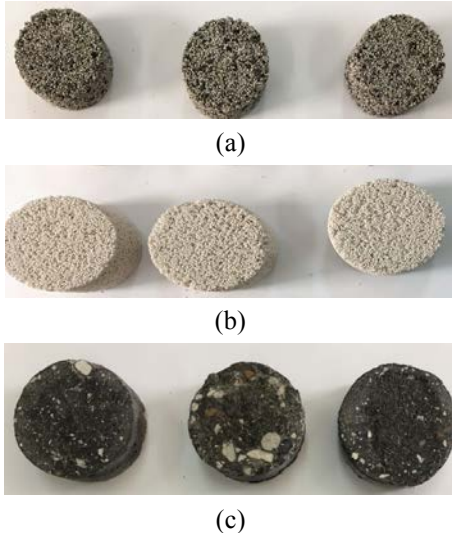
Yöntem

Kompozit Deney Numunelerinin Üretimi

Proje kapsamında, katı dolgu malzemeler polyester reçine ile farklı oranlarda karıştırılarak numuneler hazırlanmıştır. Hazırlanan numunelerin bileşimleri Tablo 2’de gösterilmiştir. Numunelerin üretimi için aşağıdaki işlemler sırasıyla uygulanmıştır:

- Yoğunluk, su emme ve basma testleri için 50 mm ve aşınma testi için 30mm çapında plastik kalıplar hazırlanmıştır.
- Polyester reçine uygun oranlarda hızlandırıcı ve sertleştirici ile karıştırılarak hazırlandı.
- Katı malzeme ile polyester Tablo 2’de belirtilen oranlarda uygun olarak karıştırılmıştır.
- Hazırlanan karışım kalıplara döküldü. Kürlenme için yaklaşık 1 saat oda koşullarında bekletildi.
- Kürlenen numuneler, ikincil kürlenme (post-curing) için 80 °C’de 3 saat etüvde bekletilmiştir.
- Etüvden alınan numuneler kalıplardan çıkarılıp, test edilmiştir.

Hazırlanan numunelerden örnek görüntüler Şekil 1’ de gösterilmiştir.



Şekil 1. (a) %30 baca külü, %20 cam küre (0,5-1 mm), %20 cam küre (1-2 mm), %30 polyester reçine içeren numuneler, (b)%65 cam küre (0,5-1 mm) ve %35 polyester reçine içeren numuneler, (c) %65 ponza atığı ve %35 polyester içeren numuneler

Tablo 2. Hazırlanan Numunelerin Bileşimleri

| Malzeme | Ağırlık Yüzdeleri |
|--|---|
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) | %55 Cam Küre %45 Polyester |
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) | %60 Cam Küre %40 Polyester |
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) | %65 Cam Küre %35 Polyester |
| Cam Küre (0,5-1 mm) | %50 Cam Küre %50 Polyester |
| Cam Küre (0,5-1 mm) | %60 Cam Küre %40 Polyester |
| Cam Küre (0,5-1 mm) | %65 Cam Küre %35 Polyester |
| Cam Küre (1-2 mm) | %50 Cam Küre %50 Polyester |
| Cam Küre (1-2 mm) | %60 Cam Küre %40 Polyester |
| Cam Küre (1-2 mm) | %70 Cam Küre %30 Polyester |
| Ponza Atık | %65 Ponza Atık %35 Polyester |
| Ponza Atık | %68 Ponza Atık %32 Polyester |
| Baca Külü | %70 Baca Külü %30 Polyester |
| Baca Külü | %75 Baca Külü %25 Polyester |
| Baca Külü | %78 Baca Külü %22 Polyester |
| Ponza Atık Cam Küre (0,5-1 mm) Cam Küre (1-2 mm) | %32,5 Ponza Atık %16,25 Cam Küre (0,5-1 mm) %16,25 Cam Küre (1-2 mm) %35 Polyester |
| Ponza Atık Cam Küre (0,5-1 mm) Cam Küre (1-2 mm) | %45 Ponza Atık %10 Cam Küre (0,5-1 mm) %10 Cam Küre (1-2 mm) %35 Polyester |
| Baca Külü Cam Küre(0,5-1 mm) Cam Küre (1-2 mm) | %30 Baca Külü %20 Cam Küre (0,5-1 mm) %20 Cam Küre (1-2 mm) %30 Polyester |
| Baca Külü Cam Küre(0,5-1 mm) Cam Küre (1-2 mm) | %45 Ponza Atık %15 Cam Küre (0,5-1 mm) %15 Cam Küre (1-2 mm) %25 Polyester |

Uygulanan Testler

Hazırlanan numunelere yoğunluk, su emme, mekanik ve aşınma testleri uygulanmıştır. Numunelerin test sonuçları ile ponza taşının sonuçları karşılaştırılmıştır. Yoğunluk testi için, hazırlanan numunelerin yükseklik ve çap uzunlukları kullanılmıştır. Su emme deneyi için, başlangıç ağırlıkları bilinen numuneler suyun içinde 72 saat bekletilmiştir. Numunelerin ağırlıkları belirli aralıklarla ölçülmüştür. Aşınma deneyi için, numunelerin ilk boyları ölçülmüştür. Daha sonra 30 mm çapındaki numuneler otomatik aşındırma makinasına bağlanmıştır. Numunelere 5 N’luk sabit yük belirli sürelerde uygulanmıştır. Test sonunda numunelerin nihai boyları ölçülüp, aşınma oranı hesaplanmıştır. Test parametreleri Tablo 3’te verilmiştir. Aşınma testi, aynı deney düzeneği yardımıyla, zımpara kâğıdı yerine denim kumaş kullanarak tekrarlanmıştır. Ayrıca numunelere maksimum gerilmelerinin hesaplanabilmesi için basma testi uygulanmıştır. Basma hızı 5mm/dk. olarak ayarlanmıştır.

Tablo 3. Aşınma Testi Parametreleri

| Aşınma Test Parametreleri | |
|--------------------------------|-----|
| Baskı Kuvveti (N) | 5 |
| Disk Devri (rpm) (saat yönü) | 150 |
| Başlık Devri (rpm) (saat yönü) | 50 |
| Zımpara Kağıdı | 80D |

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Tablo 4' te referans (ponza) ve üretilen numunelerin yoğunluk testlerinin sonuçları gösterilmiştir. Referans numunesinin yoğunluğu 0,52 g/cm³ olarak belirlenmiştir. Sadece ponza atığı veya baca külü kullanılarak üretilen numunelerin yoğunluklarının referans değerinin çok üzerinde olduğu görülmüştür. Diğer numunelerin referans değerine yakın sonuçlar verdiği belirlenmiştir.

Tablo 4. Yoğunluk test sonuçları

| | Ortalama Yoğunluk (g/cm ³) |
|--|--|
| Ponza | 0,52 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%55) | 0,59 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%60) | 0,53 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%65) | 0,48 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%50) | 0,58 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%60) | 0,48 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%65) | 0,41 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%50) | 0,47 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%60) | 0,39 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%70) | 0,33 |
| Ponza Atık (%65) | 1,43 |
| Ponza Atık (%68) | 1,45 |
| Baca Külü (%70) | 1,75 |
| Baca Külü (%75) | 1,79 |
| Baca Külü (%78) | 1,85 |
| Atık (%32,5) Cam Küre (0,5-1 mm) (%16,25) Cam Küre (1-2 mm) (%16,25) | 0,61 |
| Baca Külü (%30) Cam Küre (0,5-1 mm) (%20) Cam Küre (1-2 m) (%20) | 0,64 |
| Atık (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%10) Cam Küre (1-2 mm) (%10) | 0,87 |
| Baca Külü (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%15) Cam Küre (1-2 m) (%15) | 0,89 |

Tablo 5'te numunelerin su emme deneyinin sonuçları verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde 72 saat sonunda referans numunesinin kütlesinde

%25,24 oranında bir artış gözlemlenmiştir. Hazırlanan numuneler arasında %50 oranında 1-2 mm boyutlarında cam küre ve %50 oranında polyeşter reçine içeren numunenin referans değerine en yakın değeri verdiği görülmüştür.

Tablo 5. Su emme test sonuçları

| Numune | 72 saat sonra su emme nedeniyle kütlece artış (%) |
|--|---|
| Ponza | 25,24 |
| Ponza Atık (%65) | 0,70 |
| Ponza Atık (%68) | 2,48 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%55) | 3,41 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%60) | 23,62 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%65) | 44,40 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%50) | 16,48 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%60) | 36,59 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%65) | 55,60 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%50) | 25,92 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%60) | 40,33 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%70) | 47,62 |
| Baca Külü (%70) | 0,23 |
| Baca Külü (%75) | 0,25 |
| Baca Külü (%78) | 0,47 |
| Atık (%32,5) Cam Küre (0,5-1 mm) (%16,25) Cam Küre (1-2 mm) (%16,25) | 26,33 |
| Baca Külü (%30) Cam Küre (0,5-1 mm) (%20) Cam Küre (1-2 m) (%20) | 8,31 |
| Atık (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%10) Cam Küre (1-2 mm) (%10) | 9,40 |
| Baca Külü (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%15) Cam Küre (1-2 m) (%15) | 3,45 |

Numunelere uygulanan aşınma testinin sonuçları Tablo 6'da gösterilmiştir. Referans numunesinin dakikada 13,17 mm aşındığı belirlenmiştir. Deney sonuçları incelendiğinde hazırlanan numunelerin tamamının referans numunesinden daha az aşındığı gözlemlenmiştir. En az aşınmayı %65 oranında ponza atığı ve %35 oranında polyeşter reçine içeren numune göstermiştir.

Tablo 6. Aşınma test sonuçları

| Numune | Aşınma (mm/dk) |
|--|----------------|
| Ponza | 13,17 |
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) (%55) | 4,40 |
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) (%60) | 5,57 |
| Cam Küre (0,25-0,5 mm) (%65) | 8,09 |
| Cam Küre (0,5-1 mm) (%50) | 2,98 |
| Cam Küre (0,5-1 mm) (%60) | 6,29 |
| Cam Küre (0,5-1 mm) (%65) | 6,97 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%50) | 3,85 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%60) | 7,46 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%70) | 10,30 |
| Baca Külü (%70) | 0,16 |
| Baca Külü (%75) | 0,21 |
| Baca Külü (%78) | 0,21 |
| Ponza Atık (%65) | 0,10 |
| Ponza Atık (%68) | 0,77 |
| Atık (%32,5) Cam Küre (0,5-1 mm) (%16,25) Cam Küre (1-2 mm) (%16,25) | 0,64 |
| Atık (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%10) Cam Küre (1-2 mm) (%10) | 0,44 |
| Baca Külü (%30) Cam Küre (0,5-1 mm) (%20) Cam Küre (1-2 mm) (%20) | 0,78 |
| Baca Külü (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%15) Cam Küre (1-2 mm) (%15) | 0,47 |

Tablo 7’de mekanik test sonuçları verilmiştir. Hazırlanan numunelerden 1-2 mm boyutlarında sırasıyla %60 ve %70 oranlarında cam küre içeren numunelerin referans değerinin altında kaldığı, diğer numunelerin bu değer üzerinde sonuçlar verdiği görülmüştür.

Tablo 7. Mekanik test sonuçları

| Numune | Ortalama Gerilme (N/mm ²) |
|--|---------------------------------------|
| Ponza | 1,15 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%55) | 5,47 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%60) | 1,37 |
| Cam Küre (0.25-0.5 mm) (%65) | 1,47 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%50) | 4,50 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%60) | 2,10 |
| Cam Küre (0.5-1 mm) (%65) | 1,59 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%50) | 1,31 |
| Cam Küre (1-2 mm)(%60) | 0,96 |
| Cam Küre (1-2 mm) (%70) | 0,78 |
| Atık (%32,5) Cam Küre (0,5-1 mm) (%16,25) | 1,84 |
| Baca Külü (%30) Cam Küre (0,5-1 mm) (%20) | 1,29 |
| Baca Külü (%45) Cam Küre (0,5-1 mm) (%15) | 12,19 |

GENEL SONUÇLAR

Hazırlanan her bir numunenin test sonuçları ponza taşı ile karşılaştırılmıştır ve bu sonuçlara göre %60 oranında 0.25-0.5 mm boyutlarında cam küre içeren numuneler ile %50 oranında 1-2 mm boyutlarında cam küre içeren numunelerin ponza taşının değerlerine en yakın değerlere sahip olduğu rapor

edilmiştir. Ancak projenin amaçları göz önüne alındığında ponza taşı kadar ufalanma eğilimi olmayıp tekrar tekrar kullanılabilir bir malzeme üretilmesi hedeflendiği için basma değeri yüksek, aşınma oranı düşük numuneler de tercih sebebi olabilir. Ayrıca %65 oranında 0.25-0.5 mm ve 0.5-1mm boyutlarındaki cam kürelerin su emme değerleri ponza taşının su emme değerlerinden yüksek olmasına rağmen diğer test sonuçları ponza taşına yakın olduğu için ponza taşına alternatif bir kompozit malzeme olabileceği düşünülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yapılan çalışmada, üretilen numunelerin ponzaya göre daha dayanıklı olduğu gözlemlenmiştir. Bununla birlikte geliştirilen kompozitlerin denim kumaş aşındırma performansına yönelik araştırmanın sürdürülmesi gerekmektedir. Gelecek çalışma planları arasında farklı katkı maddelerinin araştırılması ve hazırlanan numunelerin hali hazırda kullanılan enzimatik kot yıkama koşullarında değerlendirilmesi söz konusudur.

KAYNAKLAR

1. Çankıran, O. 2007. “Tekstil Sektöründe Pomza Taşı Hammaddesinin Kullanımı”, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2, 33-37.
2. Güngör, N. 1997. “Pomzanın Kullanım Alanları İle İlgili Özellikleri ve Mevzuatın Pomza Madenciliğine Etkisi”, I. Isparta Pomza Sempozyumu Bildiriler Kitabı, 19-24.
3. Hoffer, J. M., 1993. “Identifying Acid Wash, Stone Wash Pumice”, The textile Chemist and Colorist, 25, 13-15.
4. Özkan Ş. G., Tuncer, G. 2001. “Pomza Madenciliğine Genel Bir Bakış”, 4. Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu 118, 200-207.

Filament Sarım Tekniği ile Üretilen Farklı Tip Fiber ve Konfigürasyona Sahip Silindirik Kompozit Yapıların Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi

AYDIN, Mustafa¹, ÜSTÜN, Hikmet Sinan¹, KARTAV, Osman¹, KANGAL, Serkan¹, TANOĞLU, Metin¹

¹İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Makine Mühendisliği Bölümü, Urla, İzmir
metintanoglu@iyte.edu.tr

AMAÇLAR

Fiber takviyeli kompozitler üstün özelliklerinde dolayı son dönemlerde silindirik yapı sistemlerinde sıklıkla kullanılmaya başlanmış ve önemli bir konuma gelmiştir. Bu çalışmadaki amaç farklı tip fiber ve yönelim kullanılarak hibrid kompozit silindirik yapılar üretmek, bu silindirik yapıların mekanik özelliklerini ve hibridizasyonun etkilerini incelemektir. Bu doğrultuda ($\pm 55^\circ$)₄ sarım açısıyla 1 metre boyunda 60 mm iç çapa sahip 6 tip farklı kompozit silindirik yapı filament sarım yöntemi ile üretilmiş, bu silindirik yapılara fiber içeriği, halka çekme testi ve radyal basma testleri uygulanmıştır. Sonuçlar incelendiğinde hibridizasyon ile cam fiber takviyeli kompozit silindirik yapılara kıyasla mekanik özelliklerin arttırıldığı gözlenmiş ve karbon fiber takviyeli silindirik yapılara kıyasla maliyet azaltılmıştır.

GİRİŞ

Silindirik yapılar havacılık, otomotiv, denizcilik endüstrilerinde ve çoğunlukla boru sistemlerinde taşıma, saklama ve güç iletimi için kullanılmaktadırlar. Son zamanlarda geliştirilen ve üretilen silindirik yapı sistemlerinde yüksek mukavemet, düşük ağırlık ve yüksek korozyon direnci gerekmektedir. Bu bağlamda üstün özelliklerinden dolayı kompozit malzemeler birçok alana olduğu gibi silindirik yapı sistemlerine de entegre edilmektedir¹⁻⁴.

Kompozit silindirik yapı sistemleri su ve yağ gibi çeşitli sıvıları taşımada kullanılmaktadır. Kompozit silindirik yapılar çelik alüminyum gibi diğer mühendislik malzemelerine göre bu taşımayı minimum kayıpla yapabilmektedirler. Taşıma esnasında temel esas kompozit silindirik yapıların, sıvıların uyguladığı iç basıncı kaldırabilmesidir. Bu amaçla çeşitli çalışmalar yürütülmüştür⁵⁻⁷. Bu çalışmalarda statik iç basınç testi, yorulma ve sonlu elemanlar analizleri kullanılmıştır ve çalışmalarda esas amaç kompozit silindirik yapı üretimindeki en önemli parametre olan sarım açısının etkilerini incelemektir. Sonuç olarak $\pm 55^\circ$ sarım açısı ile sarılan silindirik yapılar, maksimum iç basınca dayanabilmişlerdir.

Kompozit silindirik yapılar aynı zamanda yüklenme, taşıma ve operasyon esnasında eğilme, eksenel ve

radyal yüklere de maruz kalmaktadır⁵. Sarım açısının yanında iç çap, kalınlık, sarım hızı gibi parametreler de kompozit silindirik yapıların mekanik özelliklerini etkilemektedir. Sarım açısı ve iç basıncın yanında bu parametrelerin mekanik özelliklere etkisi de araştırmacılar tarafından çalışılmıştır.

Çalışmalarda eksikliği hissedilen konu hibrid kompozit silindirik yapılarıdır. Her ne kadar çeşitli sarım parametrelerinin mekanik özellikler üzerine etkileri araştırılmış olsa da hibrid sarım ile üretilen kompozit silindirik yapıların özellikleri üzerine fazla araştırma yapılmamıştır. Bu bağlamda çalışmamızın amacı farklı fiber tipleri ve oryantasyonları kullanılarak hibrid kompozit silindirik yapıların geliştirilmesi ve mekanik özelliklerinin incelenmesidir. Çalışmada cam ve karbon fiber silindirik yapılar üretilmiş daha sonra hibrid kompozit silindirik yapılar üretilerek aralarındaki farklar incelenmiştir. Sonuç olarak hibrid kompozit silindirik yapıların cam fiber ile sarılan silindirik yapılara göre mekanik özellikleri arttırdığı ve karbon fiber silindirik yapılar ile kıyaslandığında maliyeti düşürdüğü gözlenmiştir.

DENEYSSEL

Malzeme

Bu çalışmada devamlı fiberler elyaf takviyesi olarak tercih edilmiştir. Cam fiber (1200 Tex FWR6) Şişe Cam A.Ş. (Türkiye) firmasından, karbon fiber Dowaksa A.Ş. (Türkiye) firmasından tedarik edilmiştir. Reçine olarak epoksi sistemleri tercih edilmiştir. Epoksi sistemleri 3 bileşenden oluşup bu bileşenler; Araldite™ MY740 epoksi, Araldur™ MY918 sertleştirici ve DY062 hızlandırıcı şeklindedir.

Yöntem

Kompozit Silindirik yapıların Filament Sarım Tekniği ile Üretimi

Kompozit silindirik yapıların üretiminde süreç öncelikle CADWIND yazılımı kullanılarak simüle edilmiş ve hatalar düzeltilmiş daha sonra CNC filament sarım cihazına aktarılarak üretim gerçekleştirilmiştir. Sarım esnasında fiberler öncelikle reçine banyosundan geçerek ısıtılmış daha sonra $\pm 55^\circ$ sarım açısı ile alüminyum mandrel üzerine 4

kat olacak şekilde farklı varyasyonlarda sarılmıştır. Sarım yapıldıktan sonra kompozit silindirik yapılar 2 saat 80°C'de 2 saat 120°C'de kalacak şekilde kurlenmiş ve daha sonra alüminyum mandrelden sıyırılarak üretim tamamlanmıştır. Bu yöntemle farklı fiber tiplerinde ve varyasyonlarında 1 metre uzunluğunda 6 farklı kompozit silindirik yapı üretilmiş ve testleri yapılmıştır. Üretilen kompozit silindirik yapıların özellikleri aşağıdaki tabloda görülebilir. C, D ve E tipi silindirik yapılarda karbon fiber ve cam fiber ayrı ayrı katmanlarda olacak şekilde sarılırken F tipi silindirik yapı karbon fiber ve cam fiber aynı anda sarım yapılarak üretilmiştir.

Tablo 1: Sarım Konfigürasyonu (K: Karbon, C: Cam)

| Silindirik yapı Tipi | Tabakalar | Kalınlık | İç çap |
|----------------------|--------------------|----------|--------|
| A | 4 Cam | 2.04 | 60 |
| B | 4 Karbon | 1.42 | 60 |
| C | K/C/K/C | 1.79 | 60 |
| D | K/3C | 1.86 | 60 |
| E | 3K/C | 1.68 | 60 |
| F | (K+C) ₄ | 2.15 | 60 |

UYGULANAN TESTLER

Fiber İçeriği Testi

Üretilen kompozit silindirik yapılara ilk olarak fiber içeriği testi uygulanmıştır. ASTM D3171⁶ standardına göre asit ile parçalama yöntemi kullanılmıştır. Her bir tip silindirik yapı için en az 3 örnek alınmış sonuç hesaplanırken bu üç örneğin ortalamaları hesaplanmıştır. Tablo 2'de her bir kompozit silindirik yapının fiber içeriği gösterilmiştir.

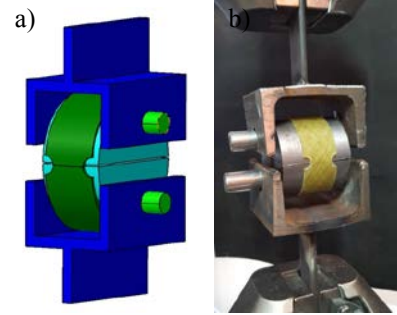
Tablo 2: Fiber İçeriği Test Sonuçları

| Silindirik yapı Tipi | Fiber İçeriği (%) |
|----------------------|-------------------|
| A | 58.14 |
| B | 61.41 |
| C | 61.70 |
| D | 63.94 |
| E | 65.71 |
| F | 63.87 |

Halka Çekme Testi

Çember çekme dayanımı testi ASTM D2290⁷ standardına göre ayrılan disk metodu kullanılarak üretilen kompozit silindirik yapılara uygulanmıştır. Her bir silindirik yapıdan 5'er örnek hazırlanmış ve testi yapılmıştır. Bu testteki asıl amaç silindirik yapının dayanabileceği yaklaşık iç basıncı bulabilmektir. Numunelerin boyutları iç basıncı testine göre daha küçük ve alınan sonuçların daha güvenilir olmasından dolayı çalışmamızda bu test

tercih edilmiştir. Test, Shimadzu AG-IC serisi 100 kN kapasiteye sahip mekanik test cihazı kullanılarak 5 mm/dk sabit hızda gerçekleştirilmiştir. Test numunesi ve test kurulumu figür 1'de görülmektedir.



Figür 1: a) Şematik Gösterim ve Kurulum b) Test Öncesi Numune Görünümü

Radyal Basma Testi

ASTM D2412⁸ standardına göre uygulanan testte üretilen kompozit silindirik yapılardan alınan 18 cm uzunluğundaki numunelere figür 2'de gösterildiği gibi iki paralel plaka arasında 12.5 mm/dk hızında radyal yönde yük uygulanmıştır.



Figür 2: Radyal Basma Testi Kurulumu

Deney sonucunda iç çaptaki değişim kullanılarak silindirik yapıların sertliği ve yüzde eğilme miktarları hesaplanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Halka çekme testi sonucunda referans olarak kabul edilen cam fiber ve karbon fiber takviyeli kompozit silindirik yapıların halka çekme dayanımı sırasıyla 309.2 MPa ve 510.3 MPa olarak hesaplanmıştır. Üretilen bütün kompozit silindirik yapıların halka çekme testi sonuçları tablo 3'de verilmiştir.

Tablo 3: Halka Çekme Testi Sonuçları

| Silindirik yapı Tipi | Halka Çekme Testi Sonucu (MPa) |
|----------------------|--------------------------------|
| A | 309.2± 14.6 |
| B | 510.3 ± 17.8 |
| C | 393.1 ± 14.2 |
| D | 329.8 ± 23.0 |
| E | 404.3 ± 22.2 |
| F | 406.4 ± 22.8 |

Çatlak ilk olarak alanı azaltılmış bölgenin bir kenarından başlamış sarım açısında bir diğer deyişle fiber yönünde ilerleyerek kırılma gerçekleşene kadar devam etmiştir. Figür 3’de test öncesi ve sonrası numunelerden bir örnek gösterilmiştir. Bütün numuneler aynı kırılma davranışını göstermiştir.



Figür 3: Test Öncesi ve Sonrası Numune Görüntüleri

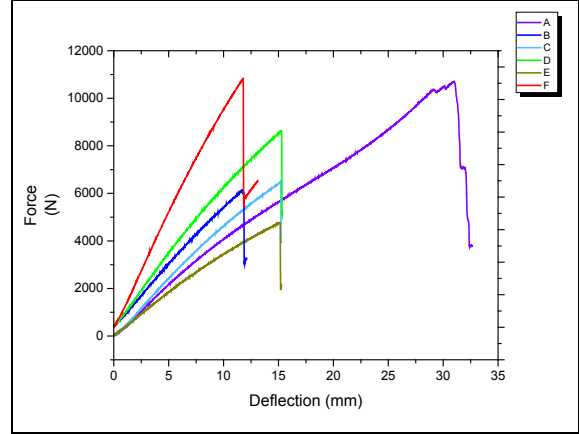
Tablo 3’de gösterildiği gibi karbon fiber takviyeli kompozit silindirik yapılar diğerleriyle kıyaslandığında en yüksek halka çekme dayanımını göstermiştir. Bunun yanında en düşük dayanıma sahip cam fiber takviyeli silindirik yapıların dayanımı hibridizasyon ile arttırılabilmektedir. Tek kat karbon fiber halka çekme dayanımına çok büyük etki göstermemiş ancak iki kat karbon (C tipi) ve üç kat karbon fiber (E tipi) ile sarılan hibrid kompozit silindirik yapıların hala çekme dayanımında ciddi bir artış görülmüştür. Hibrid sarım ile üretilmiş kompozit silindirik yapılar kendi aralarında kıyaslandığında karbon ve cam fiberin aynı anda sarıldığı hibrid silindirik yapılar (F tipi) en yüksek çekme dayanımını göstermiştir.

Radyal basma sonucu hesaplanan silindirik yapı sertliği ve yüzde eğilme sonuçları tablo 4’de görülmektedir.

Tablo 4: Radyal Basma Testi Sonuçları

| Silindirik yapı Tipi | Rijitlik (N/mm) | Yüzde Eğilme (%) |
|----------------------|-----------------|------------------|
| A | 710.5 | 51.70 |
| B | 453.7 | 16.70 |
| C | 552.7 | 22.79 |
| D | 613.8 | 26.44 |
| E | 440.4 | 23.10 |
| F | 855.6 | 20.19 |

Tablo 4’deki sonuçlar karşılaştırıldığında karbon fiber takviyeli ve F tipi üretilmiş kompozit silindirik yapılar en düşük yüzde eğilme sonuçlarına sahiptir. F tipi kompozit silindirik yapılar diğer hibrid silindirik yapılarla karşılaştırıldığında en yüksek sertliğe ve en düşük yüzde eğilme sonuçlarını göstermiştir.



Figür 4: Radyal Basma Testi Kuvvet vs Eğilme Grafiği

Figure 4’de verilen grafikte de görüldüğü üzere kırılmızı çizgi ile gösterilen F tipi silindirik yapılar en yüksek kuvvete dayanmış ve en düşük eğilme yüzdesinde kırılma göstermiştir.

GENEL SONUÇLAR

Filament sarım tekniği ile üretilen farklı fiber ve konfigürasyona sahip kompozit silindirik yapılara çeşitli mekanik testler uygulanmış ve elde edilen sonuçlar birbiri ile karşılaştırılmıştır. 6 farklı üretilen silindirik yapıya uygulanan bu testler sonucunda beklenildiği üzere karbon fiber takviyeli kompozit silindirik yapılar en yüksek mekanik özellikleri göstermiştir.

Üretilen silindirik yapılarda hibridizasyonun etkileri analiz edildiğinde halka çekme dayanımında cam fiber takviyeli silindirik yapıların dayanımı, tek kat, 2 kat ve 3 kat karbon fiber eklenmesiyle sırasıyla %6.7, %27.2, %30.7 arttırılmıştır. Görüldüğü üzere iki ve üç kat karbon fiber takviyesi ciddi bir artış sağlamıştır. Karbon ve cam fiberin aynı anda sarılarak üretildiği F tipi silindirik yapılar ise cam fiber takviyeli silindirik yapılara göre halka çekme dayanımında %31.4’lük bir artış sağlamıştır.

Sonuç olarak hibrid sarım ile üretilen kompozit silindirik yapılar mekanik özelliklerde artış sağlamış ve karbon fiber takviyeli silindirik yapılara göre maliyeti düşürmüştür. Halka çekme testi ve radyal basma sonuçları beraber incelendiğinde en yüksek sonuçlar F tipi silindirik yapılarda gözlenmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yapılan çalışmada, hibrid kompozit silindirik yapıların mekanik özellikleri arttırdığı gözlenmiştir. Ancak 2 tip mekanik test uygulanmıştır. Bunlara ek olarak 3 nokta ve 4 nokta eğme, eksenel yönde basma gibi farklı tip mekanik testlerde uygulanıp bulgular sağlanabilir ve aynı zaman sonlu elemanlar analizi ile elde edilen sonuçlar doğrulanmalıdır.

KAYNAKLAR

1. J. Rousseau, D. Perreux, and N. Verdière, "The influence of winding patterns on the damage behaviour of filament-wound pipes," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 59, no. 9, pp. 1439–1449, 1999.
2. H. R. Mahdavi, G. H. Rahimi, and A. Farrokhabadi, "Failure analysis of ($\pm 55^\circ$)₉ filament-wound GRE pipes using acoustic emission technique," *Eng. Fail. Anal.*, vol. 62, pp. 178–187, 2016.
3. R. Rafiee, "Apparent hoop tensile strength prediction of glass fiber-reinforced polyester pipes," *J. Compos. Mater.*, vol. 47, no. 11, pp. 1377–1386, 2013.
4. P. Krishnan, M. S. Abdul Majid, M. Afendi, A. G. Gibson, and H. F. A. Marzuki, "Effects of winding angle on the behaviour of glass/epoxy pipes under multiaxial cyclic loading," *Mater. Des.*, vol. 88, pp. 196–206, 2015.
5. P. Mertiny, F. Ellyin, and A. Hothan, "An experimental investigation on the effect of multi-angle filament winding on the strength of tubular composite structures," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 64, no. 1, pp. 1–9, 2004.
6. "ASTM D3171-99," *Stand. Test Methods Const. Content Compos. Mater.*
7. A. American and N. Standard, "Standard Test Method for Apparent Hoop Tensile Strength of Plastic or Reinforced Plastic Pipe by Split Disk Method 1," pp. 1–5, 2003.
8. I. Standard, "ASTM D2412-02 'Standard Test Method for Determination of External Loading Characteristics of Plastic Pipe by Parallel-Plate Loading.'"

Kumaş Fiziksel Özellikleri Bazında Yırtılma ve Kopma Mukavemeti Arasındaki İlişki

PARIN, Fatma Nur¹, KANBER Asuman¹, YILDIRIM, Kenan¹,
¹Bursa Teknik Üniversitesi MDBF Lif ve Polimer Mühendislik Bölümü
kenan.yildirim@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Yapılan bu çalışmada diğer tüm parametreler sabit tutularak iplikve kumaş fiziksel özellikleri değişikliği bazında kumaşın kopma mukavemeti ile yırtılma mukavemetindeki değişimler incelenmiştir. Kopma mukavemeti ile yırtılma mukavemeti arasındaki ilişki araştırılmıştır. Bilindiği üzere kumaş mukavemeti, onu oluşturan iplik özellikleri ile doğru orantılı bir şekilde değişmektedir. İplik ve kumaş fiziksel özelliklerinin bu değişimdeki etkisi belirlenerek, kumaş üretilmeden önce kumaş mukavemetinin nasıl değişeceğinin öngörüsünün yapılması düşünülmüştür.

GİRİŞ

Literatürde bilim insanları genelde dokumada kullanılan iplikler ile üretilen kumaşınılışkilerini farklı durumlarda incelemişlerdir. Dimitrovski ve diğerleri tarafından yapılan bir çalışmada, atkı ipliklerinde vortex ve ring ipliklerin kullanıldığı dokuma kumaşların gerilme özelliklerini karşılaştırılmıştır [1]. Gabrijelčić ve diğerleri ise, dokuma ve örgü tiplerinin kumaşların kopma mukavemetlerine etkisini incelemişlerdir [2]. Yıldırım ve Kanber bir çalışmada iplik karışım oranlarındaki değişimlerin kumaş kopma mukavemetine ve uzama oranlarına etkisini araştırmıştır [3]. Ichetaonye ve diğerleri birbirine geçirilmiş kumaşlarda, iplik kompozisyonunun ve dikiş uzunluğunun etkisini araştırmışlardır [4]. Kurtça yürütmüş olduğu yüksek lisans tezinde, atkı ipliği özellikleri, sıklık ve örgü tipinin kumaş mekanik özellikleri üzerine etkisini araştırmıştır [5]. Teli ve çalışma arkadaşları, iplik ve kumaşın yapısal özelliklere bağımlılığını araştırmışlardır [6].

Yırtılma mukavemeti, apreli kumaşlarda kumaşı yırtılmaya zorlayarak zıt yönlerdeki kuvvetlere maruz kaldığında kullanım yönünde gösterdiği direnç olup tüm kumaşlarda istenen bir özelliktir. Yırtılma esnasında iplikler tek olarak yada gruplar halinde kopar [7,8].

Yırtılma mukavemeti temel olarak kumaşa mekanik ve kimyasal bitim işlemleri uygulanan kumaş ile lif, iplik ve kumaş karakteristiğine bağlıdır. Yıllar boyunca, iplik parametrelerinin (tek iplik mukavemeti, doğrusal yoğunluk, homojenlik, pürüzsüzlük, uzayabilirlik, büküm ve iplik tipi) ve kumaş parametrelerinin (doku yapısı, kumaş fikse şartları, kumaş konstrüksiyonu, birim alan ağırlığı) yırtılma mukavemeti üzerine etkisi incelenmiştir [9].

Yırtılma mukavemetine yönelik birçok çalışma ring eğirme teknolojisine göre eğrilmiş iplik kullanımı ve mukavemete etkiyen parametreler üzerine yoğunlaşmıştır [7]. Mansour ve Lord, % 50/50 pamuk/PES ring ve open end ipliklerinden bezayağı kumaşlar üretmişler ve kumaşların yırtılma mukavemetlerini karşılaştırmışlardır [8,10]. Buna göre, çözgü ve atkı bükümünün artışı ile çözgü ve atkı yönündeki yırtılma mukavemetlerinin arttığı ve ek olarak atkı sıklığının artması ile kumaşların atkı yönündeki yırtılma mukavemetlerinin azaldığı, fakat çözgü yönündeki yırtılma mukavemetlerinin bir miktar azaldığını her iki iplik tipinde gözlenmiştir. Özdil ve Özçelik bir çalışmada, %50 Pamuk-%50 PES kumaşların tüm yırtılma mukavemeti test metotlarında, %100 pamuklu kumaşlara göre daha yüksek mukavemet değerleri verdiği sonucuna ulaşmıştır [11]. Sıkı ve birbiri üstünde kalmayan bezayağı gibi kumaşlarda yırtılma mukavemeti düşüktür. Scelzo ve diğerleri tarafından pamuklu bezayağı kumaşlarda kumaşların üretildiği ipliklerin incelenmesiyle, yırtılma mukavemetinin azaldığı gözlenmiştir [8,12].

DENEYSSEL

Malzeme

Yapılan çalışmada, Tablo 1 ve 2'de özellikleri verilen atkı iplikleri kullanılmıştır. İplik büküm miktarları yaklaşık olarak aynı ayarlanmaya çalışılmıştır ve iplikler arasındaki büküm miktarı değişimi aralarında bir miktar fark olacak şekilde ayarlanabilmiştir.

Çözgü ipliği parametreleri sabit tutulmuştur ve çözgü sıklığı 44 tel/cm olarak belirlenmiştir. 150 Denye IMG Teksturepoliester (polietilen teraftalat-PET) filament çözgü ipliği olarak kullanılmıştır.

1x1 bezayağı doku yapısında kumaş Picanol Optimac dokuma makinesinde üretilmiştir.

Tablo 1: Kumaş üretiminde atkı ipliği olarak kullanılan ipliklerin özellikleri

| Dene me no | İplik Doğrusal yoğunluğu (Ne) | Büküm miktarı (T/m) | Büküm katsayısı (ae) | İplik Kompozisyonu | Eğirme Sistemi |
|------------|-------------------------------|---------------------|----------------------|-------------------------|----------------|
| A1-1 | 40/1 | 920 | 3,69 | %100 pamuk | Ring |
| A1-2 | 40/1 | 920 | 3,69 | %100 pamuk | Ring |
| A1-3 | 40/1 | 920 | 3,69 | %100 pamuk | Ring |
| A2-1 | 36/1 | 860 | 3,64 | %100 pamuk | Ring |
| A2-2 | 36/1 | 860 | 3,64 | %100 pamuk | Ring |
| A2-3 | 36/1 | 860 | 3,64 | %100 pamuk | Ring |
| A3-1 | 30/1 | 750 | 3,48 | %100 pamuk | Ring |
| A3-2 | 30/1 | 750 | 3,48 | %100 pamuk | Ring |
| A3-3 | 30/1 | 750 | 3,48 | %100 pamuk | Ring |
| A4-1 | 30/1 | 780 | 3,61 | %67 pamuk %33 pes | Ring |
| A4-2 | 30/1 | 780 | 3,61 | %67 pamuk %33 pes | Ring |
| A4-3 | 30/1 | 780 | 3,61 | %67 pamuk %33 pes | Ring |
| A5-1 | 30/1 | 760 | 3,52 | %50 pamuk %50 viskon | Ring |
| A5-2 | 30/1 | 760 | 3,52 | %50 pamuk %50 viskon | Ring |
| A5-3 | 30/1 | 760 | 3,52 | %50 pamuk %50 viskon | Ring |
| A6-1 | 30/1 | 910 | 4,22 | %50 pamuk %50 pes | Ring |
| A6-2 | 30/1 | 910 | 4,22 | %50 pamuk %50 pes | Ring |
| A6-3 | 30/1 | 910 | 4,22 | %50 pamuk %50 pes | Ring |

Yöntem

İplik ve kumaş fiziksel özelliklerinin kumaş mukavemetine etkisi ve kopma ve yırtılma mukavemetleri üzerindeki etki farklılığının incelenmesi amaçlanmıştır. Buna göre dokuma kumaş üretilmiştir. Dokuma kumaş, 22,28,32 tel/cm olmak üzere 3 farklı atkı sıklıklarında üretilmiştir. İplik fiziksel özelliklerinin kumaş mukavemetine etkisi kumaş sıklık değeri bazında incelenmiştir. Çözgü iplik özellikleri ve sıklığı değiştirilmemiştir. Bu yüzden kumaş mukavemet ve uzama oranındaki değişim sadece atkı yönünde incelenmiştir.

Kumaş üretiminde kullanılan atkı ipliklerinin iplik kopma mukavemeti testi tensojet test cihazında yapılmıştır. Büküm miktarı testi TS 247 EN ISO 2061 standardına göre yapılmıştır.

Üretilen dokuma kumaşlara ISO 13934-1 şerit metodu standardına göre kopma mukavemeti ISO 13937-2 standardına göre yırtılma mukavemeti Shimadzu marka çok amaçlı çekme-basma test cihazında uygulanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Atkı ipliklerinin mukavemet değerleri Tablo2'de kumaşın atkı yönündeki kopma mukavemet ve yırtılma mukavemet değerleri Tablo3'de verilmiştir. Şekil 1 ve 2 'de ise atkı yönündeki kumaş kopma

mukavemeti ve yırtılma mukavemetine ait grafiksel gösterimler sunulmuştur. Şekil 1 ve 2 iplik doğrusal yoğunluğu bazındaki değişimleri içermektedir. Şekil 3 ve 4 ise lif kompozisyonu bazındaki değişimleri içermektedir.

Tablo 2: Atkı iplik mukavemeti ve sıklığı

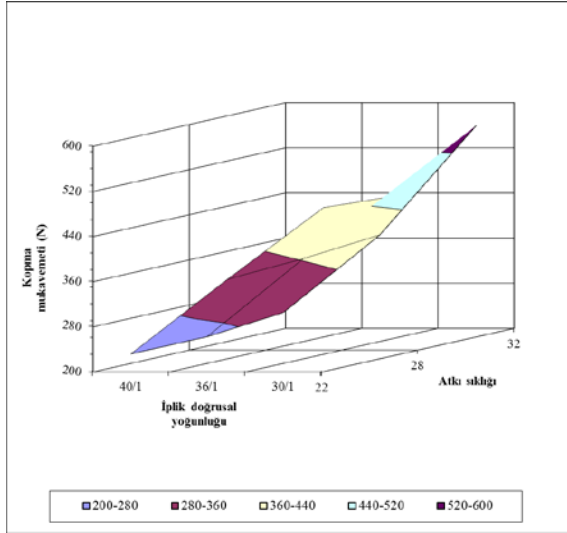
| Deneme no | Atkı ipliği Kopma uzama oranı (%) | Atkı ipliği Kopma Mukavemeti (g/Tex) | Atkı sıklığı (adet/cm) |
|-----------|-----------------------------------|--------------------------------------|------------------------|
| A1-1 | 6,02 | 1,86 | 22 |
| A1-2 | 6,02 | 1,86 | 28 |
| A1-3 | 6,02 | 1,86 | 32 |
| A2-1 | 5,19 | 1,8 | 22 |
| A2-2 | 5,19 | 1,8 | 28 |
| A2-3 | 5,19 | 1,8 | 32 |
| A3-1 | 5,8 | 1,82 | 22 |
| A3-2 | 5,8 | 1,82 | 28 |
| A3-3 | 5,8 | 1,82 | 32 |
| A4-1 | 6,52 | 1,63 | 22 |
| A4-2 | 6,52 | 1,63 | 28 |
| A4-3 | 6,52 | 1,63 | 32 |
| A5-1 | 5,67 | 1,7 | 22 |
| A5-2 | 5,67 | 1,7 | 28 |
| A5-3 | 5,67 | 1,7 | 32 |
| A6-1 | 7,98 | 2,05 | 22 |
| A6-2 | 7,98 | 2,05 | 28 |
| A6-3 | 7,98 | 2,05 | 32 |

Tablo 2'den görüleceği üzere iplik karışımında %50 PET olması durumunda iplik mukavemetinin arttığı viskon karışımında ve %33 PET karışımında iplik mukavemetinin düştüğü görülmüştür. Söz konusu düşüşün lif kompozisyonundan ziyade bükümdeki farklılıktan dolayı oluştuğu düşünülmektedir.

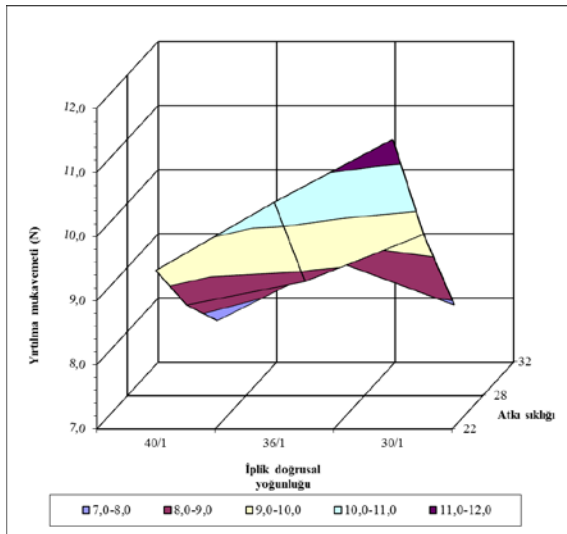
Tablo 3: Kumaşın atkı yönündeki kopma mukavemet ve uzama oranı

| Deneme no | Kumaş Kopma Mukavemeti (N) | Standart sapma | Kumaş yırtılma Mukavemeti (N) | Standart Sapma |
|-----------|----------------------------|----------------|-------------------------------|----------------|
| A1-1 | 232 | 9,2 | 9,5 | 0,3 |
| A1-2 | 325 | 2,9 | 8,4 | 0,2 |
| A1-3 | 414 | 24,8 | 7,6 | 0,3 |
| A2-1 | 263 | 8,0 | 10,5 | 0,8 |
| A2-2 | 362 | 4,6 | 8,8 | 0,6 |
| A2-3 | 436 | 17,3 | 8,6 | 0,1 |
| A3-1 | 305 | 5,4 | 11,5 | 0,3 |
| A3-2 | 404 | 12,3 | 9,5 | 0,2 |
| A3-3 | 559 | 8,8 | 7,9 | 0,5 |
| A4-1 | 318 | 6,3 | 13,5 | 0,7 |
| A4-2 | 447 | 5,2 | 11,0 | 0,3 |
| A4-3 | 540 | 22,7 | 9,6 | 0,1 |
| A5-1 | 311 | 5,0 | 12,4 | 0,3 |
| A5-2 | 429 | 5,7 | 10,0 | 0,1 |
| A5-3 | 514 | 11,7 | 8,6 | 0,2 |
| A6-1 | 409 | 13,5 | 19,4 | 0,6 |
| A6-2 | 527 | 36,7 | 13,7 | 0,2 |
| A6-3 | 659 | 25,9 | 12,4 | 0,4 |

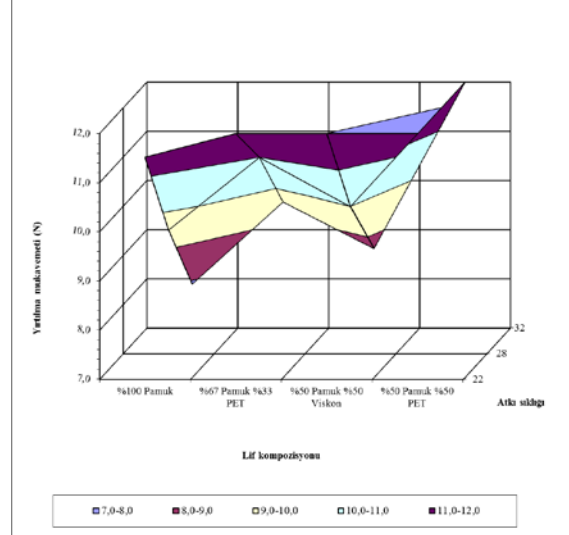
Tablo 3, Şekil 1-4'den görüleceği üzere kumaşkopma mukavemeti atkı ipliği kalınlaştıkça ve atkı sıklığı arttıkça artmaktadır. Kopma mukavemetindeki artışın atkı sıklığı ve iplik doğrusal yoğunluğu ile doğru orantılı olduğu görülmüştür. Yırtılma mukavemetinin sıklık arttıkça düştüğü bu düşüşün ise iplik doğrusal yoğunluğuna bağlı olarak değiştiği görülmüştür. İplik kalınlaştıkça düşüş oranının arttığı gözlemlenmiştir. Bu artışın atkı ipliği kalınlaştığı için daha sıkı bir doku yapısının oluşmasından kaynaklandığı öngörülmüştür. Lif kompozisyonunun değişmesiyle yırtılma mukavemetinin değiştiği yapıdaki polyester oranı arttıkça yırtılma mukavemetinin arttığı görülmüştür. Polyester oranının artmasıyla yırtılma mukavemetinin sıklık değişiminden etkilenmesinin daha fazla olduğu sonucuna varılmıştır.



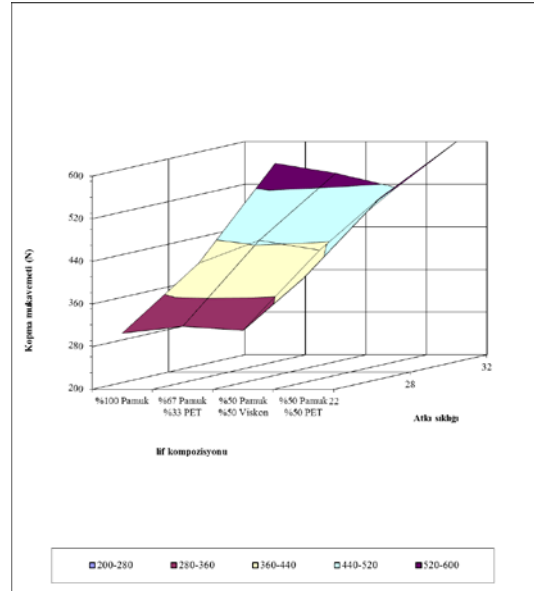
Şekil 1: Kopma Mukavemeti



Şekil 2: Yırtılma Mukavemeti



Şekil 3: Yırtılma Mukavemeti



Şekil 4: Kopma Mukavemeti

GENEL SONUÇLAR

Kopma mukavemeti kumaş sıklığı artmasına karşın yırtılma mukavemetinin düştüğü görülmüştür. Yırtılma mukavemeti kopma mukavemetinin aksine sıklık, iplik doğrusal yoğunluğu ve iplik kompozisyonu değişiminden doğrusal olarak etkilenmediği saptanmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmanın devamı olarak karışım oranları, eğirime sistemi ve iplik doğrusal yoğunluk değişimlerinin kumaş yırtılma mukavemetine, kopma mukavemetine, boncuklanma ve yüzey değişim özellikleri ile ışık ile etkileşim özelliklerine etkilerinde incelenmesi planlanmıştır. Ayrıca matematiksel modelleme yapılarak kumaş üretilmeden iplik özelliklerinin değişimi halinde

nasıl bir sonuç oluşacağına tahminlenmesine yönelik denklemler oluşturulacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Dokuma kumaş üretiminin yapılması için dokuma makinelerini çalışmamıza tahsis eden Dominant Tekstil firmasına ve iplik bobinlerin üretimini yapan Selçuk İplik firmasına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Dimitrovski K., Nikolić M., Kostajnshek K., Čižman M., 2014, "Atkı ipliklerinde vortex ve ring ipliklerin kullanıldığı dokuma kumaşların gerilme özelliklerinin karşılaştırılması", XIII. Uluslararası İzmir Tekstil ve Hazır Giyim Sempozyumu, İzmir, Türkiye.
2. Gabrijelčić H., Černoša E., Dimitrovski K., 2008, "Influence of Weave and Weft Characteristics on Tensile Properties of Fabrics", FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, 16, 45-51.
3. Yıldırım K., Kanber A., 2016, "Lif Karışım Oranlarının Kumaş Mukavemetine Etkisi", 1. Lif ve Polimer Sempozyumu.
4. Ichetaonye S., Ichetaonye D., Tenebe O., Dim J., Yibowei M., 2013, "The effect of yarn composition and stitch length on interlock fabrics", Journal of Textile and Apparel Technology and Management., 8, 1-10.

5. Kurtça E., 2001, "Atkı ipliği özellikleri, sıklık ve örgü tipinin kumaş mekanik özellikleri üzerine etkisi", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, Türkiye.

6. Teli M.D., Khare A.R., Chakrabarti R., 2008, "Dependence of yarn and fabric strength on the structural parameters", Autex Research Journal, 8, 63-67.

7. Kumaşların Kullanım Özellikleri

https://acikders.ankara.edu.tr/pluginfile.php/26133/mod_resource/content/1/Kuma%C5%9Flar%C4%B1n%20Kullan%C4%B1m%C3%96zellikleri.pdf

Son Erişim Tarihi: 15.09.18

8. Can Y., Kırtay E., 2015, "Pamuklu Bezayağı Kumaşların Yırtılma Mukavemetlerine Etki Eden İplik Özellikleri" Afyon Kocatepe Üniversitesi Dergisi, 7(2), 65-78.

9. Dhamija S., Chopra M., 2006, "Tearing Strength of Cotton Fabrics in Relation to Certain Process and Loom Parameters", 32, 439-445.

10. Mansour M., Peter, R.L., 1973, "Comparison of Physical Properties of Fabrics Woven from Open End and Ring Spun Yarns", Textile Research Journal" 154-165, (March).

11. Özdil N., Özçelik G., 2006, "A Study on Comparison of Tearing Strength Test Methods of Fabrics", Tekstil ve Konfeksiyon, 3, 174-179.

12. Scelzo, W.A., Backer, S., Boyce, M.C., 1994, "Mechanistic Role of Yarn and Fabric Structure in Determining Tear Resistance of Woven Cloth-Part I: Understanding Tongue Tear", Textile Research Journal, 64, 291-303.

Sarımsak Yağı ve Sodyum Aljinat Kullanılarak Antimikrobiyal Film Üretimi

DOKUZLU, İrem, KALEMTAŞ, Ayşe
Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malzeme
Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
ayse.kalemtas@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada hem günümüzde yaşanan çevre problemlerinin çözümüne katkı sağlamak, hem de hayvansal gıdalarda kullanmak üzere daha hijyenik ve doğal hammaddelerden antimikrobiyal gıda ambalajları geliştirmek amacıyla sarımsak yağı içeren sodyum aljinat biyobozunur antimikrobiyal film üretimi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Polimerler son yıllarda hayatımızda çok geniş bir uygulama alanı bulmuştur. Ancak petrol tabanlı olan polimerlerin kullanım sonrası doğada bozunmasının çok uzun yıllar alması ve çevreye verdiği zararlar birçok araştırmaya konu olmuştur. Bu zararlar yeni arayışları beraberinde getirmiş ve biyopolimerlerin önünü açmıştır.

Biyopolimerler bakteri, alg ve mantarlar gibi canlıların ürettiği doğal ve doğada bozunuma uğrayabilen polimerlerdir. Doğada canlılar tarafından üretilen biyopolimerler son yıllarda biyomalzeme olmalarından dolayı başta tıp olmak üzere çok sayıda farklı bilim dalında kullanılmaktadır. Aljinat da kullanılan başlıca biyobozunur özellikteki biyopolimerlerden biridir. [1]

Aljinat, aljinik asit olarak kahverengi deniz yosununda bulunmakta olup ilk olarak 19. yy'ın başlarında kimya alanında Fransızlar tarafından kullanılmıştır. Ardından 1881 yılında İngiltere'de üretim çalışmaları başlamış ve 1900'lerde ham aljinat olarak dünyaya sunulmuştur. Günümüzde en yüksek üretim pazarına sahip olan ülke Çin'dir. [2]

Aljinat suda kolayca çözünbilme özelliği sayesinde çözeltilerde kıvam arttırıcı olarak kullanılabilirdiği gibi jel olarak ve film yapımında da gün geçtikçe artan oranda kullanım imkanı bulmaktadır. [2]

Aljinat filmler özellikle biyobozunur doğası sayesinde çevreye zarar vermemesi ve atık problemlerini ortadan kaldırması ile dikkat çekmektedir. Aljinat filmler gıda ambalajı olarak tercih edildikleri zaman kullanıldıkları gıda ürününü neme ve suya karşı da koruyup raf ömrünü uzatmaktadır. Bir diğer dikkat çeken özelliği ise sentetik polimer filmlerin aksine geri dönüşümlü olarak kullanılabilir olmalarıdır. [3]

Aljinatın en önemli iyileştirmeye açık yönlerinden biri antimikrobiyal olmayışıdır. Bu negatif yönünü ortadan kaldırmak için antimikrobiyal özellik sağlayan ilavelerle birlikte kullanılmaktadır. Gıda uygulamalarında kullanılan maddeler organik asitler, bakteriyosinler, enzimler alkoller, yağ asitleri ve baharat özleridir. Sarımsak, soğan, tarçın, karanfil ve kekikten elde edilen özlerin antimikrobiyal aktivite gösterdiği birçok çalışmada kanıtlanmıştır. Bitkilerde yer alan antimikrobiyal bileşikler uçucu yağ olarak elde edilmektedir. [4]

Bu çalışmada kullanılan sarımsak yağı, buharlı damıtma kullanılarak sarımsağın soğanlarından elde edilen esanslı bir üründür. [4] Sarımsak içinde bulunan diallyl thiosulphinadedan elde edilen allisin ve alojen sarımsağın antimikrobiyal özelliğini sağlayan bileşimlerdir ve damıtma işleminde esans olarak yağa geçmektedir. [5]

Günümüzde özellikle et, tavuk gibi çabuk bozulan hayvansal gıda ürünlerinin raf ömrünü uzatmak için kullanılan ambalajların antimikrobiyal özellik taşıması da beklenmektedir. Bu nedenle aljinat filmlerin üretimi ve karakterizasyonu konusunda çok sayıda çalışma yapılmaktadır.[6-11] Bu çalışmaların bazılarında aljinat filmlerin mekanik özelliklerini iyileştirmek için çeşitli kil, selüloz lifleri vb ilavelerin katıldığı görülmektedir. [11,12] Bazı çalışmalarda ise farklı yağ ilaveleri veya ZnO, Ag gibi inorganik ilaveler yapılarak filmlerin antibakteriyal özelliğe sahip olması sağlanmaktadır.[14,15] Bu yağlar arasında sarımsak, limon, portakal, kekik, defne gibi pek çok farklı yağ yer almaktadır. [15-17] Bu nedenle bu çalışmada farklı miktarlarda sarımsak yağı içeren antimikrobiyal ve biyobozunur aljinat filmler üretilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışma kapsamında sodyum aljinat ve sarımsak yağı kullanılarak biyobozunur film üretimi gerçekleştirilmiştir.

Yöntem

100 mL saf su içerisine 3 gram sodyum aljinat ilave edilerek manyetik karıştırıcıda karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Ardından plastikleştirici olarak 0,4 mL gliserol ilave edilerek yarım saat tekrar

karıştırma işlemi yapılmıştır. Sarımsak yağı etanol ile %10 konsantrasyona seyreltildikten sonra %0,1 – %0,3 ve %0,5 (v/v) oranında aljinat çözeltisine eklenmiştir. Elde edilen son çözelti 9 cm çaplı kalıplara dökülerek 24 saat boyunca 45°C’de kurutulmuştur. Kurutulmuş aljinat filmler saf su ve CaCl₂ ile hazırlanan çözelti içerisine daldırılarak belirli sürelerle bekletildikten sonra saf suyla defalarca yıkanıp ardından tekrar kurutma işlemine tabi tutulur.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında üretilen aljinat filmlerden birine ait makroskobik görüntü Şekil 1’de sunulmaktadır. Görüldüğü üzere oldukça homojen bir film üretimi gerçekleştirilmiştir. Sarımsak yağı %0,5 oranında kullanılarak hazırlanan filme ait FTIR analizi sonucu Şekil 2’de sunulmaktadır.



Şekil 1. Üretilen aljinat filme ait görüntü

GENEL SONUÇLAR

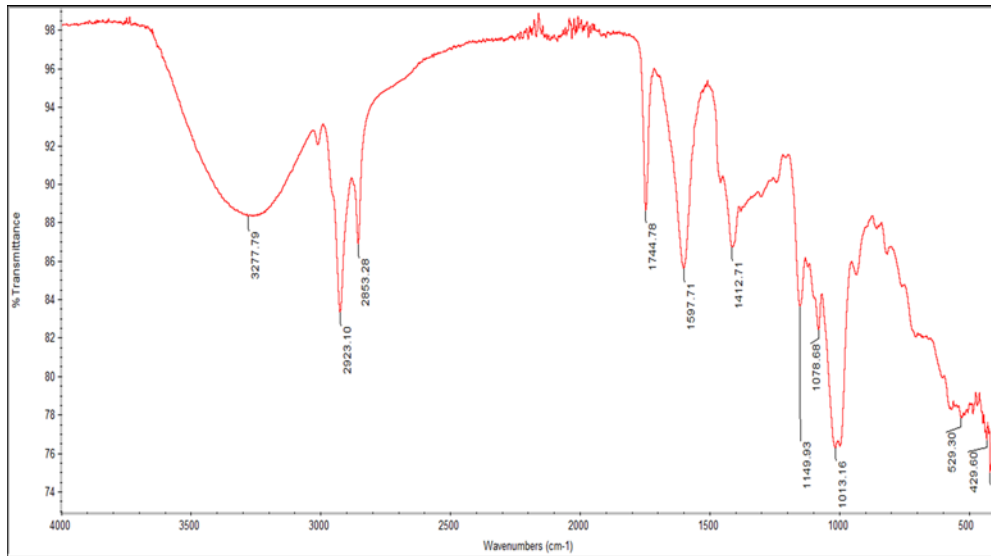
Günümüzde özellikle et, tavuk gibi çabuk bozulan hayvansal gıda ürünlerinin raf ömrünü uzatmak için kullanılan ambalajların antimikrobiyal özellik taşıması da beklenmektedir. Bu nedenle bu çalışmada farklı miktarlarda sarımsak yağı içeren antimikrobiyal ve biyobozunur aljinat filmler üretilmiştir. Üretilen filmlerin oldukça homojen olduğu gözlemlenmiştir. Filmlerin antibakteriyel ve diğer özellikleri detaylı olarak incelenerek gıda ambalajı olarak kullanım potansiyeli ortaya çıkarılacaktır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Burada sunulan verilen bu çalışmanın ilk deneysel çalışmalarına aittir. Henüz üretilen filmlerin mikroyapı, mekanik, ısıl, faz, geçirgenlik, renk analizleri ve antibakteriyel testleri vb gerçekleştirilmemiş olup ilerleyen zaman içerisinde daha kapsamlı analizler de yapılacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Aydın, S. 2011. ‘‘Biyopolimerler ve kullanım alanları’’, Erciyes Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi.
- [2] Tezcan, F. 2008. ‘‘Aljinat/Kil biyopolimer nanokompozit filmlerin eldesi ve karakterizasyonu’’, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Entitüsü.
- [3] Dursun, S. Erkan, N. ve Yeşiltaş, M. 2010. ‘‘Doğal biyopolimer bazlı (biyobozunur) nanokompozit filmler ve su ürünlerindeki uygulamaları’’, Journal of Fisheries Sciences.
- [4] Pranoto, Y., Salokhe, S., Rakshit, S. 2005. ‘‘Physical and antibacterial properties of alginate-based edible film incorporated with garlic oil’’, Food Reserch International, 38, 267-272.



Şekil 2. %0,5 oranında sarımsak yağı kullanılarak hazırlanan filme ait FTIR analizi sonucu

- [5] Evren, M., Apan, M., Albayram, C., 2006. "Sarımsağın Antimikrobiyel Özellikleri", Türkiye 9. Gıda Kongresi, 24-26 Mayıs, Bolu.
- [6] D.S. Cha, J.H. Choi, M.S. Chinnan, H.J. Park, Antimicrobial films based on Na-alginate and κ -carrageenan, *LWT-Food Science and Technology* 35(8) (2002) 715-719.
- [7] R.D. Joerger, Antimicrobial films for food applications: a quantitative analysis of their effectiveness, *Packaging Technology and Science: An International Journal* 20(4) (2007) 231-273.
- [8] J.H. Han, Antimicrobial packaging systems, *Plastic Films in Food Packaging*, Elsevier2013, pp. 151-180.
- [9] M.A. da Silva, B.T. Iamanaka, M.H. Taniwaki, T.G. Kieckbusch, Evaluation of the antimicrobial potential of alginate and alginate/chitosan films containing potassium sorbate and natamycin, *Packaging Technology and Science* 26(8) (2013) 479-492.
- [10] J. Li, J. He, Alginate-based Films and Membranes: Preparation, Characterization and Applications, *Nanostructured Polymer Membranes, Volume 1: Processing and Characterization 1* (2016) 457.
- [11] M. Alboofetileh, M. Rezaei, H. Hosseini, M. Abdollahi, Antimicrobial activity of alginate/clay nanocomposite films enriched with essential oils against three common foodborne pathogens, *Food Control* 36(1) (2014) 1-7.
- [12] T. Huq, S. Salmieri, A. Khan, R.A. Khan, C. Le Tien, B. Riedl, C. Fraschini, J. Bouchard, J. Uribe-Calderon, M.R. Kamal, Nanocrystalline cellulose (NCC) reinforced alginate based biodegradable nanocomposite film, *Carbohydrate polymers* 90(4) (2012) 1757-1763.
- [13] R. Irkin, O.K. Esmer, Novel food packaging systems with natural antimicrobial agents, *Journal of food science and technology* 52(10) (2015) 6095-6111.
- [14] D.S. Lee, Packaging containing natural antimicrobial or antioxidative agents, *Innovations in food packaging*, Elsevier2005, pp. 108-122.
- [15] M. Maizura, A. Fazilah, M. Norziah, A. Karim, Antibacterial activity and mechanical properties of partially hydrolyzed sago starch–alginate edible film containing lemongrass oil, *Journal of Food Science* 72(6) (2007) C324-C330.
- [16] Y. Pranoto, V.M. Salokhe, S.K. Rakshit, Physical and antibacterial properties of alginate-based edible film incorporated with garlic oil, *Food research international* 38(3) (2005) 267-272.
- [17] M. Oussalah, S. Caillet, S. Salmieri, L. Saucier, M. Lacroix, Antimicrobial effects of alginate-based film containing essential oils for the preservation of whole beef muscle, *Journal of Food Protection* 69(10) (2006) 2364-2369.

Aljinat Esaslı Kompozit Kürelerle Fosfat Giderimi

KARATAŞ¹, Okan, İŞLEYEN¹, Mehmet, AYGÜN¹, Ahmet ve KALEMTAŞ^{2*}, Ayşe

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi,
Çevre Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye

²Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi,
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
ayse.kalemtas@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Sularda fosfat kirliliği günümüzde karşılaşılan önemli çevre sorunlarından biri olup bu çalışmada aljinat-CeO₂ polimer esaslı kompozit küreleri üretilerek sulardaki fosfat kirliliğinin giderilmesi için adsorpsiyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

GİRİŞ

Fosfor elementi, çeşitli kimyasal formlarda doğal olarak bulunur ve tüm canlı organizmalar için vazgeçilmez bir özelliğe sahiptir. Ayrıca fosfor sucul ortamlarda sınırlayıcı besin olarak kabul edilmekte olup doğada en yaygın fosfor formu fosfattır. [1] Fosfat içeren malzemeler özellikle gübre, yiyecek ve içecek endüstrisi, temizlik malzemeleri, su yumuşatmada kullanılan malzemeler ve metalurji sektörü gibi pek çok farklı endüstriyel uygulama alanına sahiptir. [2] Günümüzde fosfat içeren malzemelerin yaygın şekilde kullanılması nedeniyle önemli oranlarda fosfat içeren atıkların oluşumu da ne yazık ki kaçınılmaz olmaktadır. Bu atıklar ise genellikle arıtılmayan evsel ve endüstriyel atık sularla, erozyon veya yağmur sularıyla ırmak, göl ve denizlere ulaşmakta ve çok önemli bir su kirliliğine neden olmaktadır. [3]

Su sistemlerinde aşırı fosfat girişi, ekosistemi tehdit eden ötrofikasyona neden olmaktadır. [4] Fosfat içeren kirliliklerin büyük su kaynaklarına ulaşmadan önce arıtılması gerekmektedir. Sudaki aşırı fosfat alglerin büyümesini artırır ve su kalitesinin bozulmasına neden olmaktadır. Fosfat giderimi ve ötrofikasyonun kontrolü için günümüzde kimyasal çöktürme, biyolojik giderim ve adsorpsiyon gibi pek çok farklı teknikler kullanılabilir. Bunlar arasında adsorpsiyon yöntemi kolay çalışması, maliyet etkin bir yöntem olması, düşük fosfat konsantrasyonlarında bile oldukça verimli olması ve yeniden kullanılabilirlik gibi önemli avantajları nedeniyle son yıllarda özellikle dikkat çekmektedir. [5, 6]

Kahverengi deniz yosunlarından elde edilen ve doğal bir polisakarit olan aljinat, sulu sistemlerde yer alan pek çok farklı kirleticilerin uzaklaştırılmasında kullanılmakta olan verimli, elde edilmesi kolay, biyoyumlu, toksik olmayan, hidrofilik özelliğe sahip, biyo-bozunur ve ekonomik bir biyopolimerdir. Aljinat sahip olduğu ilgi çekici özellikleri nedeniyle özellikle son yıllarda üzerinde çok sayıda çalışma yapılmakta olan bir

biyo-adsorban malzemedir. İki değerlikli Ca⁺², Sr⁺², Ba⁺² gibi çeşitli kationların varlığında jel oluşturma kabiliyetine de sahip olan aljinatlar pek çok farklı uygulamada alanlarında kullanıma sahip olan ve kullanım alanları her geçen gün artmakta olan bir malzemedir. [7, 8] Aljinat küreler özellikle Cu, Mn, Co, Pb, Cd, Ni, La gibi ağır metallerin, çeşitli boyar maddelerin ve bazı diğer kirleticilerin atık sudan uzaklaştırılması için kullanılmaktadır. [7, 9-16]

Nadir toprak elementleri içerisinde seryum oksit (CeO₂) en bol bulunan ve en ekonomik olan oksitlerden biri olup asit ve bazlara karşı oldukça dirençlidir. Florür, dikromat ve arsenik türevleri gibi çeşitli zararlı iyonlara karşı adsorpsiyon kapasitesi oldukça yüksek olan CeO₂ fosfat adsorpsiyonu uygulamalarında da kullanılmaktadır. [17-22] Bu çalışmada aljinat-CeO₂ kompozit küreleri üretilerek bu kompozitlerin fosfat adsorpsiyon özellikleri incelenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Kompozit küre üretiminde aljinat ve CeO₂ tozları kullanılmıştır. Fosfat içeren çözeltiler, Merck'den temin edilen potasyum dihidrojen fosfat (KH₂PO₄) kimyasalı ile 50 ppm olacak şekilde hazırlanmış olup, çözeltilerin pH değerleri, NaOH ve HCl ile ayarlanmıştır.

Yöntem

Aljinat-CeO₂ kompozit kürelerin üretilmesi için öncelikle ağırlık %3 aljinat içeren bir sulu çözelti saf su kullanılarak hazırlanmış ardından içerisine ağırlık %2 oranında CeO₂ ilavesi gerçekleştirilmiştir. Çözelti homojen oluncaya kadar mekanik karıştırıcı ve ultrasonik kullanılarak karıştırılmıştır. Hazırlanan çözelti bir şırınga pompa yardımıyla CaCl₂ sulu çözeltisine damlatılarak kompozit küreler (Şekil 1) elde edilmiştir. Hazırlanan polimer esaslı kompozit küreler en az 1 saat CaCl₂ sulu çözeltisi içerisinde bekletildikten sonra defalarca saf su ile yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlemin ardından üretilen küreler 70°C'de 24 saat süreyle kurutulduktan sonra deneysel çalışmalarda kullanılmıştır.

Beş farklı pH değerinde (pH= 4,9-7,0-9,1-10,0-11,0) üç saat süreyle 0, 90 ve 180 dakikalarda ölçüm alınmak suretiyle deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Alınan numuneler

0,22 µm şırınga filtreden geçirilerek, numunelerdeki fosfat konsantrasyonları Thermo Scientific Dionex ICS-1100 cihazı kullanılarak belirlenmiştir. Cihazda yapılan fosfat analizleri için altı noktalı bir kalibrasyon eğrisi çizilmiş ve bu eğrinin R² değeri 0,9996 olarak hesaplanmıştır.



(a)

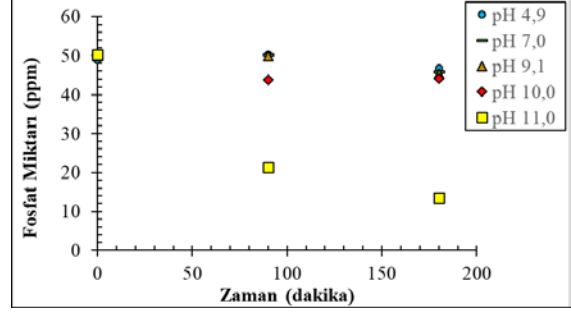


(b)

Şekil 1. Üretim sonrası (a) herhangi bir işlem uygulanmamış olan ve (b) 70°C’de 24 saat kurutma işlemi uygulanan aljinat–CeO₂ polimer esaslı kompozit küreler.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında üretilen aljinat–CeO₂ kompozit küreler kullanılarak beş farklı pH değerinde (pH=4,9–7,0–9,1–10,0–11,0) yapılan deneysel çalışmalar sonucunda sulu fazdan fosfat giderimi Şekil 2’de sunulmaktadır. Çözeltinin pH değeri arttıkça sulu fazdan fosfat gideriminin arttığı gözlemlenmiştir. Şekil 2’den de görüldüğü üzere en yüksek verim olan %73 giderim değerine 3 saatin sonunda pH=11,0 değerinde ulaşılmıştır. Asidik pH değerinde ise sadece %4 gibi göz ardı edilebilecek bir giderim sağlandığı belirlenmiştir.



Şekil 2. Gerçekleştirilen deneysel çalışmaları neticesinde elde edilen fosfat giderimi

GENEL SONUÇLAR

- Bu çalışmada aljinat–CeO₂ polimer esaslı kompozit küreler üretilmiş ve bu kürelere üretim sonrası kurutma hariç herhangi bir işlem uygulanmamıştır.
- Beş farklı pH (pH= 4,9–7,0–9,1–10,0–11,0) değerinde deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Üretilen kompozit kürelerin bazik bölgede etkin giderim sağladığı ancak asidik bölgede çalışılan pH değerinde (pH= 4,9) verimin çok düşük olduğu belirlenmiştir.
- En yüksek fosfat gideriminin pH=11,0’da sağlandığı ve verimin %73 olduğu belirlenmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Farklı bileşimlerde kompozit küreler üretilerek, bu kompozitlerin faz bileşimi, mikroyapısı ve ısıl özellikleri incelenecektir. Üretim sonrası kompozitlere çeşitli ısıl, kimyasal vb. işlemler uygulanarak bu değişkenlerin fosfat giderim kapasitesine etkileri incelenecektir.

TEŞEKKÜR

Elif KOÇ’a Thermo Scientific Dionex ICS-1100 kullanımı konusundaki yardımları için teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] H. Fu, Y. Yang, R. Zhu, J. Liu, M. Usman, Q. Chen, H. He, Superior adsorption of phosphate by ferrihydrite-coated and lanthanum-decorated magnetite, *Journal of colloid and interface science* 530 (2018) 704-713.
- [2] K. Karageorgiou, M. Paschalis, G.N. Anastassakis, Removal of phosphate species from solution by adsorption onto calcite used as natural adsorbent, *Journal of Hazardous Materials* 139(3) (2007) 447-452.
- [3] A.S. Brooks, M.N. Rozenwald, L.D. Geohring, L.W. Lion, T.S. Steenhuis, Phosphorus removal by wollastonite: A constructed wetland substrate, *Ecological Engineering* 15(1-2) (2000) 121-132.

- [4] J. Xiong, Y. Qin, E. Islam, M. Yue, W. Wang, Phosphate removal from solution using powdered freshwater mussel shells, *Desalination* 276(1-3) (2011) 317-321.
- [5] B. Zhang, N. Chen, C. Feng, Z. Zhang, Adsorption for phosphate by crosslinked/non-crosslinked-chitosan-Fe (III) complex sorbents: Characteristic and mechanism, *Chemical Engineering Journal* 353 (2018) 361-372.
- [6] P. Loganathan, S. Vigneswaran, J. Kandasamy, N.S. Bolan, Removal and recovery of phosphate from water using sorption, *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 44(8) (2014) 847-907.
- [7] L. Obeid, N. El Kolli, N. Dali, D. Talbot, S. Abramson, M. Welschbillig, V. Cabuil, A. Bée, Adsorption of a cationic surfactant by a magsorbent based on magnetic alginate beads, *Journal of colloid and interface science* 432 (2014) 182-189.
- [8] B. Sarmiento, S. Martins, A. Ribeiro, F. Veiga, R. Neufeld, D. Ferreira, Development and comparison of different nanoparticulate polyelectrolyte complexes as insulin carriers, *International Journal of Peptide Research and Therapeutics* 12(2) (2006) 131-138.
- [9] A. Pandey, S. Pandey, V. Misra, S. Devi, Role of humic acid entrapped calcium alginate beads in removal of heavy metals, *Journal of hazardous materials* 98(1-3) (2003) 177-181.
- [10] V. Rocher, A. Bee, J.-M. Siaugue, V. Cabuil, Dye removal from aqueous solution by magnetic alginate beads crosslinked with epichlorohydrin, *Journal of Hazardous Materials* 178(1-3) (2010) 434-439.
- [11] A. Esposito, A. Reverberi, Copper adsorption on calcium alginate beads: equilibrium pH-related models, *Hydrometallurgy* 65(1) (2002) 43-57.
- [12] T. Gotoh, K. Matsushima, K.-I. Kikuchi, Adsorption of Cu and Mn on covalently cross-linked alginate gel beads, *Chemosphere* 55(1) (2004) 57-64.
- [13] A.-F. Ngomsik, A. Bee, J.-M. Siaugue, D. Talbot, V. Cabuil, G. Cote, Co (II) removal by magnetic alginate beads containing Cyanex 272®, *Journal of hazardous materials* 166(2-3) (2009) 1043-1049.
- [14] D. Wu, J. Zhao, L. Zhang, Q. Wu, Y. Yang, Lanthanum adsorption using iron oxide loaded calcium alginate beads, *Hydrometallurgy* 101(1-2) (2010) 76-83.
- [15] F. Wang, X. Lu, X.-y. Li, Selective removals of heavy metals (Pb²⁺, Cu²⁺, and Cd²⁺) from wastewater by gelation with alginate for effective metal recovery, *Journal of hazardous materials* 308 (2016) 75-83.
- [16] V. Rocher, A. Bee, J.-M. Siaugue, V. Cabuil, Dye removal from aqueous solution by magnetic alginate beads crosslinked with epichlorohydrin, *Journal of Hazardous Materials* 178(1) (2010) 434-439.
- [17] A. Raichur, M.J. Basu, Adsorption of fluoride onto mixed rare earth oxides, *Separation and Purification Technology* 24(1-2) (2001) 121-127.
- [18] H. Xiao, Z. Ai, L. Zhang, Nonaqueous sol-gel synthesized hierarchical CeO₂ nanocrystal microspheres as novel adsorbents for wastewater treatment, *The Journal of Physical Chemistry C* 113(38) (2009) 16625-16630.
- [19] M.J. Haron, F. Ab Rahim, A.H. Abdullah, M.Z. Hussein, A. Kassim, Sorption removal of arsenic by cerium-exchanged zeolite P, *Materials Science and Engineering: B* 149(2) (2008) 204-208.
- [20] R. Li, Q. Li, S. Gao, J.K. Shang, Exceptional arsenic adsorption performance of hydrous cerium oxide nanoparticles: Part A. Adsorption capacity and mechanism, *Chemical Engineering Journal* 185 (2012) 127-135.
- [21] X. Peng, Z. Luan, J. Ding, Z. Di, Y. Li, B. Tian, Ceria nanoparticles supported on carbon nanotubes for the removal of arsenate from water, *Materials letters* 59(4) (2005) 399-403.
- [22] W. Sun, Q. Li, S. Gao, J.K. Shang, Exceptional arsenic adsorption performance of hydrous cerium oxide nanoparticles: Part B. Integration with silica monoliths and dynamic treatment, *Chemical Engineering Journal* 185 (2012) 136-143.

Sulardan Katyonik Boyaların Gideriminde Kullanılan Polimer Kompozitler

SÖZÜGEÇER, Sevgi¹, KARA, Ali¹

¹Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü
ssozucecer@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Endüstriyel atık sularda yer alan katyonik boya kirliliklerini adsorplamak için polimer kompozitler geliştirmek.

GİRİŞ

Bazık boya da denilen katyonik boyalar tekstil endüstrisinde akrilik, naylon ve yün ürünlerin boyanmasında kullanılır. Boyalar, biyomedikal, plastik, kozmetik, kauçuk, gıda, deri, farmasötik endüstriler gibi bir çok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır. (1)

Atık sulardaki bazık boyalar çok toksik, biyodegrade olmayan, fizikokimyasal yöntemlerle bozunmayan özellikte olduklarından insan sağlığına tehlikeli unsurdur. (2)

Adsorpsiyon haricinde diğer yöntemler pahalıdır ve düşük konsantrasyonlarda verim göstermezler. Kimyasal ve fiziksel adsorpsiyon basit ve efektif yöntemlerdir. Bu yüzden diğer yöntemler arasında adsorpsiyon boya gideriminde tercih edilen bir yöntemdir.

Adsorpsiyonun verimi kullanılan adsorbent kalitesinden ileri gelir. Bu nedenle de daha iyi bir adsorbent tasarlamak önem taşımaktadır. Araştırmacılar boyaların yapısına afinitesi olan adsorbentler sentezlediklerinde yüksek verimli adsorpsiyon elde edebilirler. (3-7)

Bu çalışmada, yüksek verimli manyetik polimer kompozitlerin sentezlenmesi hedeflenmektedir. Polimerik yapılar bazık sarı 28 giderimi amacıyla süspansiyon polimerizasyonu ile sentezlenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Bazık Sarı 28 (BY28)

Sigma Aldrich

Nitrik asit

Merck

Sodyum hidroksit

Merck

Etilenglikoldimetakrilat (EG)

Merck

N-vinil Prolidon (VPO)

Merck

2,2'-Azobisisobütironitril (AIBN)

Sigma- Aldrich

Poli (vinil alkol) (PVA; MA: 72.000, %98 hidrolize edilmiş)

Merck

Manyetit(Fe₃O₄,20-30nmçapında)

Sigma- Aldrich

Toluen

Merck

Etil Alkol

Merck

UV-vis. (Hach Lange Dr 5000) spektrofotometresi.

SEM

(Carl Zeiss Evo 40, Cambridge, İngiltere)

Yöntem

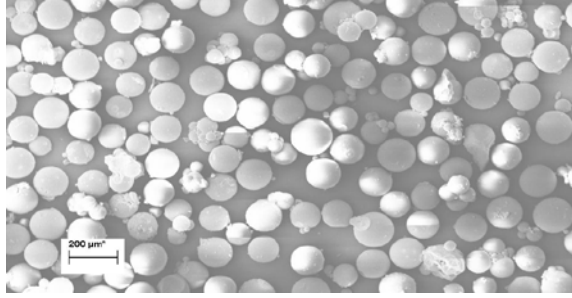
m-poli(EG-VPO) mikroküreleri, N-vinil pirolidon (VPO) ve etilenglikoldimetakrilat (EG) monomerlerinin süspansiyon polimerizasyonu ile elde edildi. M-poli(EG-VPO) kürelerinin sentezinde kullanılan bu yöntemde bir dispersiyon fazı, bir de organik faz yer almaktadır. Dispersiyon fazı; 50 ml saf suda PVA stabilizöründen 0.2 gramının karıştırıcı ısıtıcıda çözünmesiyle oluşturulmuştur. Organik faz ise; 0,1 g başlatıcı AIBN 10 mL gözenek yapıcı toluende 5 dakika karıştırılarak çözünmesi sağlanıp 5,0 mL çapraz bağlayıcı EG ve 3,4 mL VPO monomeri eklenip homojen faz elde edilinceye kadar karıştırılarak hazırlanmıştır. 65°C sabit sıcaklıkta, kapalı silindirik pyrex camdan yapılmış polimerizasyon reaktöründe (Electromantle Ceketli Isıtıcı, İngiltere) manyetik karıştırıcı yardımıyla sistem karıştırılarak sırasıyla dispersiyon fazı, 1,0 g manyetit, organik faz eklenerek karıştırılmıştır. Polimerizasyon, 65°C sıcaklıkta 4 saat, 75°C sıcaklıkta 2 saat 600 rpm karıştırma hızında sürdürüldü. Belirtilen süre sonrasında dispersiyon fazı dekante edildi. Elde edilen polimer mikroküreler, su ve etil alkol karışımında bir gün bekletildi. Sıvı karışım dekante edildi. Tepkimeye girmeyen monomer veya çözücünün uzaklaştırılması amacıyla polimer mikroküreler su ve etil alkolle yıkandı. Yıkama işleminden sonra da polimer mikroküreler süzülüp vakum etüvünde 70°C sıcaklıkta 48 saat süre ile kurutuldu.

m-poli(EG-VPO) mikrokürelerinin yüzey yapısı, yüksek büyütme sağlaması nedeniyle taramalı elektron mikroskobu (SEM) (Carl Zeiss Evo 40, Cambridge, İngiltere) ile incelendi. İlk adımda

mikroküreler, iletken bir yapıştırıcı yardımıyla SEM plakası üzerine tutturuldu. Sonra, mikrokürelerin yüzeyi vakum altında 200 Å kalınlığında metalik altın ile kaplanarak iletken hale gelmesi sağlandı ve örnek SEM örnek yuvasına yerleştirilerek fotoğrafları çekildi.

Adsorpsiyon çalışmaları BY28 sulu çözeltileriyle yapılmıştır. Optimum pH belirlenmiş İzoterm çalışmaları için farklı konsantrasyonlarda adsorpsiyon miktarları belirlenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA



Şekil 1. m-poli (EG-VPO) mikrokürelerinin SEM görüntüsü

m-poli(EG-VPO) mikrokürelerinin yüzey morfolojisi, taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile görüntüldü. Sentezlenen bu mikroküreler için elde edilmiş olan SEM görüntüsü (Şekil 1), m-poli(EG-VPO) mikrokürelerinin küresel yapısını göstermektedir.

Maksimum adsorpsiyon miktarı pH 2-10 arasında pH 8’de elde edildi.

Başlangıç konsantrasyonu 150 ppm iken adsorpsiyon miktarı pH 8’de 31,75 mg/g olarak elde edildi.

Adsorpsiyon dengeye 30 dakikada gelmiştir.

Langmuir ve Freundlich adsorpsiyon izoterm modelleri uygulandı. Langmuir izoterm modeline uygun olduğu görüldü.

GENEL SONUÇLAR

m-poli(EG-VPO) mikroküreleri; etilen glikol dimetakrilat (EG), N-vinil piroolidon (VPO), başlatıcı 2,2’-azobisisobütironitril (AIBN) ve stabilizör poli(vinil alkol) (PVA) kullanılarak süspansiyon polimerizasyonu yöntemiyle sentezlenmiştir.

BY28’in polimer kompozitlere adsorpsiyonunun Langmuir izoterm modeline uyumlu olduğu belirlenmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Adsorpsiyon kinetiği ve desorpsiyon çalışmaları yapılması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Photocatalytic degradation of Basic Red 46 and Basic Yellow 28 in single and binary mixture by UV/TiO₂/periodate system Belgin Gozmena,*, Meral Turabikb,**, Arif Hesenovc Journal of Hazardous Materials 164 (2009) 1487–1495
- [2] Removal of basic yellow dye from aqueous solutions by sorption onto reed as an adsorbent F. Boudrahema,*, F. Aissani-Benissada, A. Soualhb Desalination and Water Treatment, 54:6, 1727-1734
- [3] Equilibrium and kinetic study on the adsorption of basic dye (BY28) onto raw Ca-bentonite Yasemen Kalpaklı, Şafak Toygun, Gülhan Köneçoğlu & Mesut Akgün Desalination and Water Treatment, 52:37-39, 7389-7399
- [4] Regeneration Research of Porous Magnetic Microspheres during Treatment of Wastewater Containing Cationic Dyes Qingquan Liu, Li Wang, Anguo Xiao, Haojie Yu & Mårten Ericson Separation Science and Technology, 45:16, 2345-2349
- [5] A study of the photocatalytic degradation of the textile dye CI Basic Yellow 28 in water using a P160 TiO₂-based catalyst
- J. Serb. Chem. Soc. 77 (12) 1747–1757 (2012)
- [6] Adsorption of Basic Yellow 28 onto Chemically-Modified Activated Carbon: Characterization and Adsorption Mechanisms Catia R. L. Aguiar, I* Eliton Fontana, I José A. B. Valle, I Ant^onio A. U. Souza, I Ayres F. Morgado² and Selene M. A. G. U. Souza² 1. Federal University of Santa Catarina, Textile Engineering Department, Laboratory of Mass Transfer, 89065-300,
- Blumenau, SC, Brazil 2. Federal University of Santa Catarina, Chemical Engineering Department, Laboratory of Mass Transfer, P.O. Box 476, 88040-900, Florianopolis, SC, Brazil
- [7] Removal of dyes by an integrated process coupling adsorption and photocatalysis in batch mode Salim Boumaza • Farida Kaouah • Said Omeiri • Mohamed Trari • Zoubida Res Chem Intermed (2015) 41:2353–2375 DOI 10.1007/s11164-013-1351-5 Yazar soyadlarına göre alfabetik sırada yazılır.

Conductivity Enhancement of PEDOT:PSS for Transparent Electrode Studies

BORAZAN, İsmail^{1,2}, BEDELOĞLU, Ayşe³, DEMİR, Ali¹

¹Department of Textile Engineering, İstanbul Technical University, 34437, İstanbul, Turkey

²Department of Textile Engineering, Bartın University, 74110, Bartın, Turkey

³Department of Fiber and Polymer Engineering, Bursa Technical University, 16100, Bursa, Turkey
iborazan@itu.edu.tr

AIM

It is aimed in this study, to enhance the conductivity of PEDOT:PSS as a transparent electrode for organic solar cells (OSC) substitute to indium tin oxide (ITO). After fabrication of PEDOT:PSS layer, it was treated with various chemicals.

INTRODUCTION

The production of new materials, the developments in material engineering, and the developed device structures have resulted in an increase in the research and development efforts of organic solar cells in the last 40 years [1]. Despite the fact that mostly inorganic materials are used for photovoltaics [2], many researchers have also spent tremendous efforts to improve organic solar cells within the last four decades [3-8].

The organic SCs generally consist of a light-harvesting semiconductor sandwiched between two electrodes. In detail, bulk heterojunction (BHJ) organic solar cells have the following layers (See Figure 1):

- Semi-transparent conductive layer as electrode at the bottom (Indium Tin Oxide (ITO), Ag NW, PEDOT:PSS (PH 1000) etc.),
- A conductive polymer to smoothen the surface of ITO and hole-injection layer (Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrenesulfonate) (PEDOT:PSS (P VP AI 4083)),
- Polymer-based light-harvesting photoactive layer (P3HT:PCBM, etc.), and
- Top electrode (Al, Ag, Ca, etc.) to collect electrons [9].

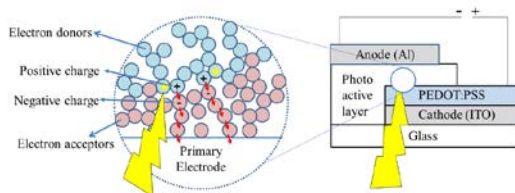


Figure 1. Structure of bulk heterojunction solar cell and photovoltaic conversion.

ITO is commonly used in optoelectronic devices as hole transport layer with its prevailing properties of high conductivity (10-30 S/m), high optical transparency (over

90 % transparency at 550 nm), and suitable WF (<4.8 eV) [2]. However, such disadvantages as high temperature processes, vacuum conditions, decreasing of indium resources, acid requirement for some processes, surface roughness, brittleness when it is bent [3-5] forced the researchers to find alternatives to ITO. Carbon nanotubes [6-8, 10], carbon based materials like graphenes [11-13], conductive polymers [14-18], metal grids [19-21], nanowires [22-24], semi-transparent metal layers [25, 26], metal oxides [27, 28] and combination of these materials can be given as examples for alternatives to ITO. These materials are indispensable materials for optoelectronic devices as transparent electrodes.

In literature, there are number of studies to improve conductivity of PEDOT:PSS (PH1000) to use as an electrode alternative to transparent conductive ITO.

Researchers added various solvents such as alcohols or acids to PEDOT:PSS solution or dropping them to PEDOT:PSS (PH 1000) layer. PEDOT:PSS (PH 1000) electrodes are not only flexible but also solution processable [18, 29-36]. In this work, selected solutions, methanol, acetone, sulfuric acid, hydrochloric acid, formic and DCB:methanol mixture were dropped on a spin-coated PEDOT:PSS (PH1000) layer and sheet resistance of the thin film were measured before and after the treatment.

EXPERIMENTAL

Materials

Microscope slides purchased from the stock were used as substrates. PEDOT:PSS (see Figure 2 for the chemical structure) was purchased as high conductive grade (Clevios PH 1000) with <0.0012 Ω .cm bulk resistance from Heraeus company [37].

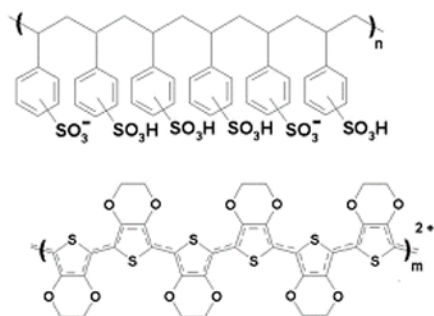


Figure 2: The chemical structure of PEDOT:PSS [38].

All the solvents with technical grade were purchased from Sigma-Aldrich [39].

Methods

The slides cut as 20mm squares were sonicated in acetone, isopropanol (IPA), deionized water, respectively, dried in vacuum oven and then UV-ozone treated prior to coating. Selected solvents were dropped on a spin-coated PEDOT:PSS layer and sheet resistance of the thin film were measured before and after the treatment.

EXPERIMENTAL RESULTS/DISCUSSION

In order to enhance the conductivity of the PEDOT:PSS, the applied treatments and their sheet resistance values measured are given in Table 1.

Table 1: The sheet resistance measurements of solution treated PEDOT:PSS layers.

| Treatment | Sheet resistance (Ω/cm) |
|-------------------|---|
| No treatment | 218 |
| Methanol | 458 |
| Acetone | 292 |
| DCB:methanol | 254 |
| Formic acid | 152 |
| Hydrochloric acid | 192 |
| Sulfuric acid | 100 |

As seen from Table 1, the best conductivity is obtained with sulfuric acid treatment resulting almost doubled as pristine PEDOT:PSS (PH 1000).

In the light of the above results, acid treatment of PEDOT:PSS (PH 1000) layer as anode

- PEDOT:PSS (PH 1000)/PEDOT:PSS (P VP AI 4083) /P3HT:PCBM/Ca/Al

has been adopted in the preparation of standard solar cells and as a reference sample

- ITO/PEDOT:PSS/P3HT:PCBM/Ca/Al

with ITO anode was fabricated. And the device efficiencies obtained are given in Table 2.

The organic solar cells prepared as reference sample had the best power conversion efficiency (PCE) of 4.74 % which is emanating from a measured short circuit current density (J_{sc}) of 14 mA/cm^2 , a measured open circuit voltage (V_{oc}) of 0.652 V and a calculated fill factor (FF) of 0.52.

The organic solar cells prepared with PEDOT:PSS (PH 1000) anode had the best power conversion efficiency (PCE) of 0.39 % which is emanating from a measured short circuit current density (J_{sc}) of 3.2 mA/cm^2 , a measured open circuit voltage (V_{oc}) of 0.601 V and a calculated fill factor (FF) of 0.20.

Table 2: The photoelectrical results of solar cells with PEDOT:PSS and ITO anodes.

| Device | J_{sc} (mA/cm^2) | V_{oc} (V) | FF (%) | η_{best} (%) |
|-----------------|--------------------------------------|--------------|--------|-------------------|
| PEDOT:PSS anode | 3.2 | 0.601 | 20 | 0.39 |
| ITO anode | 14 | 0.652 | 52 | 4.74 |

The IV curves of the investigated OSCs with PEDOT:PSS (PH 1000) anode and reference sample are given in Figure 3.

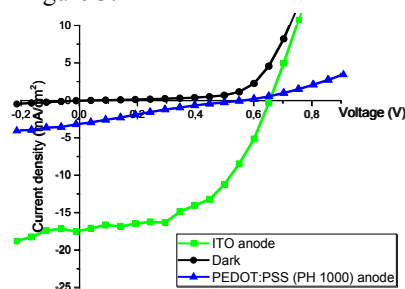


Figure 3: The IV curves of the investigated OSCs with PEDOT:PSS (PH 1000) anode and reference sample.

The optical images of the solar cells for the investigation of solar cells with PEDOT:PSS (PH 1000) anode are given in Figure 4.

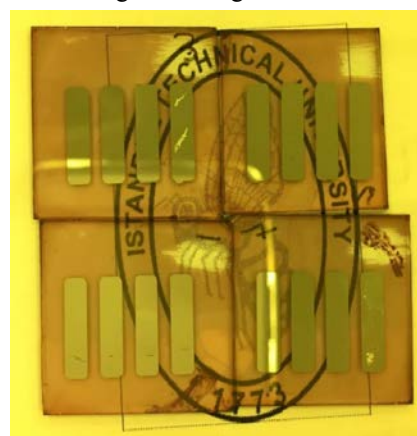


Figure 4: The optical images of the solar cells for the investigation of solar cells with PEDOT:PSS (PH 1000) anode.

CONCLUSION

Considering complicated production methods of ITO based solar cells; PEDOT:PSS can be good alternative for organic solar cells since they can be applied via solution-based coating techniques.

FUTURE WORKS

It is believed that the reason for the low efficiency obtained from the devices with PEDOT:PSS anode is coming from the very thin of PEDOT:PSS layer as

electrode together with the non-uniform of that layer on a glass substrate. Therefore the thickness and the uniformity of PEDOT:PSS anode layer should be further improved in the future work.

ACKNOWLEDGEMENTS

We acknowledge Prof. Dr. David Carroll for his supports with the facility of his laboratory.

KAYNAKLAR

1. He, Z.C., Zhong, C.M., Su, S.J., Xu, M., Wu, H.B., and Cao, Y. (2012). Enhanced power-conversion efficiency in polymer solar cells using an inverted device structure. *Nature Photonics*. 6 (9): p. 591-595.
2. Kim, K.S., Zhao, Y., Jang, H., Lee, S.Y., Kim, J.M., Kim, K.S., Ahn, J.H., Kim, P., Choi, J.Y., and Hong, B.H. (2009). Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes. *Nature*. 457 (7230): p. 706-710.
3. Alzoubi, K., Hamasha, M.M., Lu, S.S., and Sammakia, B. (2011). Bending Fatigue Study of Sputtered ITO on Flexible Substrate. *Journal of Display Technology*. 7 (11): p. 593-600.
4. Salinas, J.F., Yip, H.L., Chueh, C.C., Li, C.Z., Maldonado, J.L., and Jen, A.K.Y. (2012). Optical Design of Transparent Thin Metal Electrodes to Enhance In-Coupling and Trapping of Light in Flexible Polymer Solar Cells. *Advanced Materials*. 24 (47): p. 6362-6367.
5. Chen, Z., Cotterell, B., Wang, W., Guenther, E., and Chua, S.J. (2001). A mechanical assessment of flexible optoelectronic devices. *Thin Solid Films*. 394 (1-2): p. 201-205.
6. Barnes, T.M., Bergeson, J.D., Tenent, R.C., Larsen, B.A., Teeter, G., Jones, K.M., Blackburn, J.L., and van de Lagemaat, J. (2010). Carbon nanotube network electrodes enabling efficient organic solar cells without a hole transport layer. *Applied Physics Letters*. 96 (24).
7. Bedeloglu, A., Jimenez, P., Demir, A., Bozkurt, Y., Maser, W.K., and Sariciftci, N.S. (2011). Photovoltaic textile structure using polyaniline/carbon nanotube composite materials. *Journal of the Textile Institute*. 102 (10): p. 857-862.
8. Pasquier, A.D., Unalan, H.E., Kanwal, A., Miller, S., and Chhowalla, M. (2005). Conducting and transparent single-wall carbon nanotube electrodes for polymer-fullerene solar cells. *Applied Physics Letters*. 87 (20).
9. Gunes, S., Neugebauer, H., and Sariciftci, N.S. (2007). Conjugated polymerbased organic solar cells. *Chemical Reviews*. 107 (4): p. 1324-1338.
10. Rowell, M.W., Topinka, M.A., McGehee, M.D., Prall, H.J., Dennler, G., Sariciftci, N.S., Hu, L.B., and Gruner, G. (2006). Organic solar cells with carbon nanotube network electrodes. *Applied Physics Letters*. 88 (23).
11. Choi, Y.Y., Kang, S.J., Kim, H.K., Choi, M., and Na, S.I. (2012). Multilayer graphene films as transparent electrodes for organic photovoltaic devices. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 96 (1): p. 281-285.
12. Eda, G., Fanchini, G., and Chhowalla, M. (2008). Large-area ultrathin films of reduced graphene oxide as a transparent and flexible electronic material. *Nature Nanotechnology*. 3 (5): p. 270-274.
13. Wang, Y., Chen, X.H., Zhong, Y.L., Zhu, F.R., and Loh, K.P. (2009). Large area, continuous, few-layered graphene as anodes in organic photovoltaic devices. *Applied Physics Letters*. 95 (6).
14. Ahlswede, E., Muhleisen, W., Wahi, M.W.B.M., Hanisch, J., and Powalla, M. (2008). Highly efficient organic solar cells with printable low-cost transparent contacts. *Applied Physics Letters*. 92 (14).
15. Hsiao, Y.S., Whang, W.T., Chen, C.P., and Chen, Y.C. (2008). Highconductivity poly(3,4-thylenedioxythiophene):poly(styrene sulfonate) film for use in ITO-free polymer solar cells. *Journal of Materials Chemistry*. 18 (48): p. 5948-5955.
16. Zhou, Y.H., Cheun, H., Choi, S., Potsavage, W.J., Fuentes-Hernandez, C., and Kippelen, B. (2010). Indium tin oxide-free and metal-free semitransparent organic solar cells. *Applied Physics Letters*. 97 (15).
17. Alemu, D., Wei, H.Y., Ho, K.C., and Chu, C.W. (2012). Highly conductive PEDOT:PSS electrode by simple film treatment with methanol for ITO free polymer solar cells. *Energy & Environmental Science*. 5 (11): p.9662-9671.
18. Na, S.I., Kim, S.S., Jo, J., and Kim, D.Y. (2008). Efficient and Flexible ITOFree Organic Solar Cells Using Highly Conductive Polymer Anodes. *Advanced Materials*. 20 (21): p. 4061-4067.
19. Tvingstedt, K. and Inganas, O. (2007). Electrode grids for ITO-free organic photovoltaic devices. *Advanced Materials*. 19 (19): p. 2893-2897.
20. Zimmermann, B., Glatthaar, M., Niggemann, M., Riede, M.K., Hinsch, A., and Gombert, A. (2007). ITO-free wrap through organic solar cells - A module concept for cost-efficient reel-to-reel production. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 91 (5): p. 374-378.
21. Neophytou, M., Hermerschmidt, F., Savva, A., Georgiou, E., and Choulis, S.A. (2012). Highly efficient indium tin oxide-free organicphotovoltaics using inkjet-printed silver

- nanoparticle current collecting grids. *Applied Physics Letters*. 101 (19).
22. Lee, J.Y., Connor, S.T., Cui, Y., and Peumans, P. (2008). Solution-processed metal nanowire mesh transparent electrodes. *Nano Letters*. 8 (2): p.689-692.
 23. Ajuria, J., Ugarte, I., Cambarau, W., Etxebarria, I., Tena-Zaera, R., and Pacios, R. (2012). Insights on the working principles of flexible and efficient ITO-free organic solar cells based on solution processed Ag nanowire electrodes. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 102: p.148-152.
 24. Sachse, C., Muller-Meskamp, L., Bormann, L., Kim, Y.H., Lehnert, F., Philipp, A., Beyer, B., and Leo, K. (2013). Transparent, dip-coated silver nanowire electrodes for small molecule organic solar cells. *Organic Electronics*. 14 (1): p. 143-148.
 25. Meiss, J., Allinger, N., Riede, M.K., and Leo, K. (2008). Improved light harvesting in tin-doped indium oxide, (ITO)-free inverted bulkheterojunction organic solar cells using capping layers. *Applied Physics Letters*. 93 (10).
 26. Winkler, T., Schmidt, H., Flugge, H., Nikolayzik, F., Baumann, I., Schmale, S., Weimann, T., Hinze, P., Johannes, H.H., Rabe, T., Hamwi, S., Riedl, T., and Kowalsky, W. (2011). Efficient large area semitransparent organic solar cells based on highly transparent and conductive ZTO/Ag/ZTO multilayer top electrodes. *Organic Electronics*. 12 (10): p. 1612-1618.
 27. Park, S., Tark, S.J., Lee, J.S., Lim, H., and Kim, D. (2009). Effects of intrinsic ZnO buffer layer based on P3HT/PCBM organic solar cells with Aldoped ZnO electrode. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 93 (6- 7): p. 1020-1023.
 28. Schmidt, H., Winkler, T., Baumann, I., Schmale, S., Flugge, H., Johannes, H.H., Hamwi, S., Rabe, T., Riedl, T., and Kowalsky, W. (2011). Indium-free bottom electrodes for inverted organic solar cells with simplified cell architectures. *Applied Physics Letters*. 99 (3).
 29. Kaltenbrunner, M., White, M.S., Glowacki, E.D., Sekitani, T., Someya, T., Sariciftci, N.S., and Bauer, S. (2012). Ultrathin and lightweight organic solar cells with high flexibility. *Nature Communications*. 3.
 30. <https://www.heraeus.com>
 31. <http://www.sigmaaldrich.com>
 32. Sood, A., Sundberg, P., and Karppinen, M. (2013). ALD/MLD of novel layerengineered Zn-based inorganic-organic hybrid thin films using heterobifunctional 4-aminophenol as an organic precursor. *Dalton Transactions*. 42 (11): p. 3869-3875.

Deposition of Cu-BTC on Cotton Fabric for Sensor Application

CEMAL GÜNER, FEHİME ÖZKAN

Izmir Institute of Technology, Chemical Engineering Department. Gulbahce-Urla-İzmir

fehimeozkan@iyte.edu.tr

AIM

In this study, metal organic framework is synthesized on cotton fabric for sensor application.

INTRODUCTION

Metal-Organic Frameworks (MOFs) have high surface areas and their structural diversity makes them a significant interest to chemists. Many different methods to produce them also make them very versatile which allows scientists to tailor their chemical and physical properties towards their application areas [1]. The fundamental feature of these materials is their porosity, the ratio between total occupied and empty space, the size of the pores and the surface area. Typical values for the surface area of porous materials applied in technological processes range between 2000 and 8000 m²/g [2]. MOFs were first thought to be best for gas-storage applications however later on their versatile structure allowed scientists to use them for gas/vapor separation, selective catalysis, fabricating luminescent and fluorescent materials and also for drug delivery systems.

It is known that Cu-BTC is sensitive to humidity and various gases and that the color changes in response to these various studies.

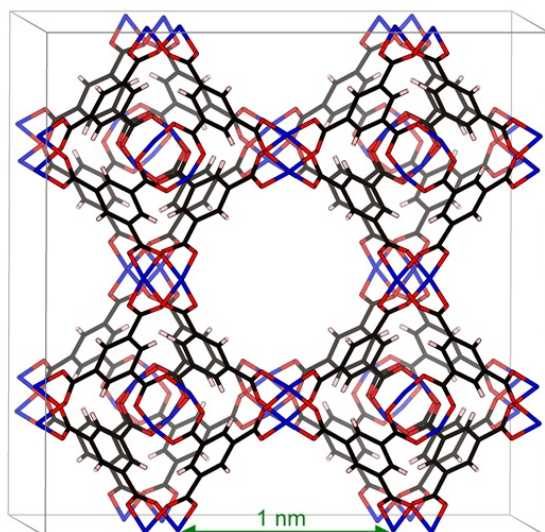


Figure 1. Crystalline structure of Cu-BTC [3]

EXPERIMENTAL

Metarials

Copper (II) nitrate trihydrate, benzene-1,3,5-tricarboxylic acid (trimesic acid), ethanol, N,N-dimethylformamide (DMF), sodium hydroxide and sodium chloroacetate were obtained from Emsure and Sigma Aldrich.

Methods

Synthesis of Cu₃(BTC)₂ on Cotton

Carboxymethylation of Cotton

The carboxymethylated cotton fabric material was prepared to deposit CuBTC. For this aim, the cotton fabric was immersed in the sodium chloroacetate solution (1 M), prepared in 15% w/v sodium hydroxide solution for 1 h.

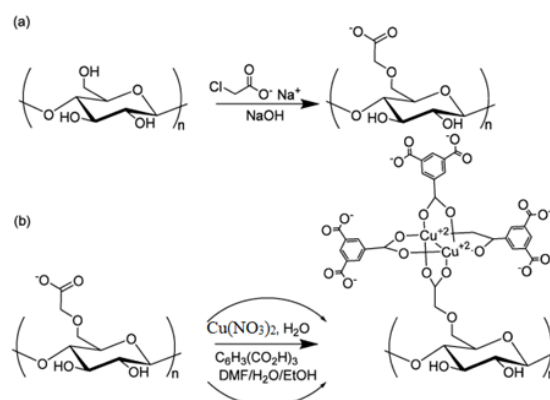


Figure 2. Carboxymethylation of the cotton fabric(a), deposition process on cotton (b)

Deposition of Cu₃(BTC)₂ on Cotton fabric

After carboxymethylation of cotton fabric, 860 mg Cu(NO₃)₂·2.5H₂O was mixed in a 12 ml of DMF:Ethanol:Water (1:1:1) mixture and a swatch of cotton fabric was put into the mixture. After stirring them for overnight 500 mg trimesic acid was dissolved in the same DMF:Ethanol:Water solution added to the mixture dropwise and kept stirring for 24h. After stirring process the cotton fabric was washed with distilled water, DMF and ethanol for 5h, respectively. Then cotton fabric was dried in air.

RESULTS AND DISCUSSION



Figure 3. Cotton fabric (left) and CuBTC deposited cotton fabric (right).

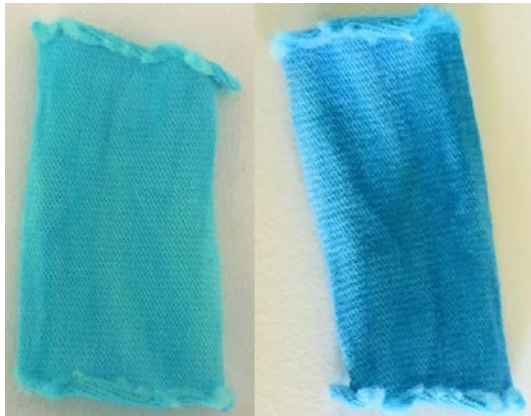


Figure 4. Wet (left) and dry (right) CuBTC deposited cotton fabric.

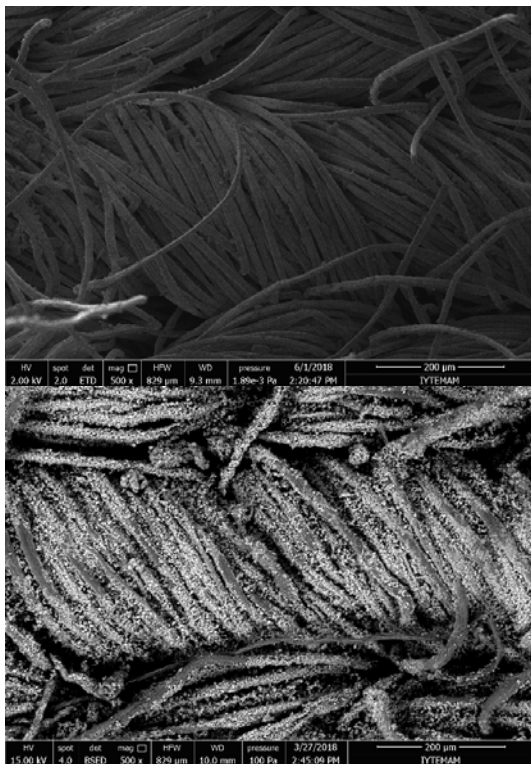


Figure 5. Scanning electron micrographs (SEM) of cotton fabric (upper) and Cu-BTC deposited cotton fabric (lower).

Figure 5 was shown SEM images of the untreated cotton fabric and treated cotton fabric after the deposition process. As seen from the Figure the fabric is properly covered with Cu-BTC.

The results of FTIR characterization of Cu-BTC on cotton shown in figures below;

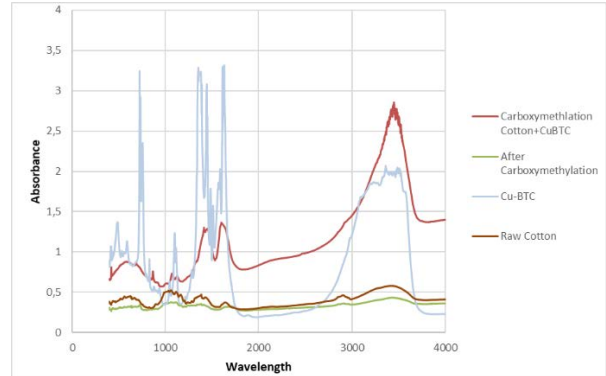


Figure 6. FTIR spectra of cotton fabric before and after carboxymethylation process and Cu-BTC deposited cotton.

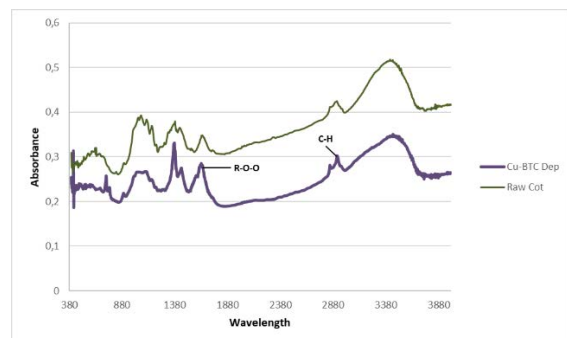


Figure 7. FTIR spectra of raw cotton and Cu-BTC deposited cotton.

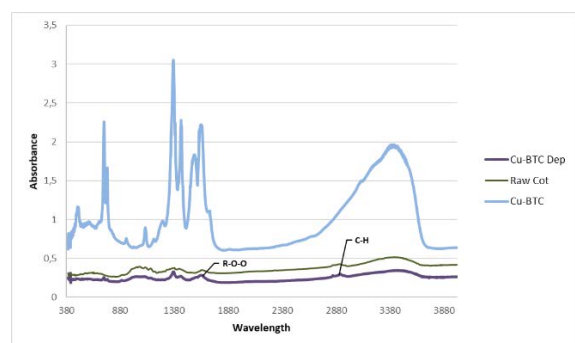


Figure 8. FTIR spectra of raw cotton, Cu-BTC and Cu-BTC deposited cotton

According to the Figure 7 and Figure 8, results of FTIR characterization show both cotton and Cu-BTC peaks which indicate a successful deposition of HKUST-1 on cotton has been achieved. In the figure 6 it can be seen that the peak around 1644 cm⁻¹ represents carboxylate groups and the peak around 2915 cm⁻¹ represents C-H stretching [4].

CONCLUSION

MOFs can be used in many different applications because of their versatile structure. Their versatility can be further increased by deposition on different surfaces. CU-BTC is one of the most used metal organic frame work that contains dimeric cupric tetracarboxylate units with short copper-copper internuclear interactions. Deposition of Cu-BTC on different materials proved to be quite useful in many applications, especially in sensing processes. Results of the deposition has been investigated with SEM, and FTIR characterization methods. All that characterization methods showed a successful attachment of Cu-BTC crystals on the surface of cotton fabric.

FUTURE WORK

As a continuation of the work, different surfaces can be used for the deposition process, such as different fabric types and paper types. Deposition can be carried out using different methods and this work can be integrated into many areas of life.

ACKNOWLEDGEMENTS

The cotton fiber was provided by Gamateks.

REFERENCES

- [1] Falcaro, P., Ricco, R., Yazdi, A., Imaz, I., Furukawa, S., Maspoch, D., & Doonan, C. J. (2016). Application of metal and metal oxide nanoparticles@ MOFs. *Coordination Chemistry Reviews*, 307, 237-254.
- [2] Shekhah, O., Liu, J., Fischer, R. A., & Wöll, C. (2011). MOF thin films: existing and future applications. *Chemical Society Reviews*, 40(2), 1081-1106.
- [3] Web1 :<https://crystallography365.wordpress.com/2014/01/03/the-structure-of-empty-space-hkust-1/>
- [4] da Silva Pinto, M., Sierra-Avila, C. A., & Hinestroza, J. P. (2012). In situ synthesis of a Cu-BTC metal-organic framework (MOF 199) onto cellulosic fibrous substrates: cotton. *Cellulose*, 19(5), 1771-1779.

Production of Silica Nanofibers via Centrifugal Spinning Method

TEPEKIRAN, Beyza Nur^{1,2}, ÇALIŞIR, Mehmet^{1,2}, KILIÇ, Ali¹

¹TEMAG Labs, Textile Tech. and Design Faculty, Istanbul Tech. Uni., Istanbul, Turkey

²Nano Science and Nano Engineering Department, Istanbul Tech. Uni., Istanbul, Turkey

alilikic@itu.edu.tr

ABSTRACT

In this study, silica based nanofibers were produced by centrifugal spinning (C-Spun) method. Production of the silica nanofibers was realized at two steps i) spinning of nanofibers and ii) subsequent calcination to get inorganic SiO₂ nanofibers from organic PVP-TEOS nanofiber web. Scanning electron microscope (SEM), differential thermal analysis (DTA), X-ray diffraction (XRD) and fourier transformed infrared spectra (FTIR) analysis were realized for characterization.

INTRODUCTION

Nano and sub-micron sized fibers have getting huge attention since their high surface areas, high L/D ratio, low density and high porosity. Although electrospinning is a simple and common method for the preparation of fibrous membranes at the nano and submicron-scaled levels, it has limitations such as high voltage necessity (>10 kV), low production rate and high dependency on material properties like viscosity, surface tension, conductivity and dielectric constant. As an alternative, centrifugal spinning (C-Spin) (of force spinning, rotary jet spinning) is a new novel method to produce nanofibers. In this method, the polymer solution fed into a high speed rotating spinneret. When the applied centrifugal force overcomes the surface tension of the solution, polymer jet is spread towards a vacuum collector. After evaporation of the solvent, the nanofibers are collected uniformly on the surface of the collector. Comparing to electrospinning as a conventional nanofiber production method, C-spin has several advantageous like easier production, higher production rate and electrical field-less fabrication.

Inorganic nanofibers, especially silica NFs can be applied for diverse engineering applications such as from tissue engineering, drug delivery, high temperature air filter,⁴ and biosensor because of the unique properties, such as low thermal conductivity, non-toxicity, and chemical inert⁵.

EXPERIMENTAL

Method

Polyvinylpyrrolidone (PVP, Mw=1,300,000, Aldrich), tetraethyl orthosilicate (TEOS, Merck), ethanol (EtOH), 1 M HCl and distilled water were used as carrier matrix, silica precursor, solvent, catalyst and hydrolysis substance, respectively. All

chemicals were of analytical grade and were used without further purification.

Materials

Silica source (TEOS) was added into 10% PVP-ETOH system at 5 and 15 wt. % (will be called as 5T and 15T hereafter). After this process optimum amount of HCl and H₂O were added to PVP-TEOS solution. The resulting solution was used as polymer source of centrifugal spinning method. As spun fibers then calcinated was achieved at 600 °C.

RESULTS AND DISCUSSION

The SEM images of neat and calcinated 5T, and 15T fibers were shown in Figure 4. Fibers with average fiber diameters of 1.38 and 0.91 μm were obtained from neat 5 and 15 wt. % TEOS - PVP solutions. The thicker fiber structure 5T samples were attributed to the higher viscosity of 5T precursor solution, Table 1. It is a well-known fact that increasing concentration (viscosity) results in thicker fiber structures in C-Spun.

According to results of thermal analysis, there are 4 zones seen in the TG curve. The 6 % weight loss observed in the first region between 50 and 90 °C is because of removal the residual ethanol and the moisture bound to the sample which was seen as an endothermic peak in the DTA curve. The second zone corresponding to 100 and 280 °C is due to polycondensation process and corresponds to a 6 % weight loss. In the third zone which is in between 280 and 500 °C, measured weight loss was 51 %. While there was no significant mass loss in the 4th region (500 - 1000 °C), 3 exothermic peaks corresponding to approximately 500, 690 and 870 °C were observed. These peaks were attributed to alpha to beta quartz and beta quartz to tridymite phase transformations in SiO₂. The absence of weight change after 500 °C suggests that the produced fibers can be used in high temperature filtration applications. Structural stability of produced SiO₂ fiber webs were tested with propane flame which has a maximum flame temperature as 1100 C shown in Figure 3. According to test, there is no structural change in the web.

Table 1. Viscosity table of 10 wt. % PVP and 5T, and 15T solutions

| | Viscosity (mPa.s) |
|---------------|-------------------|
| 10 wt. % PVP | 192 |
| 5 wt. % TEOS | 158 |
| 15 wt. % TEOS | 151.27 |

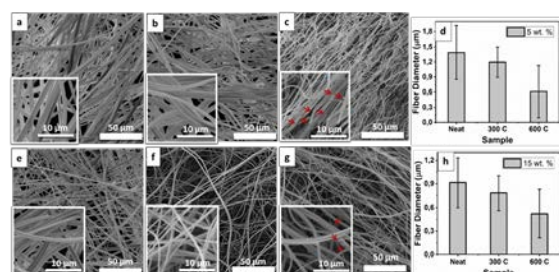


Figure 1. SEM images and fiber diameter distribution of a) 5T, e) 15T, and their calcinated forms at a different temperature: b and f) 300°C and c and g) at 600°C, respectively.

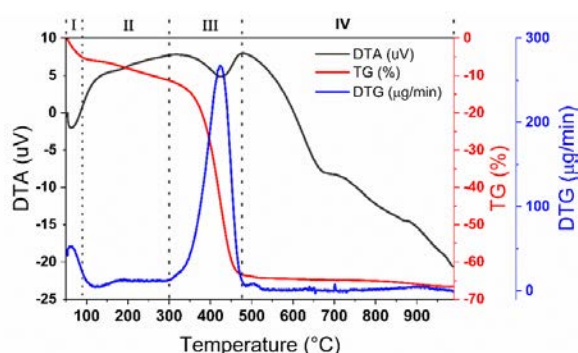


Figure 2. DTA/TG curves of PVP-TEOS nanofibers

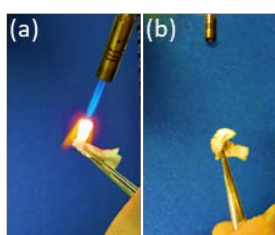


Figure 3. 5T silica nanofiber burning test (a) when gasoline subject to the surface; (b) after heat removed from the nanofibers.

CONCLUSION

Centrifugal spinning is a promising technique for the production of heat resistant inorganic nanofibers. The thermal performance analyze showed that silica-based nanofibers are promising for air filtration and other high temperature applications at a temperature of around 600 °C.

FUTURE STUDIES In the future studies, we will continue to investigate the effects of different concentrations and molecular eight PVP solutions on process and products.

ACKNOWLEDGE

The authors gratefully acknowledge the AREKA ADVANCED LLC. for the lab scale centrifugal spinning device.

REFERENCES

1. Rogalski, J. *et al.* PA6 Nanofibre Production: A Comparison between Rotary Jet Spinning and Electrospinning. *Fibers* **6**, 37 (2018).
2. Loordhuswamy, A. M., Krishnaswamy, V. R., Korrapati, P. S., Thinakaran, S. & Rengaswami, G. D. V. Fabrication of highly aligned fibrous scaffolds for tissue regeneration by centrifugal spinning technology. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* **42**, 799–807 (2014).
3. Gundogdu, N. A. S., Akgul, Y. & Kilic, A. Optimization of centrifugally spun thermoplastic polyurethane nanofibers for air filtration applications. *Aerosol Science and Technology* **52**, 515–523 (2018).
4. Andjani, D. *et al.* Rotary Forcespun Polyvinylpyrrolidone (PVP) Fibers as a Mangosteen Pericarp Extracts Carrier. *Procedia Engineering* **170**, 14–18 (2017).
5. Shahhosseininia, M., Bazgir, S. & Joupari, M. D. Fabrication and investigation of silica nanofibers via electrospinning. *Materials Science and Engineering: C* **91**, 502–511 (2018).

İndirgenmiş Grafen Oksit Katkılı Piezoelektrik Nanojeneratörler

ÜNSAL, Ömer Faruk¹, ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe^{1*}

¹Bursa Teknik Üniversitesi

ayse.bedeloglu@btu.edu.tr; unsal.omerf@gmail.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada, PVDF esaslı piezoelektrik nanojeneratörlerde yenilikçi elektrot tasarımları kullanılarak cihazın çıkış voltajının geliştirilmesi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Nanojeneratörler, günlük yaşantıda ortaya çıkan atık mekanik enerjinin geri dönüşümü için tasarlanan cihazlardır. Mekanik enerjinin dönüşümü, piezoelektrik(basınç), triboelektrik(temas) veya piroelektrik(ısı) etkisi ile gerçekleştirilebilmektedir¹.

Piezoelektrik etki, piezoelektrik malzemenin moleküler simetrik bir merkezi olmamasından kaynaklanmaktadır². Eğme, bükme, basınç uygulama gibi durumlarda asimetrik moleküller farklı yüzeylerinde farklı elektronik yoğunluklar oluşur. Moleküler dizilimi bu kurala uyan ve mevcut çalışmalarda kullanılan piezoelektrik malzemeler ise metal oksitler, piezo-polimerler ve perovskit tuzlar olarak sıralanabilmektedir³.

Nanojeneratörlerde elektrot olarak kullanılacak malzemeler zor deforme olan ve piezoelektrik katmanın esnemesine izin verecek yapıda seçilerek cihazın daha fazla eksenindeki atık enerjiyi yakalaması sağlanabilmektedir. Bu amaçla yeterli mekanik özellikleri sağlayan ve nihai cihaza esneklik şansı tanıyan iletken malzemeler, çeşitli kaplama metotları ile uygulanarak önerilen cihazların üretiminde kullanılabilirler^{4,5}.

DENEYSEL

Malzeme

Numune üretimi için poliviniliden florür tozu Alfa Aesar'dan; dimetil formamid, grafit tozu ve KMnO₄ Merck'den; HCl, H₂SO₄, aseton, etanol, ve fosforik asit Sigma'dan temin edilmiştir. Nanolif üretimi için İnovento Nanospinner 24 elektrospinning cihazı kullanılmıştır. Piezoelektrik voltaj çıkışı için HANTEK 6022BE PC osiloskop ve piezoelektrik akım çıkışı için KEITHLEY 2400 kullanılmıştır.

Yöntem

PVDF tozu, kütlece 2:1 oranda aseton ve DMF karışımında çözülmüş, bu çözeltiden nanolif üretilmiştir. Üretilen piezoelektrik nanolifler, indirgenmiş grafen kaplanarak esnek elektrotları oluşturulmuştur.

İndirgenmiş grafen oksit eldesi için geliştirilmiş Hummers metodu kullanılarak çözelti içerisinde grafit tozundan üretilmiştir⁶. Üretilen grafen oksit, probe sonikatör ile 30 dakika homojenize edilmiş, ardından hidrazin hidrat varlığında 12-24 saat arası 95 °C sıcaklıkta bırakılmıştır. İşlemin sonunda yıkama ve saflaştırma işlemlerinden sonra indirgenmiş grafen oksit(rGO), etanol içerisinde tekrar probe sonikasyona maruz bırakılarak homojenize edilmiştir.

Hazırlanan rGO dispersiyonu termo-gravimetrik analiz(TGA) cihazında çözücüsü uçurularak konsantrasyonları tespit edilmiştir. Etanol içerisindeki rGO konsantrasyonu 1.84 mg/mL dispersiyona solvent ilavesi ile 1 mg/mL konsantrasyona getirilmiştir.

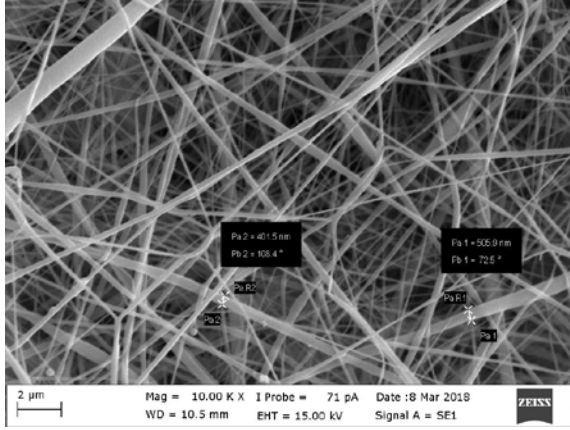
rGO çözeltisi, ticari olarak ulaşılabilir bir sprej şişesine alınarak nanolif filmlerin her iki yüzeyinde 2.5cm x 8 cm bir alana püskürtülmüş ve 72 °C sıcaklıkta kurutulmuştur. Kaplama işlemlerinde her bir yüzey için 0.75 mg, 1.25 mg, 1.75 mg ve 2.25 mg rGO kullanılmıştır. Kaplama işlemlerinden önce ve sonra tartım alınması ile püskürtme esnasında olası hataların saptanabilmesi ve nanolif katman başına kütlece yüzde kaplama miktarları belirlenmiştir.

Kaplama işlemleri tamamlandıktan sonra iki yüzeyden temas alınarak iki yüzey arası iletkenliğin olmadığı tespit edilmiştir. Son olarak piezo-polimerin β-faz yoğunluğunu artırmak amacıyla 16 MV/m elektrik alana 20 dakika boyunca maruz bırakılmıştır.

Teste hazır PVDF film, iç yüzeyleri bakır bant ile kaplı 0.5 mm PDMS filmler arasına alınmış, bu filmlerin bakır kısmından çıkarılan kablolar bir osiloskopa bağlanmıştır. Nanojeneratör, düzenli olarak ileri geri hareket eden bir test düzeneğine yatay olarak sabitlendikten sonra ölçümler alınmıştır. Nanojeneratör, her bir bükme işleminde %60 kadar boyut değiştirmektedir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Nanolifler, taramalı elektron mikroskopuna sokularak görüntüler elde edilmiştir. Alınan görüntülerde nanolif oluşumunun yanı sıra nanoliflerin içerisinde boncuksu yapılar tespit edilmiştir. Ayrıca nanoliflerin çaplarının 400-600 nm arasında olduğu gözlenmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. Nanolif yüzeylerin 10000 kat yakınlaşma ile alınmış SEM görüntüsü ve yaklaşık lif çapları.

Üretilen nanolifler, polarizasyon işleminden sonra FT-IR analizine sokulmuştur. 840 ve 1200 cm^{-1} 'de polarlanmış nanolifteki piklerin daha keskin olması, β faz oluşumunun arttığını kanıtlamıştır.

Nanolifler kaplanmadan önce ve kaplandıktan sonra alınan tartımlar ile kaplamaların kütlece %0.47, %0.76, %1.10 ve %1.57 olduğu belirlenmiştir. Kaplamalar, bir vakumlu etüv içerisinde yapılmış ve çözeltinin aşamalı olarak püskürtülerek madde kaybı en aza indirilmeye çalışılmıştır.

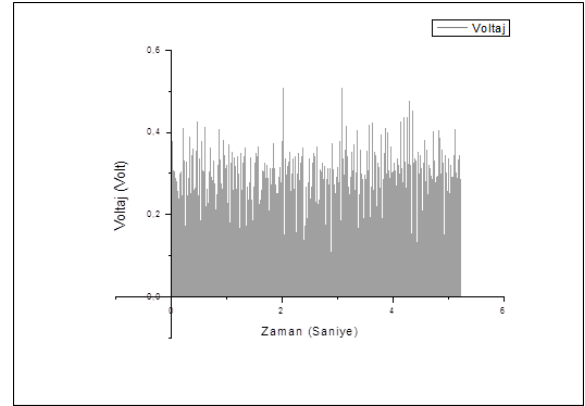
| | | | | |
|--|---------|---------|---------|---------|
| Yüzey başına kullanılan rGO | 0.75 mg | 1.25 mg | 1.75 mg | 2.25 mg |
| Kaplamanın nanolifteki kütlece yüzdesi | 0.47 | 0.76 | 1.10 | 1.57 |



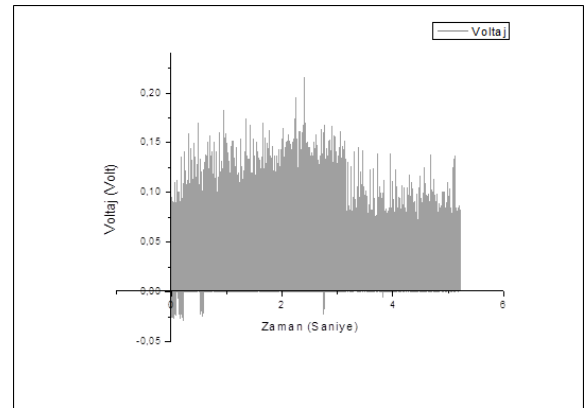
Şekil 3. Sırasıyla kütlece %0.47, 0.76, 1.10 ve 1.57 rGO kaplı PVDF nanolifler.

Alınan piezoelektrik ölçümlerde en yüksek performansı %...'lük numune 0.26 V çıkış voltajı ile sergilemiştir (Şekil 6). Ayrıca katkısız nanolif, 0.4 voltlara kadar voltaj üretirken kaplama işlemi uygulanan numunelerde voltajın 0.10 V - 0.26 V arasında seyretmesi, iletken katkının daha fazla elektroni daha hızlı şekilde transfer edebilme yetisini doğrulamıştır. Kaplama ile birlikte azalan

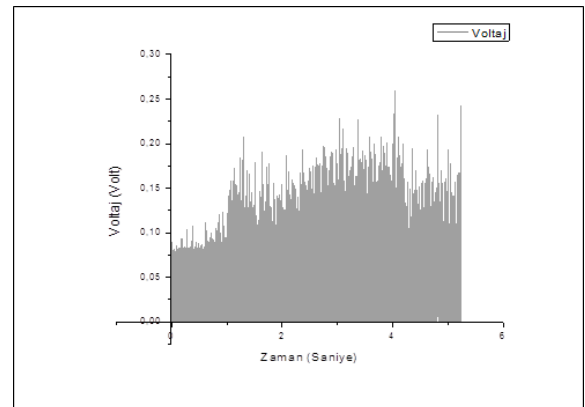
voltaj değerlerinin yanı sıra nanoliflerdeki iletken kaplama ile birlikte sinyal yoğunluğunun arttığı da saptanmıştır.



Şekil 4. Katkısız Nanolifin çıkış voltaj değeri



Şekil 5. %0.47 rGO katkılı nanolifin çıkış voltaj değeri



Şekil 6. %1.57 rGO katkılı nanolifin çıkış voltaj değeri

GENEL SONUÇLAR

Çalışma sonunda elde edilen verilerle iletken elektrot tasarımının piezoelektrik malzemelerden elde edilecek gücü arzu edilen forma getirdiği söylenebilmektedir. rGO kaplı numunelerde en yüksek performansı 0.26 V gerilim ve 375 nA akım

değerleri ile %1.56'lık numune sergilemiştir. Malzemenin yüzey morfolojisine uygun olmayan bir elektrotun, üretilen voltajı polimerin içerisindeki öz dirençte kaybolmasına sebep olduğu da saptanmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu alanda sırada yapacağımız çalışmalarda iletken nano parçacıkların elektrot olarak kullanılması yerine polimerin içerisinde dolgu olarak kullanılması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Bursa Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimince desteklenmektedir. Proje No: 172L01.

KAYNAKLAR

- Yazar soyadlarına göre alfabetik sırada yazılır.
- 1. Wang, Z. 2006. "Piezoelectric Nanogenerators Based on Zinc Oxide Nanowire Arrays". *Science*, 312, 242-246.
- 2. Erhart, J. 2013. "Experiments to demonstrate piezoelectric and pyroelectric effects". *Physics Education*, 48(4), 438-447.
- 3. Wang, Z.L. 2007. "Nanopiezotronics" *Advanced Materials*. 19(6), 889-892.
- 4. Chang, J.A., Cheng, Y.Y., Chou, S.C. 2011. "Development of flexible piezoelectric nanogenerator: Toward all wet chemical method". *Microelectron.* 88, 3015-3019.
- 5. Ham, M.H., Jang, H., Lee, B.H., Lee, M.S., Lee, W., Son, M. 2018. "Flexible Transparent Nanogenerators Utilizing Shape-Modulated ZnO Nanorod Arrays on Graphene Electrodes". *Advanced Materials Technology*, 3.
- 6. Chen, J., Li, C., Shi, G., Yao, B. 2013. "An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide". *Carbon*, 64, 225-229.

Nanolif Esaslı Aerosollere Karşı Koruyucu Yüz Maskesi Geliştirilmesi

KESKİN, Yusuf¹, DEMİR, Ali², SAAT, Gülbahar¹, AHAN, Zülfiye²

¹Inovenso, ²İTÜ

yusuf.keskin@inovenso.com

AMAÇLAR

Proje kapsamında, içeren nanolifli bir katmana sahip yüz maskeleri, hava kirliliğine ve çeşitli iş sahalarında partikül madde referanslı maruziyetlere karşı kişisel koruyucu donanım olarak geliştirilecek ve pilot ölçekli sistemde üretim denemeleri yapılacaktır.

GİRİŞ

Artan dünya nüfusu ve artan endüstriyel üretim nedeniyle solunan hava kalitesi giderek azalmaktadır. Azalan hava kalitesine ilave olarak her geçen gün insanların solunum yolu ile taşınan mikrop, virüs ve bakteri gibi enfeksiyon ajanlarına karşı direnci de azalmaktadır. Bu tablo, kişisel korunmayı ön plana çıkarmaktadır. İlk akla gelen kişisel korunma cihazı da yüz maskesidir.

Avrupa Çevre Ajansının 2010 raporuna göre Avrupa'nın pek çok yerinde partikül madde (PM) ve ozonun (O₃) dış atmosfer değerleri için ciddi sorunlar devam etmekte, azot dioksit (NO₂) seviyeleri ise kritik değerleri taşımaktadır.

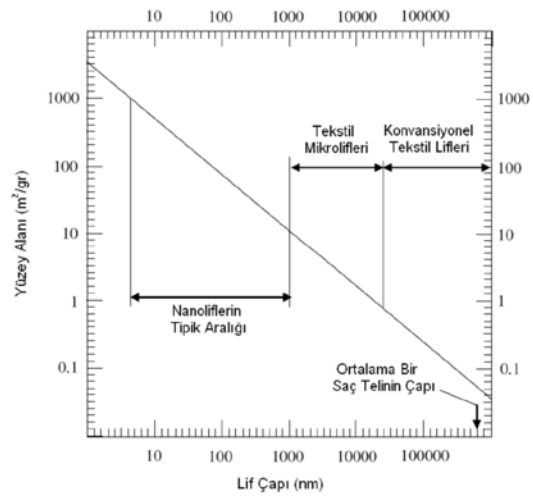
Hava kirliliği noktasında en problemlilerden biri olan Pekin, Çin'de otoriteler insanları maske kullanmaya teşvik etmektedir. The Guardian'ın haberine göre Çin'de 2013 yılında hava kirliliğinden korunma ürünleri marketinin büyüklüğü bir önceki yıla göre %80-100 artışlar 387 milyon dolarlık bir boyuta ulaşmıştır.

Nanolifler, 1000 nm çapın altındaki çaplara sahip fiberler olarak tanımlanmıştır. Nanofiber teknolojiyle, birim ağırlıktaki ya da hacimdeki yüzey alanı oldukça artar. Şekil 1'de fiber çapının yüzey alanına göre değişimi gösterilmiştir. Buna göre yüzey alanları, nanofiberler için 1000-10 m²/g, tekstil mikro fiberler için 10-1 m²/g, konvansiyonel tekstil fiberleri için 1m²/g'dan daha küçüktür (Ko, 2003).

Fiber inceliği, filtre verimliliği ile yakından ilişkilidir ve filtre performansını belirleyen en önemli özelliktir. Filtrasyon uygulamalarında nanofiber yapıların diğer materyallere göre en büyük avantajları, içerdiği çok küçük fiberler ve gözenekler, çok geniş yüzey alanı, bunlara bağlı olarak yüksek filtrasyon verimliliğidir. Nanofiber filtreler, hava, su, kan gibi akışkanlardan çok küçük partiküllerin filtrasyonuna olanak sağlamaktadırlar (Kozanoğlu, 2006)

Özellikle birçok Çin şehrinde görülen PM2,5 kirliliğine karşı bir alternatif koruyucu ürün

geliştirme amacıyla yola çıktıkları araştırmada Li ve ark. (2015), küçük miktar polietilenoksit katkılı polisülfon (% 18) malzemelerinden nanofiber filtreler üretmiş ve bunların hava geçiş direnci ve toz tutma verimliliğini incelemişlerdir. Yapılan araştırmada %18'lik PSU çözeltisi DMAc ile hazırlanmış ve 13 kV yüksek voltaj, 13 cm toplama mesafesi ve 0,4 ml/h besleme debisiyle, 15, 30, 60'ar dakika kaplama yapılarak, 500-800 nm boyutlarında fiberler içeren üç farklı nanofiber maske malzemesi üretilmiş ve sonuçlar ticari maskelerle mukayese edilerek değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar aşağıda Tablo-1 ile sunulmuştur. Bu sonuçlara göre kalite faktörü (düşük basınç kaybı ve yüksek toz tutunumu) açısından bakıldığında 15 dakika kaplama ile elde edilen maske malzemesi diğerlerinden daha avantajlıdır (Li ve ark, 2015).



Şekil 1. Lif Çapı ve Yüzey Alanı İlişkisi (Ko, 2003)

Tablo-1: Yüz maskelerinin kullanım alanları ve özellikleri

| Maske | Kullanım Alanı | Basınç Kaybı (KPa) | Pm2,5 Toz Tutma Verimi (%) |
|---|--|--------------------|----------------------------|
| Kullan-at non-woven yüz maskesi | Hastanelerde sadece hijyen amaçlı | 0,29 | 32,9 |
| Operasyon Esnasında Kullanım İçin non-woven maske | Ameliyathanelerde kullanım amaçlı | 0,645 | 96,5 |
| Ito PM2,5 | PM2,5 kirliliğinden korunmak için | 0,655 | 82,8 |
| N95 | Profesyonel iş sağlığı ve güvenliği amaçlı, mikrobiyal riskten korunmak için | 0,51 | 94,9 |
| R95 | Endüstriyel toz ve tehlikeli gazlardan korunmak için | 0,625 | 99,9 |
| Nanofiber Maske (15dk) | | 0,41 | 90,9 |
| Nanofiber Maske (30dk) | | 0,87 | 96,7 |
| Nanofiber Maske (60dk) | | 1,108 | 99,4 |

Inovenso laboratuvarında yer alan laboratuvar ölçekli tek ve çok iğneli electrospinning cihazında farklı polimerik malzemeler ve taşıyıcı (substrat) malzemeler kullanılarak PM 2,5 ve aerosol maddelere karşı koruma amaçlı maskeler üretilmiş ve TS 143 Koruyucu solunum cihazları (Toz süzgeçleri-Özellikler, deneyler ve işaretleme) standardına göre testleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar, birçok polimerik malzeme ve operasyon kriterleri kombinasyonu ile standart gereğini sağlayacak performansta maske üretimi gerçekleştirilmiştir.

TS EN 143 standardında maskeler performanslarına göre P1, P2, P3 isimleriyle 3'e ayrılmışlardır. Filtrenin hava akışına karşı gösterdiği direnç, mümkün olduğunca düşük olmalı ve hiçbir durumda Tablo 2'de verilen değerleri aşmamalıdır. Yine aynı standarda göre partiküler maddenin filtreye maksimum nüfuziyet değerleri Tablo 3'de verilmiştir.

Tablo 2. En fazla solunum direnci (TS EN 143)

| Süzgeç türü | En fazla direnç, mbar*) | |
|-------------|-------------------------|-------------|
| | 30 L/min'da | 95 L/min'da |
| P1 | 0,6 | 2,1 |
| P2 | 0,7 | 2,4 |
| P3 | 1,2 | 4,2 |

*) 1 bar = 10⁵ N/m² = 100 kPa

Tablo 3. Süzgece (koruyucu maske filter yapısına) nüfuziyet (TS EN 143)

| Süzgeç türü | Deney aerosollerinin süzgece nüfuziyeti, en fazla, (%) | |
|-------------|--|---------------------------------|
| | 95 L/min'da Sodyum klorür deneyi | 95 L/min'da Sıvı parafin deneyi |
| P1 | 20 | 20 |
| P2 | 6 | 6 |
| P3 | 0,05 | 0,05 |

DENEYSEL

Malzeme - Yöntem

Proje kapsamında nanolif üretimi için polimer olarak kütlece %15 PVDF (Arkema, Kynar MG15), kütlece %65 DMAc (Merck) ile kütlece %20 Aseton (Merck) içerisinde çözülmüştür.

Nanolif üretimi için Inovenso üretimi olan 12 iğneli NS24 model elektro-eğirme cihazı kullanılmıştır. Laboratuvar şartlarında yapılan üretimde sisteme iğne başına 1,5 ml/sa polimer çözeltisi beslenmiş ve elektreğirme işlemi 15 kv yüksel voltaj ile 18 cm iğne ve toplayıcı arası mesafede yapılmıştır.



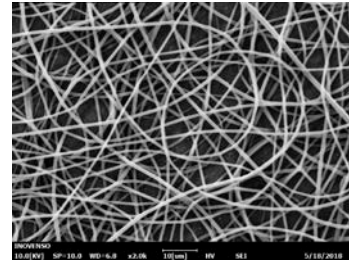
Şekil 2. Inovenso – NS24 model çok iğneli elektro-eğirme cihazı

SEM görüntüleri Inovenso ürünü SEMOSCOPE marka masaüstü SEM cihazı ile çekilmiştir. Filtre verim testleri İTÜ-TEMAG laboratuvarındaki Certitest 8130A marka ve model otomatik filter test cihazı ile TS EN143 standardı referans alınarak yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yukarıda belirtilen polimer çözeltisi ve nanolif üretim parametreleri ile üretilen nanoliflerin taramalı electron mikroskobu ile incelemeleri yapılmış ve Şekil 2'de verilmiştir.

Nanolif kaplamaları filtrasyon verimliliğinin belirlenememesi için farklı kalınlıklarda yapılmış ve kalınlıklar gram/metrekare cinsinden verilmiştir. Farklı nanolif kaplama değerlerine göre ulaşılan filtrasyon değerleri Tablo 4'te verilmiştir.

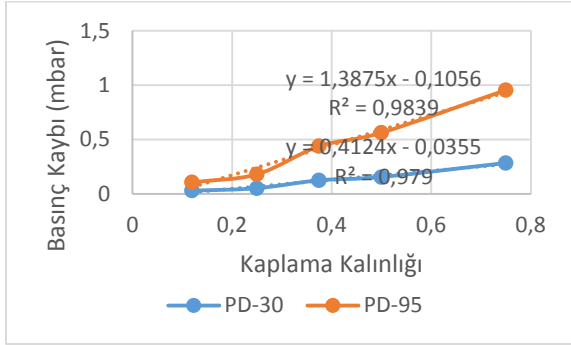


Şekil 2. Nanolif kaplama taramalı electron mikroskobu görüntüsü

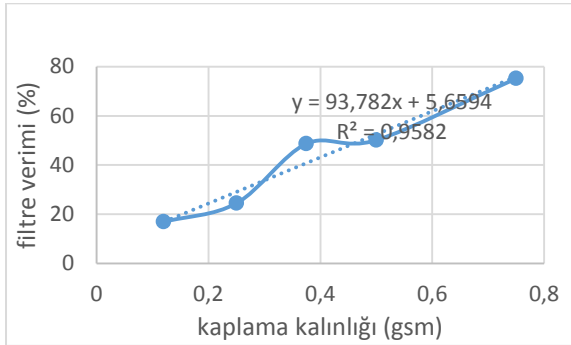
| Numune Kaplama Kalınlığı (g/m ²) | 30 ml/sa aerosol akış hızında solunum direnci (mbar) | 95 ml/sa aerosol akış hızında solunum direnci (mbar) | VERİM (%) |
|--|--|--|-----------|
| 0,12 | 0,029 | 0,106 | 16,889 |
| 0,25 | 0,052 | 0,18 | 24,4504 |
| 0,375 | 0,125 | 0,438 | 48,6825 |
| 0,5 | 0,155 | 0,562 | 50,1385 |
| 0,75 | 0,284 | 0,954 | 75,232 |
| 0,12 | 0,013988 | 0,0609 | 16,91324 |
| 0,24 | 0,063476 | 0,2274 | 28,16708 |
| 0,36 | 0,112964 | 0,3939 | 39,42092 |
| 0,48 | 0,162452 | 0,5604 | 50,67476 |
| 0,6 | 0,21194 | 0,7269 | 61,9286 |
| 0,72 | 0,261428 | 0,8934 | 73,18244 |
| 0,84 | 0,310916 | 1,0599 | 84,43628 |
| 0,96 | 0,360404 | 1,2264 | 95,69012 |

Kaplama kalınlığı ve basınç düşüşü ile filtrasyon verimleri arasındaki ilişki Şekil-3 ve Şekil-4'teki grafiklerle verilmiştir. Grafiklerden görüldüğü üzere bu ilişki lineere yakın bir artma-azalma karakteri göstermektedir. Buradan yola çıkarak referans alınan

EN 143 standardına göre en performanslı filtreyi üretebilmek için 1 g/m² nanolif kaplaması gerekmektedir.



Şekil 3. Farklı kaplama kalınlıklarında solunum direnci değerleri



Şekil 4. Farklı kaplama kalınlıklarında filtrasyon verimi ilişkisi

GENEL SONUÇLAR

Proje çerçevesinde şimdiye kadar yapılan çalışmalar değerlendirildiğinde nanolif yapıların kirletici parametrelere karşı koruyucu ekipman olarak kullanılması teknik olarak uygun olup, ekonomik faydaları açısından da dikkate değerdir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İlerleyen dönemde elde edilen laboratuvar ölçekli uygulamalar ilişkin veriler doğrultusunda pilot ölçekli cihaz ile üretim denemeleri ve üretime yönelik fizibilite analizleri yapılacaktır.

TEŞEKKÜR/BILGILENDİRME/FON KAYNAĞI

Proje TÜBİTAK tarafından, 1507 - KOBİ Ar-Ge Başlangıç Destek Programı kapsamında 7170531 proje kodu ile desteklenmektedir.

KAYNAKLAR

Ko, F., 2003. Nanofiber Technology: Bridging the Gap between Nano and Macro World. *Nanoengineered Nanofibrous Materials*. Antalya: Kluwer Academic Publishers, pp. 1-19

Kozanoğlu, G., 2006. Elektrospinning Yöntemiyle Nanofiber Üretim Teknolojisi. İstanbul Teknik Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi.

Yara Örtüsü Uygulamaları için Jelatin/CMC Köpük Üretimi

TAŞDELEN YÜCEDAĞ, Çiğdem¹, CANBAY, Emine², GÜNGÖR, Melike², SAĞIRLI, Merve Nur², KILIÇ, Ali²

¹G.T.Ü. Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği, Kocaeli

²İ.T.Ü. TEMAG Laboratuvarı, Tekstil Teknolojileri ve Tasarımı Fakültesi, İstanbul
cigdem@gtu.edu.tr

AMAÇLAR

Gerek biyolojik gerekse çevresel etkenler nedeniyle yara iyileşme süresi uzayan hastalarda, biyopolimerler kullanılarak elde edilen yara örtüleri ile yara iyileşme süresinin kısaltılması hedeflenmektedir.

GİRİŞ

Kolajenin kontrollü hidroliziyle elde edilen jelatin, uygun emilme etkinliği açısından kontrollü ilaç salımı, yara örtüleri gibi pek çok biyomedikal uygulamada yaygın olarak kullanılmaktadır. Hücre dışı matrisi (extracellular matrix-ECM) taklit eden jelatin, yara iyileşmesini ve doku rejenerasyonunu hızlandırmaktadır¹. Aynı zamanda biyoyoumluluk, plastisite, hücre birleştirme ve hücre büyümesinin teşvik edilmesi gibi cazip özelliklerinden dolayı biyomalzeme olarak kullanıma uygundur. Jelatin, morfolojik olarak gövdesinde serbest karboksil grupları içerir² ve hidrojen bağlarıyla bir ağ oluşturmak üzere sodyum karboksimetil selüloz (sodium carboxymethyl cellulose-CMC) ile harmanlanma potansiyeline sahiptir.

CMC toksik ve tahriş edici olmaması, biyoyoumlu olması özellikleri sayesinde gıda, kozmetik, farmasötik ve biyomedikal alanlarda kullanılmaktadır. Yara iyileşmesi prosesinde iyileşme süresini ve yara izi oluşumunu azaltmaktadır. İdeal yara örtüsünden beklenen özelliklerden biri olan yara eksüdasını absorbe ederken yara etrafında nemli bir alan bırakmaktadır. Nemli ortam sayesinde re-epitelizasyon hızı önemli ölçüde artmaktadır³. Bu özelliklerinin yanı sıra nekrotik doku debrimanı ve anjiyonez oluşumuna yardımcı olması nedeniyle yara örtüsü çalışmalarında tercih edilmektedir⁴.

Düşük sıcaklıklarda suda çözünabilir olan jelatinin, yara örtüsü gibi medikal amaçlı kullanımlarda vücut sıcaklığındaki çözünürlüğünün azaltılması gerekmektedir. Bunun için jelatinin, glutaraldehit, karbodiimidler, poliepoaksi bileşenleri gibi kimyasallarla çapraz bağlanması sağlanarak termal ve mekanik özellikleri iyileştirilmektedir. Söz konusu çapraz bağlayıcılardan glutaraldehit (GTA), ucuz olması, kolay bulunması, muadillerine kıyasla daha kısa sürede çapraz bağ yapabilmesi açısından sıklıkla tercih edilmektedir. Kolajenin GTA ile çapraz bağlanmasının, malzemeleri biyolojik olarak

uyumlu ve non-trombojenik (kanı pıhtılaştırmayan) hale getirir. Bu sayede mukavemet, esneklik ve biyolojik bütünlüklerini koruyarak biyobozunmayı önemli ölçüde azalttığı da bilinmektedir⁵.

Sünger yapılı malzemeler, yara üzerinde ekstra bir tabaka görevi görmekte ve yaraya yapışmamaktadırlar. Ayrıca gözenekli yapıları sayesinde emici özellik sağlayarak yaraya uygun nem koşulu temin etmektedir. Bu nedenle bakteri oluşumunu minimum düzeye indirmektedir. Bu özelliklerinden dolayı köpük yapılar; yara örtüleri, absorpsiyon ve yalıtım için temel yara bandajlarında kullanılmaktadır⁶.

Bu çalışmada jelatin/CMC karışımlarına GTA ile çapraz bağlanma uygulanmıştır. Elde edilen jel yapılar liyofilizatörde kurutulmuş sünger yapılı yara örtüleri elde edilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Jelatin (230-250 Bloom, sığır jelatini), Halavet Jelatin firmasından temin edilmiştir. CMC (30 PA) DOW firmasından, GTA ise (Sigma Aldrich) Laborteknik firmasından alınmıştır.

Yöntem

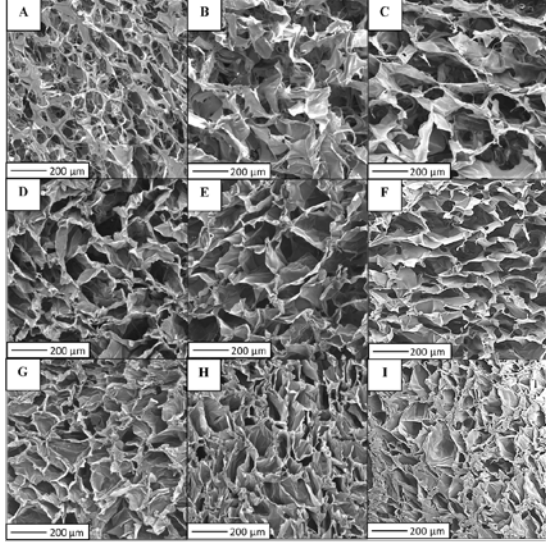
Taguchi yöntemi uygulanarak Tablo 1'de görülen deney setleri oluşturulmuştur. Jelatin/CMC karışımları, 50°C'de distile suda çözüldükten sonra GTA eklenerek petrilere dökülmüştür. 60 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilmiş ve liyofilizatöre alınarak -40°C'de 5 saatlik süreyle dondurulup 20°C'de 22 saat kurutulmuştur.

Tablo 1. Deney tasarımı

| Numune | Jelatin (% w/w) | CMC (% w/w) | GTA (% v/w) |
|--------|-----------------|-------------|-------------|
| N1 | 0.5 | 0.5 | 0.5 |
| N2 | 0.5 | 1 | 1 |
| N3 | 0.5 | 2 | 2 |
| N4 | 1 | 0.5 | 2 |
| N5 | 1 | 1 | 0.5 |
| N6 | 1 | 2 | 1 |
| N7 | 2 | 0.5 | 1 |
| N8 | 2 | 1 | 2 |
| N9 | 2 | 2 | 0.5 |

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Şekil 1'deki SEM görüntüleri incelendiğinde numunelerin heterojen, gözenekli ve ağısı bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. N5 numunesinin gözenek dağılımının nispeten daha homojen olduğu gözlemlenmiştir. N1 numunesinin ise en ince gözenek duvarına sahip olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 1. Dondurup kurutma yöntemi ile üretilmiş, 200 büyütmede (A) N1 (B) N2 (C) N3 (D) N4 (E) N5 (F) N6 (G) N7 (H) N8 (I) N9 köpüklerinin kesitlerinden SEM görüntüleri

Tablo 2'ye göre N1 numunesinin 97.63 ± 28.97 μm 'lik gözenek çapı ile en düşük değere, N3 numunesinin ise 203.36 ± 76.46 μm 'lik gözenek çapı ile en yüksek değere sahip olduğu görülmektedir.

Tablo 2. Numunelerin gözenek çapları

| Numune | Gözenek çapı (μm) |
|--------|--------------------------------|
| N1 | 97.63 ± 28.97 |
| N2 | 134.95 ± 61.52 |
| N3 | 203.36 ± 76.46 |
| N4 | 168.21 ± 59.01 |
| N5 | 158.94 ± 48.78 |
| N6 | 190.57 ± 87.82 |
| N7 | 137.2 ± 28.26 |
| N8 | 111.95 ± 57.17 |
| N9 | 109.89 ± 44.33 |

GENEL SONUÇLAR

%0.5 jelatin / %2 CMC miktarına sahip olan N3 numunesinin gözenek çaplarının en büyük olduğu,

%0.5 jelatin/CMC miktarına sahip olan N1 numunesinin gözenek çaplarının ise en küçük olduğu görülmüştür. %1 jelatin/CMC miktarına sahip olan N5 numunesinin ise gözenek şeklinin daha orantılı ve gözeneklerinin homojen dağıldığı tespit edilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yara örtüsü olarak değerlendirilmek üzere sıvı alımı (fluid uptake), yara iyileşme sürecine etki, toksisite ve mekanik karakterizasyon testleri yapılacaktır.

TEŞEKKÜR

Liyofilizasyon uygulamaları için Gebze Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümüne ve Arş. Gör. Ebubekir Sıddık AYDIN'a teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Kim, S., Nimni, M. E., Yang, Z., Han, B. (2005). Chitosan/Gelatin-Based Films Crosslinked by Proanthocyanidin. *Published online 26 July 2005 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com)*. DOI: 10.1002/jbm.b.30324.
- [2] Zhang, S., Huang, Y., Yang, X., Mei, F., Ma, Q., Chen, G., Ryu, S., Deng, X. (2008). Gelatin nanofibrous membrane fabricated by electrospinning of aqueous gelatin solution for guided tissue regeneration. *Published online 18 June 2008 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com)*. DOI: 10.1002/jbm.a.32136.
- [3] Lim, S. J., Lee, J. H., Piao, M. G., Lee, M. K., Oh, D. H., Hwang, D. H., ... & Choi, H. G. (2010). Effect of sodium carboxymethylcellulose and fucidic acid on the gel characterization of polyvinylalcohol-based wound dressing. *Archives of pharmaceutical research*, 33(7), 1073-1081.
- [4] Oliveira, R. N., Moreira, A. P. D., Thiré, R. M. D. S. M., Quilty, B., Passos, T. M., Simon, P., ... & McGuinness, G. B. (2017). Absorbent polyvinyl alcohol-sodium carboxymethyl cellulose hydrogels for propolis delivery in wound healing applications. *Polymer Engineering & Science*, 57(11), 1224-1233.
- [5] Zhang, Y. Z., Venugopal, J., Huang, Z. M., Lim, C. T., & Ramakrishna, S. (2006). Crosslinking of the electrospun gelatin nanofibers. *Polymer*, 47(8), 2911-2917. doi:10.1016/j.polymer.2006.02.046
- [6] Joshua S. Boateng, Kerr H. Matthews, Howard N.E. Stevens, Gillian M. Eccleston, (2007). Wound Healing Dressings and Drug Delivery Systems: A Review, *Published online in Wiley InterScience*. DOI:10.1002/jps.21210.

Elektro Lif Çekim Yöntemi ile Poli(akrilonitril) (PAN) ve Poli(etilen glikol) (PEG) Karışımı ile Lif Oluşumunun İncelenmesi ve Isıl Enerji Depolamada Faz Değişim Maddesi (FDM) Olarak Kullanılması

GÖK, Özgül¹, ALKAN, Cemil², KAHRAMAN, DÖĞÜŞCÜ, Derya³

¹Hakkari Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, HAKKARİ

^{2,3}Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, TOKAT

ozgulgok@hakkari.edu.tr, ozgulgok@gmail.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada, tekstil uygulamalarında kullanılabilen gizli ısı depolama materyali olarak poli(etilen glikol) (PEG) ile Poli(akrilonitril) (PAN) polimer karışımı N,N-Dimetilformamid (DMF) çözücüsü içinde çözünerek, elektro lif çekim yöntemi lif oluşumunun incelenmesi ve ısıl enerji depolamada faz değişim maddesi (FDM) olarak kullanılması hedeflenmiştir.

GİRİŞ

FDM kullanılarak gizli ısı depolama ile tekstil ürünlerinde ısıl konfor sağlanabilir. FDM'ler enerjiyi gizli ısı olarak depolayan maddelerdir. Maddenin faz değiştirmesi sırasında; maddenin erimesi sırasında erime sıcaklığının sabit kaldığı noktada ortamdan aldığı ısıya veya tersinir durumda maddenin katılaşması sırasında katılaşma sıcaklığının sabit kaldığı noktada ortama saldığı ısıya gizli ısı denir. Son dönemlerde, birçok ısıl enerji depolama uygulamalarında organik ve inorganik FDM'lerden faydalanarak enerji tasarrufu sağlanmaktadır.^{2,7}

Tekstil ürünlerinde ısıl konfor sağlamak amacıyla FDM ve polimerlerden yararlanılmaktadır ve bununla ilgili çalışmalar yapılmaktadır.^{1,3,5}

Son yıllarda, polimerlerden elektro-eğirme yöntemi ile nano veya mikro boyutlarda lif/fiber oluşumu ile ilgili çalışmalar dikkat çekmektedir. Elektro-eğirme yöntemi elektriksel alanda lif/fiber oluşumunu sağlayan bir yöntemdir.⁶

Pan ve ark. 2012 yılında PAN ve PEG polimer karışımı ile elektro-eğirme yöntemi kullanarak nanofiber oluşumu ile ilgili bir çalışma yapmışlardır. Bu çalışmada PAN ve PEG ile yapılan fiberler % 30 oranında PEG içermektedir. PEG'in fiberlerin yapısına ve fiber karışımının karışabilirliğine etkisi incelenmiştir.⁴

Bu çalışmada, % 50 oranında farklı molekül ağırlıklarında PEG polimeri FDM olarak kullanılmak üzere PAN polimeri ile karıştırılıp DMF çözücüsü içinde çözünmüş ve elektro-eğirme yöntemi ile lif oluşturulmuştur. Oluşan bu liflerin termal özellikleri belirlenerek ısıl depolama

yönteminde FDM olarak kullanılabilen alanlar değerlendirilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

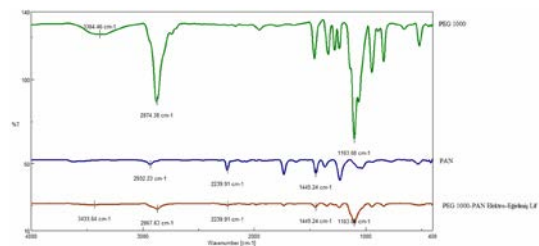
Bu çalışmada FDM olarak farklı molekül ağırlıklarına sahip poli(etilen glikol)ler (PEG 1000, PEG 4000 ve PEG 10000) kullanılmıştır. Lif çekimi için PAN ve çözücü olarak DMF kullanılmıştır.

Yöntem

% 50 PEG polimeri ve % 50 PAN polimeri DMF çözücüsü içinde çözünmüştür. Elde edilen polimer çözeltisi elektro lif çekim yöntemi ile elektro-eğirilmiş lif oluşumunu sağlamıştır. Meydana gelen lifin kimyasal karakterizasyonu FT-IR cihazı ile yapılırken, termal özellikleri DSC cihazı ile belirlenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

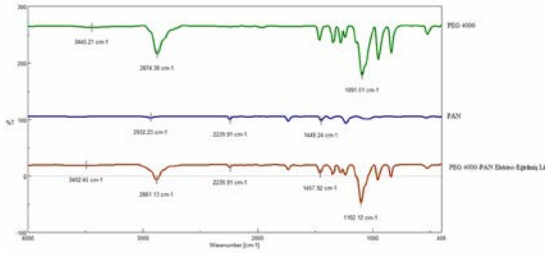
Şekil-1'de PEG 1000, PAN ve PEG 1000-PAN elektro-eğirilmiş lifin FT-IR spektrumları verilmiştir. Buna göre, 3384,46 cm⁻¹ ve 3433,64 cm⁻¹ OH grubuna ait pikler; 2874,38 cm⁻¹, 2932,23 cm⁻¹ ve 2867,63 cm⁻¹ C-H grubuna ait pikler; 1103,08 cm⁻¹ C-O grubuna ait pik; 2239,91 cm⁻¹ CN grubuna ait pik ve 1449,24 cm⁻¹ CH₂-CN grubuna ait piktir.



Şekil-1. PEG 1000, PAN, PEG 1000-PAN elektro-eğirilmiş lif FT-IR spektrumları

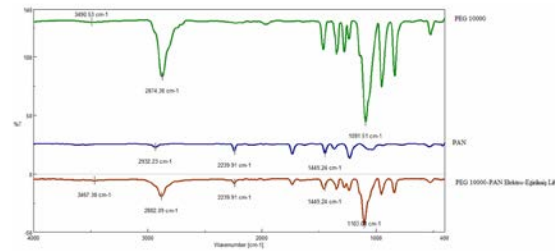
Şekil-2'de PEG 4000, PAN ve PEG 4000-PAN elektro-eğirilmiş lifin FT-IR spektrumları verilmiştir. Buna göre, 3445,21 cm⁻¹ ve 3492,45 cm⁻¹ OH grubuna ait pikler; 2874,38 cm⁻¹, 2932,23 cm⁻¹

ve 2881,13 cm^{-1} C-H grubuna ait pikler; 1091,51 cm^{-1} ve 1102,12 cm^{-1} C-O grubuna ait pikler; 2239,91 cm^{-1} CN grubuna ait pik ve 1449,24 cm^{-1} ve 1457,92 cm^{-1} CH_2 -CN grubuna ait piklerdir.



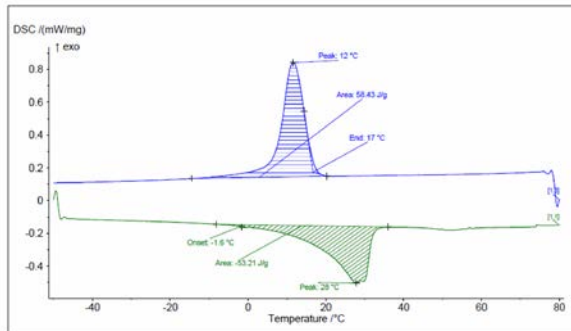
Şekil-2. PEG 4000, PAN, PEG 4000-PAN elektro-eğirilmiş lif FT-IR spektrumları

Şekil-3'te PEG 10000, PAN ve PEG 10000-PAN elektro-eğirilmiş lifin FT-IR spektrumları verilmiştir. Buna göre, 3490,53 cm^{-1} ve 3467,38 cm^{-1} OH grubuna ait pikler; 2874,38 cm^{-1} , 2932,23 cm^{-1} ve 2882,09 cm^{-1} C-H grubuna ait pikler; 1091,51 cm^{-1} ve 1103,08 cm^{-1} C-O grubuna ait pikler; 2239,91 cm^{-1} CN grubuna ait pik ve 1449,24 cm^{-1} CH_2 -CN grubuna ait piktir.



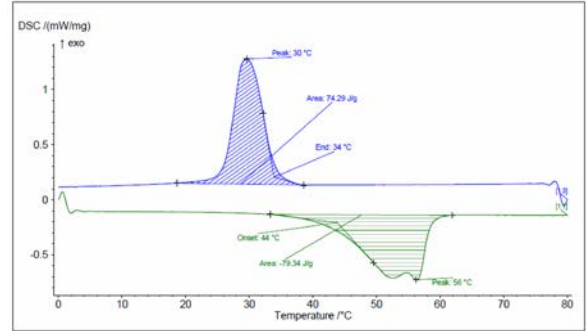
Şekil-3. PEG 10000, PAN, PEG 10000-PAN elektro-eğirilmiş lif FT-IR spektrumları

Şekil-4'te PEG 1000-PAN elektro-eğirilmiş lifin DSC termogramı verilmiştir. Buna göre, erime sıcaklığı -1,6 °C, katılaşma sıcaklığı 17 °C, erime ve katılaşma entalpisi, sırasıyla 53,21 J/g ve 58,43 J/g'dır.



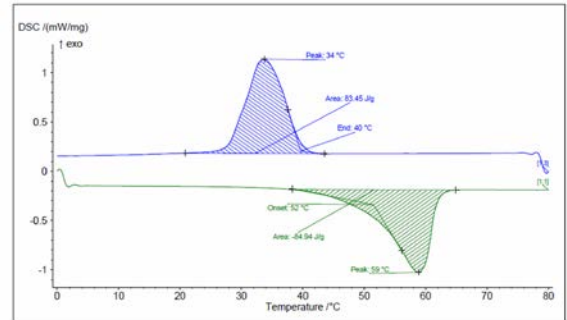
Şekil-4. PEG 1000-PAN elektro-eğirilmiş lif DSC termogramı

Şekil-5'te PEG 4000-PAN elektro-eğirilmiş lifin DSC termogramı verilmiştir. Buna göre, erime sıcaklığı 44 °C, katılaşma sıcaklığı 34 °C, erime ve katılaşma entalpisi, sırasıyla 79,34 J/g ve 74,29 J/g'dır.



Şekil-5. PEG 4000-PAN elektro-eğirilmiş lif DSC termogramı

Şekil-6'da PEG 10000-PAN elektro-eğirilmiş lifin DSC termogramı verilmiştir. Buna göre, erime sıcaklığı 52 °C, katılaşma sıcaklığı 40 °C, erime ve katılaşma entalpisi, sırasıyla 84,94 J/g ve 83,45 J/g'dır.



Şekil-6. PEG 10000-PAN elektro-eğirilmiş lif DSC termogramı

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada % 50 oranında farklı molekül ağırlıklarına sahip PEG 1000, PEG 4000 ve PEG 10000 polimerleri ile % 50 oranında PAN polimeri karıştırılmış ve elektro-eğirme yöntemi ile FDM olarak kullanılabilir lif elde edilmiştir. Özellikle, PEG 4000, PEG 10000 ve PAN ile elde edilen lif karışımlarının tekstil ürünlerinde FDM olarak kullanılabilirliği ortaya konmuştur.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sonraki dönem çalışmalarda, PEG 1000, PEG 4000, PEG 10000 ve PAN ile oluşturulan lif karışımlarının diğer molekül ağırlıkları için de değerlendirilmesi düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR/BILGILENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Polimer Araştırma Laboratuvarı'nda yapılmıştır. Bu çalışmanın yapılmasına imkan sağlayan Tokat Gaziosmanpaşa Üniversitesi Polimer Araştırma Laboratuvarına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1- Keyan K., Ramachandran T., Shumugasundaram L.O., Balasubramaniam M., Ragavendra T., 2012, "Microencapsulation of PCMs in Textiles: A Review", Journal of Textile and Apparel, Technology and Management, 7 (3), 1-10.
2- Konuklu Y., Paksoy O.H., Unal M., Konuklu S., 2014, "Microencapsulation of a fatty acid with Poly(melamine-urea-formaldehyde)", Energy Conversion and Management, 80, 382-390.

3- Kuru A., Aksoy Alay S., 2014, "Cellulose-PEG grafts from cotton waste in thermo-regulating textiles", Textile Research Journal, 84 (4), 337-346.

4- Pan W., Sun Y., Chen Y., 2012, "Preparation of polyacrylonitrile and polyethyleneglycol blend fibers through electrospinning", Optoelectronics and Advanced Materials-Rapid Communications, 6 (1-2), 230-234.

5- Sarier N., Onder E., 2012, "Organic phase change materials and their textile applications: An overview", Thermochimica Acta, 540, 7-60.

6- Wang T., Kumar S., 2006, "Electrospinning of Polyacrylonitrile Nanofibers", Journal of Applied Polymer Science 102, 1023-1029.

7- Zalba B., Marin M.J., Cabeza F.L., Mehling H., 2003, "Review on thermal energy storage with phase change: materials, heat transfer analysis and applications", Applied Thermal Engineering, 23, 251-283.

Design of Face Masks with Metal Oxide Decorated Nanofiber Layer for VOC Protection

DEMIR, Ali¹, BAYSAL, Tugba²

¹Department of Textile Engineering, Istanbul Technical University

²Department of Nanoscience and Nanoengineering, Istanbul Technical University

ademir@itu.edu.tr

OBJECTIVES

The aim of the work is to give information about the production of the acting layer which shows high filtration performance for face mask application, learn the surface morphology (specific surface area, diameter of nanofiber, porosity, etc.) of acting layer, then evaluate the adsorption characteristic of filter material.

INTRODUCTION

As a result of growing population and increasing industrialization, there are many pollutants in the air both in powder form and as gas. The ultra-thin particles or toxic/harmful gases are dangerous for human health. Increasing wars have increased the number of particles and toxic gases in the air. Wood, coal, fuel oil and natural gas are usually burned for heating purposes or industrial applications and volatile organic compounds (VOCs) are released. Many VOCs are toxic and cause serious health problem. Examples of volatile organic compounds are gasoline, benzene, formaldehyde and solvents such as toluene, xylene and styrene¹. An effective face mask can be used to prevent against these pollutants.

In the literature, active carbon nanofibers (ACNFs) are widely used as filter material owing to their high specific surface area, small nanofiber diameter, porous structure, excellent adsorption ability, chemical and thermal stability². Especially micropores onto ACNFs have significant importance for holding toxic gases. Much of the adsorption takes place in micropores. And as specific surface area increases, the amount of adsorption increases. To further increase of ACNFs' adsorption ability, metal oxide nanoparticles such as MgO, Al₂O₃, SnO₂, MnO, TiO₂, CaO can be added in solution that to be used to produce ACNFs³. Toxic gases are adsorbed to ACNFs only physically. However, some of

chemical reactions can occur between toxic gases and acting layer in the case of using metal oxide nanoparticles. This is related to catalytic behaviour of metal oxides, surface reactive oxide/hydroxyl groups of metal oxides cause destructively adsorbing and detoxifying toxic chemicals. These chemical reactions can cause toxic gases to turn into harmless by-products. Owing to both chemical and physical adsorption, the adsorption ability of metal oxide

decorated ACNFs will increase. Besides, as a result of addition of metal oxide in solution, the obtained nanofiber surface gets rougher than pure ACNF surface and specific surface area of acting layer increases, thus adsorption ability enhances².

In order to produce ACNFs, PAN is generally used as a precursor instead of rayon and pitch, because PAN has a higher carbon content than the others. After stabilization, carbonization and activation process, ACNFs are obtained. During these processes, it is expected that all the elements except carbon are removed from the structure, and many micro-and-meso pores are obtained onto ACNFs surface. Metal oxide NPs in PAN NFs lead to enhance activation and, the specific surface area and pore volume of ACNFs increases by their catalytic activity during activation of PAN. The dissociated oxygen from metal oxides forms the ultra-micropores by the formation of CO and CO₂ during activation⁴. Owing to formed micropores, the adsorption ability of ACNFs will enhance.

In this work, destructive adsorption of VOCs was investigated by using metal oxide decorated ACNFs and it is aimed to clarify this subject.

EXPERIMENTAL

Materials

Industrial PAN powder, its solvent dimethylformamide (DMF), and metal oxide nanoparticles such as MgO, Al₂O₃, SnO₂, MnO, TiO₂, CaO will be used for this study.

Fabrication of PAN Nanofiber Decorated with Metal Oxide Nanoparticles

First, the metal oxide nanoparticles in the various contents will be added into DMF, then the solution is stirred for 1 hour with the magnetic stirrer. 18% wt of PAN powder will be dissolved in the mixture solution of the DMF-metal oxide nanoparticle and the solution will be mixed with the magnetic stirrer for 20 hours. Sonication will be done to obtain the desired dispersion.

Fabrication of Activated Carbon Nanofiber (ACNFs) Decorated with Metal Oxide Nanoparticles

The stabilization, carbonization, and activation of prepared PAN NFs will be carried out in a furnace. During the stabilization process, the prepared nanofibers are heated to 280 °C at a rate of 1 °C/min

in air condition and kept at 280 °C for 1 h. After stabilization, carbonization is carried out by Argon gas and the temperature increased to 600 °C at a rate of 2 °C/min and kept at 600 °C for 2 h. For activation, the temperature is increased to 800 °C at a rate of 3 °C/min in CO₂ atmosphere and kept at 800 °C for 1 h. Finally, the sample is cooled to room temperature and the process is completed.

EXPERIMENTAL RESULTS

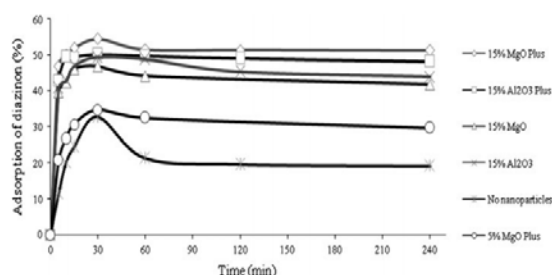
In the study of Dadvar et al [5], MgO NPs and Al₂O₃ NPs was used in ACNF and their properties was compared with metal oxide free ACNF. The results are shown in Table 1.

As seen in Table 1, With addition of metal oxide in PAN precursor; specific surface area, total pore volume, micro and mesopore volume increased and as the mass fraction of metal oxide increases; specific surface area, total pore volume, micro and mesopore volume were observed to increase.

The reason of difference among MgO and Al₂O₃ is related to specific surface area of these metal oxides.

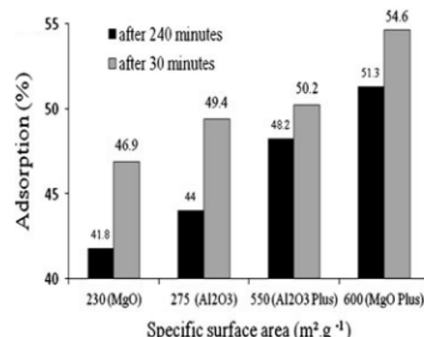
Behnam et al [6] showed the adsorption ability of metal oxide decorated ACNFs against Diazinon and obtained results are shown in Graph 1 and Graph 2.

From the Graph 1, the amount of adsorbed Diazinon increased rapidly up to 30 min, then slightly decreased and remained constant. That decrease in metal oxide-free ACNF was greater than the others due to desorption. This proved to us that there is a chemical bond between the metal oxide nanoparticles and the diazinon, and therefore the desorption amount is lower than the metal oxide free ACNFs.



Graph 1. Destructive adsorption of Diazinon by ACNFs containing various metal oxides

From the Graph 2, embedded metal oxide nanoparticles in ACNFs increase the adsorption of Diazinon depending on the type and specific surface area of metal oxide NPs. Nanoparticles causes to increase the total pore volume of ACNFs. As a result of that, adsorption ability increases.



Graph 2. The amount of adsorbed Diazinon versus the specific surface area of the metal oxide NPs decorated in the ACNFs

GENERAL RESULTS

The addition of metal oxide nanoparticles to the PAN precursor causes roughness on the surface, which increases the specific surface area of the nanofiber. After the activation process, the diameter of the nanofibers decreases, and some substances removes from nanofibers and result micro- and mesopores form on the surface of the nanofibers.

When we add the metal oxide nanoparticles into nanofiber, these nanoparticles facilitate the pyrolysis during the activation due to catalytic effect of metal oxides and cause the formation of more micro and mesopores. Therefore, the adsorption ability of nanofiber enhances. The type, size and specific surface area of the metal oxides to be used, and their dispersion situation to nanofiber surface affects its ability to adsorb.

FUTURE STUDIES

We aim to produce metal oxide decorated activated carbon nanofiber as acting layer for using in face mask.

Table 1. Comparison of basic properties of metal oxide free ACNF and metal oxide decorated ACNF

| type of nanoparticles | nanoparticle amount | specific surface area | total pore volume | micropore volume | mesopore volume | mesopore proportion |
|-------------------------------------|---------------------|---------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|---------------------|
| | mass fraction | m ² .g ⁻¹ | cm ³ .g ⁻¹ | cm ³ .g ⁻¹ | cm ³ .g ⁻¹ | % |
| metal oxide free | 0.00 | 383 | 0.20 | 0.09 | 0.11 | 55 |
| MgO Plus | 0.10 | 838 | 0.60 | 0.49 | 0.11 | 18.5 |
| | 0.15 | 1250 | 1.00 | 0.90 | 0.09 | 9.3 |
| Al ₂ O ₃ Plus | 0.10 | 801 | 0.55 | 0.43 | 0.12 | 22.1 |
| | 0.15 | 1103 | 0.95 | 0.86 | 0.09 | 9.7 |

REFERENCES

- [1] Kadam VV, Wang L, Padhye R. Electrospun nanofibre materials to filter air pollutants – A review. *Journal of Industrial Textiles*. 2016;47(8):2253-80.
- [2] Othman, F. E. C., Yusof, N., Hasbullah, H., Jaafar, J., Ismail, A. F., Abdullah, N., Salleh, W. N. W., “Polyacrylonitrile/Magnesium Oxide-Based Activated Carbon Nanofibers with Well-Developed Microporous Structure and Their Adsorption Performance for Methane”. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 51, 281-287, 2017.
- [3] Othman, F. E. C., Yusof, N., Raffi, A. A., Hasbullah, H., Aziz, F., Salleh, W. N. W., Ismail, A. F., “Preparation and Characterization of Different Loading of Zinc Oxide on Activated Carbon Nanofibers”, *Malay J Anal Sci*, 21, 365, 2017.
- [4] Dadvar, S., Tavanai, H., Morshed, M., “Effect of Embedding MgO and Al₂O₃ Nanoparticles in The Precursor on the Pore Characteristics of PAN Based Activated Carbon Nanofibers” *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 98, 98-105, 2012.
- [5] Dadvar, S., Tavanai, H., Morshed, M., Ghiaci, M., “The Removal of 2-Chloroethyl Ethyl Sulfide Using Activated Carbon Nanofibers Embedded with MgO and Al₂O₃ Nanoparticles”, *Journal of Chemical Engineering Data*, 57(5), 1456-1462, 2012.
- [6] Behnam, R., Morshed, M., Tavanai, H., Ghiaci, M., “Destructive Adsorption of Diazinon Pesticide by Activated Carbon Nanofibers Containing Al₂O₃ and MgO Nanoparticles”, *Bulletin of environmental contamination and toxicology*, 91(4), 475-480, 2013.

Bikomponent Liflerde Dış Polimer Miktarının Temas Noktası Bağlantı Dayanımına Etkisi

SÜVARİ, Fatih

Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
suvari@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı silindirik bir merkez/çekirdek polimer ve bu merkezin etrafını saran dış polimer kısımdan oluşan bikomponent liflerin başka bir bikomponent lifle teması durumunda, dış kısım polimer miktarının ısı işlem sonrası lif temas noktası bağlantı dayanımına etkisini belirlemektir.

GİRİŞ

Bikomponent teknolojisine sahip filament üretim yöntemi birden fazla polimerin aynı düze deliğinden geçirilmesi esasını kullanarak üretim yapar. Üretim sonucunda ortaya çok bileşenli fakat bütün halinde tek bir filament çıkar. Bu teknolojiyle farklı kesit görüntülerinde bikomponent lif üretmek mümkündür. Bu kesitlerden yaygın olarak kullanılanlar, dış kabuk ve çekirdek (sheath and core), dilimli kesit (segmented pie), deniz içinde ada (islands-in-the-sea), yan yana kesit (side-by-side) isimleriyle Türkçe ve İngilizce literatürde yer almaktadır^{1,2}. Dış kabuk ve çekirdek enine kesitine sahip bikomponent liflerde dış polimer iç polimeri tamamen çevreler. İç ve dış kısmı oluşturan polimerlerin kendine has özelliklerinden faydalanılır. Örneğin iç kısım için iletkenlik veya yüksek mukavemet gibi özellikler verebilecek polimerler tercih edilebilecekken, dış kısım için estetik veya yapışma özellikleri olan polimerler seçilebilir³. Tek polimerli lif üretiminde life fazladan bazı teknik özellikler kazandırmak için kullanılan tüm ek katkı maddeleri, bikomponent liflerin üretiminde de tek ya da iki polimer için kullanılabilir. Örneğin sadece dış kısma renklendirici, güç tutuşurluk, antimikrobiyal katkıları ilave edilebilir⁴.

Dış kabuk ve çekirdek polimerinden oluşan bikomponent liflerin binder lifi olarak kullanımı yaygındır. Dış kısım, çekirdek kısma göre daha düşük erime sıcaklığına sahip polimerden seçilir. Isıl işlemde dış kısım eritilir ya da yumuşama sıcaklığının (softening point) üzerinde sıcaklığa ısıtılarak³ temas noktalarında bağlantı sağlanır. Yaygın kullanılan örnekler (sırasıyla dış ve iç kısım) PE/PP, PE/PET, co-PET/PET ve PP/PET polimer çiftleridir⁵. Binder göreviyle bikomponent lifler, ısı birleştirme sonrası dokusuz yüzey üretiminde sıklıkla tercih edilirler³. Örneğin spor ayakkabı astarı olarak kullanımı vardır. Kumaşlar boyutsal olarak stabildir ve yüksek aşınma direncine sahiptir. Su buharı geçişini kolaylıkla sağlamaktadır³.

DENEYSEL

Malzeme

Dış kabuk ve merkez/çekirdek enine kesitinde üretilen bikomponent liflerin, merkez kısmı için polipropilen (PP), dış kabuk kısmı için ise polietilen (PE) polimeri seçilmiştir. Dış kısımda PE polimeri düşük erime noktasından dolayı seçilmiştir. Bir sonraki işlem olan ısı birleştirme daha düşük sıcaklıklarda yapılabilecektir.

Üretim Yöntemi

Çalışmada kullanılan lifler çift ekstrüdere sahip laboratuvar tipi bikomponent lif makinesinde üretilmiştir. Polimer viskozitesini lif çekilebilecek uygun değerlere getirebilmek için merkez ve dış kısım için ekstrüder sıcaklıkları makinede 200°C olarak ayarlanmıştır.

Dış polimer miktarının temas noktası bağlantı dayanımına etkisini anlayabilmek için, merkez/çekirdek kısmı besleyen ekstrüder hızı ve dolayısıyla iç kısım polimer miktarı sabit tutulmuş, dört farklı dış ekstrüder hızında üretim yapılmıştır. Seçilen hız değerleri Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Liflerin üretildiği ekstrüder hızları

| Numune no | Dış ekstrüder hızı (dev/dak) | İç ekstrüder hızı (dev/dak) |
|-----------|------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 0,5 | 0,3 |
| 2 | 0,8 | 0,3 |
| 3 | 1,2 | 0,3 |
| 4 | 1,5 | 0,3 |

Üretilen filamentler hem çözü ve hem de atkı olarak kullanılmıştır. Bezayağı örgüde dokuma kumaşlar el dokuma tezgâhında seyrek bir yapı oluşturacak şekilde (2 çözgü/cm ve 4 atkı/cm) üretilmiştir.

Her bir kumaş numunesi etüvde 125°C sıcaklıkta, 5 dakika bekletilerek, dış kısımdaki polimerin erime sıcaklığına yakın bir değerde yumuşaması hedeflenmiştir. Atkı ve çözgülerin temas noktalarında fazladan bir bağlantı oluşması amaçlanmıştır.

Test Yöntemleri

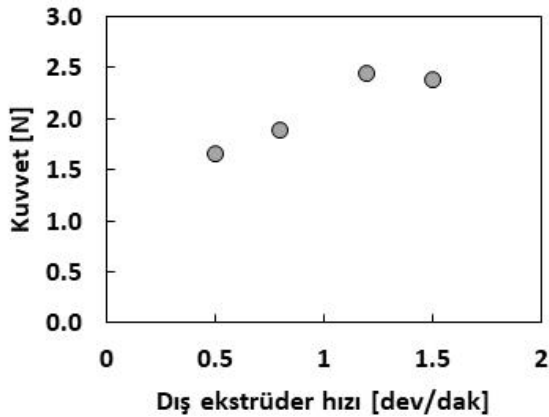
Atkı ve çözgü ipliklerinin temas noktası bağlantı dayanımlarını ölçmek için aşağıda verilen yöntem kullanılmıştır: Kumaşların 5 cm genişliğindeki serbest çözgü iplikleri mukavemet test cihazının üst

çenesine sabitlenmiştir. En alt kısımdaki atkı ipliğinin serbest iki ucu aşağı pozisyona yönlendirilerek alt çene kenarlarında bulunacak şekilde sabitlenmiştir. Üst çene hızı 100 mm/dakika seçilmiştir. Üst çene harekete başladığında ilk yük sağ ve sol kısımdaki atkı ve çözgü ipliklerinin kesişme noktalarına binmektedir. Ardından bu noktalardaki bağlantı kopmakta ve üst çene ilerledikçe bir sonraki iki bağlantı noktasına tekrar kuvvet etki etmektedir. Bu döngü tüm bağlantı noktaları birbirinden ayrılan kadar devam eder. Kuvvet değerleri kaydedilir.

DENEYSSEL SONUÇLAR

Her kumaş tipi için iki sıra atkı ipliğinin kumaştan ayrılması sağlanarak ölçümler alınmıştır. Mukavemet cihazından okunan kuvvet değerleri, bağlantı noktalarının kopma anında maksimum bir değere ulaşmaktadır.

Atkı iplik bağlantıları iki kenardan koştukları için, okunan maksimum değer iki bağlantı noktasının toplam direncidir. Ulaşılan tüm maksimum yük değerlerinin ortalamasını alarak ve ardından ortalama değerleri ikiye bölerek bağlantı direnç değerleri hesaplanmıştır. Sonuçlar Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Farklı dış ekstrüder hızlarında üretilen ipliklerin bağlantı noktası dayanımları

Sonuçlara bakıldığında tüm kumaşlarda ısı enerjisinin etkisiyle atkı ve çözgü ipliklerinin kesişme noktalarında temas halinde bulunan dış kısım polimer yumuşayarak bağlantı sağlanmıştır.

Genel olarak dış ekstrüder hızı daha yüksek seçilerek üretilen ipliklerin ısı işlem sonrası temas noktası bağlantı dayanımlarının daha yüksek olduğu görülmüştür. Yüksek dış ekstrüder hızında dış kısım polimer miktarı daha fazla olduğundan daha sağlam bir bağlantı beklenen bir sonuçtur. Ancak en yüksek hızda üretilen iplik için bağlantı dayanımı artmamıştır. Bunun sebebi kumaşların ısı işlem tabii olduğu şartların daha kalın olan dış kısım için

yetersiz kalması olarak tahmin edilmektedir. 125°C sıcaklıkta, 5 dakika sürenin 4 numaralı numune için dış kısmı tamamen yumuşatacak ve bağlantı sağlayacak şartlar olmadığı anlaşılmaktadır.

GENEL SONUÇLAR

- Ekstrüder hızı arttıkça numara doğrusala yakın artmakta, farklı dış polimer miktarı, ısı işlem sonrası farklı bağlantı dayanımları oluşturmaktadır.
- Dış ekstrüder hızı yüksek ve dolayısıyla dış polimer miktarı daha çok olan yapılar daha yüksek bağlantı dayanımı göstermiştir.
- Isıl işlem şartlarını bikomponent iplikteki polimer miktarına göre belirlenmelidir. Polimer miktarı fazla ipliklerde ısı işlem süresi uzatılabilir.
- İstenilen gözenek boyutlarında tasarlanabilecek seyrek dokuma yapının, ilaç, gıda, seramik sanayinde eleme ve filtreleme işlemlerinde alternatif bir ürün olarak kullanım potansiyeli mevcuttur.
- Seyrek dokuma yapıya sonrasında yapılacak işlemlerle kalıpla şekil verilebilir. Laminasyon sonrası da kalıpla biçimlendirilebilir. Kompozit malzeme için arayüz elemanı olarak kullanılabilir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İç ve dış polimer miktarı ve kumaş konstrüksiyon parametrelerine bağlı olarak en uygun ısı birleştirme şartlarının araştırılması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

- 1- Lewin, M., 1996. Handbook of Fiber Science and Technology. Vol. 3, Pt. D: High Technology Fibers. s.l.:CRC Press.
- 2- Kaynak, H. K., Babaarslan, O., 2009. Mikroliflerin Tekstil Endüstrisindeki Yeri ve Önemi. Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 3(3), pp. 70-83.
- 3- McIntyre, J. E. (Ed.). 2005. Synthetic fibres: nylon, polyester, acrylic, polyolefin. Taylor & Francis US.
- 4- Dugan J. S. 2010. Specialty Markets - Bicomponent Fibers, Textile World.
- 5- Chapman, R. (Ed.). 2010. Applications of nonwovens in technical textiles. Elsevier.

Akrilik Filament İpliğin Tekstüre Edilebilirliğinin İncelenmesi

MUTLU, Aras^{1,2}, DEMİR, Ali¹

¹Istanbul Teknik Üniversitesi, ²Aksa Akrilik Kimya Sanayi A.Ş.
mutluar@itu.edu.tr

AMAÇ

Bu çalışmanın amacı, akrilik filament ipliğin tekstüre edilebilirliğinin incelenmesidir. Halihazırda PET, PP, PA vb. ipliklerin tekstüre edilmesinde kullanılan termomekanik tekstüre yöntemleri ile araştırma yapılarak akrilik filament iplik için uygun yöntemin belirlenmesi hedeflenmiştir.

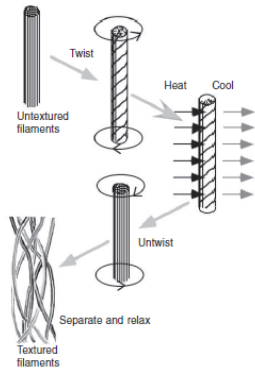
GİRİŞ

Sentetik filament iplikler, tekstüre işlemi ile iplik yapısı değiştirilerek tasarlanabilir. Tekstüre işlemi, düz multifilament ipliğin kıvrımlı ya da ilmekli hale getirilerek daha açık ve hacimli yapı kazandırılması amacıyla uygulanan bir tekniktir.¹ Bu sayede, düz ipliklerde bulunmayan sıcaklık, tuşe ve doğal görünüm gibi özellikler elde edilerek doğal ve sentetik ipliklerin üstün özellikleri birleştirilmektedir.²

Termomekanik tekstüre yöntemleri şu temel aşamaları içermektedir³:

- Filament ipliklerin T_g üzerine ısıtılması
- Filamentlerin deformasyonu
- Filamentlerin T_g altına soğutulması
- Filamentlerin uygun gerginlik altında yeniden düzenlenmesi
- Tekstüre edilmiş ipliğin sarılması

İlk iki adım yer değiştirebilir ya da rastgele gerçekleşebilir. Bahsedilen adımların basitçe anlatımı gerçek büküm tekstüresi ile yapılabilir. Şekil 1'de gösterildiği gibi, filamentler önce bükülerek deformasyon sağlanmakta ve T_g üzerine ısıtma ve soğutma ile yeni yapı fikse edilmektedir. Son olarak büküm açılarak iplikler relakse edilir ve böylece hacimli yapı elde edilir.³



Şekil 1. Gerçek büküm tekstüresi³

Yalancı büküm prosesi, üç ana parametreye sahiptir: Gerilim, büküm ve sıcaklık. Bu değişkenler ile çok farklı özelliklerde tekstüre edilmiş iplikler elde edilebilmektedir.⁴ Dairesel bir filamentin burulma rijitliği, filamentin çapının dördüncü kuvveti ile orantılıdır ve filament çapı arttıkça bükme işlemi zorlaşmaya başlar. Bu nedenle, yalancı büküm en fazla 300 denye ipliklerin tekstüre edilmesi için uygun bir metot olarak görülmektedir.⁵ Akrilik filament ipliğin tekstüre edilmesi ile görülen ender çalışmalardan biri yalancı büküm metodu ile gerçekleştirilmiştir. US 3,022,565 numaralı patente göre en az 750 denye (15 dpf) kalınlıkta akrilik filament iplik tekstüre edilmiştir.⁶

Nispeten az yer kaplaması ve yüksek hızlara çıkılabilmesi gibi özellikleri nedeniyle akrilik elyafın (tow) kıvrıkcılandırılmasında yaygın olarak metot yığma kutusudur. Yığma kutusu ile tekstürede kıvrım kalıcılığı yalancı büküm metoduna göre daha kötü olsa da özellikle kalın ipliklerin tekstüre edilmesi için önemli bir yöntemdir.³ Yığma işlemi ile iki boyutlu bir tekstüre yapısı elde edilirken sıcak hava jeti ya da buhar kullanılan BCF (bulk continuous fiber) metodunda bu yapı üç boyutlu hale gelmektedir.⁴

Termomekanik tekstüre yöntemlerinden biri de örme-sökme işlemidir. Bu işlemde, filament iplik yuvarlak örme makinesinde örülür. Örgü kumaş fikse edilir ve sökülerek tekrardan bobinlere sarılır. Final iplik, ilmek şekline göre deforme olur ve üç boyutlu bir yapı kazanır.⁵ Bu yöntemle lifler dalga benzeri düzlemsel bir harekete zorlanır ve fikse edilir. Hacimlilik ve uzama özellikleri kıvrırcığın sıklık ve derinliği ile belirlenir.⁷

DENEYSEL

Malzeme

Yapılan çalışmalarda Aksa Akrilik tarafından üretilen 600 dtex / 200f ekru akrilik filament iplik kullanılmıştır. Gerçek büküm çalışmalarında büküm verne ve büküm açma işlemi Volkman TFO CarpetTwister'da uygulanmış ve fiksaj işlemi otoklav içerisinde gerçekleştirilmiştir. Sıcak hava jeti ile tekstüre işlemi Barmag BCF makinelerinde uygulanmıştır.

Yöntem

Akrilik filament ipliğin büküm işlemi ile deformasyon özelliğini anlamak için üç faktörlü, üç basamaklı ve üç tekrarlı tam faktöryel deney tasarımı yapılmıştır. Verilen büküm fiksaj işlemi

sonrası tekrar aynı miktarda açılarak iplikler analiz edilmiştir. Deney tasarımında uygulanan parametreler aşağıdaki gibi belirtilmiştir:

- Büküm (T/m): 600, 800, 1000
- Fiksaj sıcaklığı (°C): 90, 95, 98
- Fiksaj süresi (dk): 10, 20, 30

Elde edilen tekstüre edilmiş iplikler, atkı ipliği olarak kullanılarak bezayağı dokuma yapılmış ve kumaşın hava geçirgenliği incelenmiştir.

Sıcak hava jeti ile tekstüre işleminde diğer tüm parametreler sabit tutularak merdane ve jet sıcaklıklarının iplik mukavemeti üzerindeki etkileri incelenmiştir.

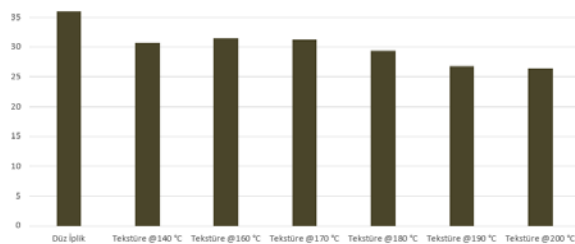
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Planlanan deney tasarımı Minitab 17 ile analiz edilmiştir. Uygulanan bükümün (p-değeri=0,000) tekstüre edilmiş iplik mukavemeti üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olduğu, fiksaj süresi ve sıcaklığının tek başına belirgin bir etkisi olmasa da ikili etkileşiminin (p-değeri=0,003) anlamlı etkisi olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu modelin 87.24% açıklayıcılığa sahip olduğu hesaplanmıştır. Öte yandan, bu parametrelerin kıvrım kalıcılığı üzerindeki etkisi incelendiğinde bükümün (p-değeri=0,000) tek başına ve fiksaj sıcaklığı ile ikili etkileşiminin (p-değeri=0,007) etkili olduğu görülmüştür.

Ayrıca dokuma kumaştan yapılan hava geçirgenliği testlerinde uygulanan bükümün (p-değeri=0,000) istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olduğu görülmüştür ve 78.56% açıklayıcılığa sahiptir.

Elde edilen sonuçlar ışığında iplik mukavemeti, kıvrım kalıcılığı, hava geçirgenliği özelliklerinin maksimize edecek, kumaş gramajının ise minimize edecek şekilde optimizasyon gerçekleştirildiğinde optimum parametrelerin 600 T/m büküm, 90°C fiksaj sıcaklığı ve 20 dk fiksaj süresi ile optimum sonuçların elde edilebileceği belirlenmiştir.

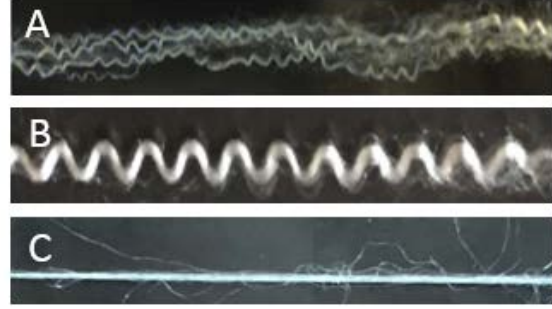
Sıcak hava jeti ile yapılan çalışmalarda ise düz ipliğe kıyasla farklı sıcaklıklarda tekstüre edilmiş ipliklerin mukavemeti analiz edilmiştir. Şekil 2’de görüleceği gibi tekstüre işlemi ile birlikte düz ipliğe göre, iplik mukavemetinde 15% mertebesinde düşük olsa da elde edilen değerler birçok tekstil uygulaması için kabul edilebilir seviyededir. Ayrıca tekstüre sıcaklığı (jet ve merdane sıcaklığı) arttıkça iplik mukavemeti değerinde bir miktar düşüş olduğu belirlenmiştir.



Şekil 2. İplik mukavemeti (BCF tekstüre)

Ayrıca özellikle 160°C üzerinde kıvrım kalıcılığı 80-85% mertebesinde ölçülmüştür.

Öte yandan, örme-sökme (knit-de-knit), yığma kutusu yöntemleri ve yalancı büküm ile akrilik filament ipliğin şekillendirilebilirliğinin tespit edilmesi amacıyla ön çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen tekstüre işlemleri sonrasında iplik görüntüsü Şekil 3’te gösterilmektedir. Yığma kutusu ve örme-sökme yöntemleriyle yapılan işlemlerde akrilik filament ipliğin şekillendirilebildiği ancak yalancı büküm metodu ile aynı etkinin sağlanamadığı görülmektedir.



Şekil 3. Tekstüre sonrası iplik görüntüsü(A) Yığma kutusu, (B) Knit-de-knit, (C) Yalancı büküm

GENEL SONUÇLAR

Farklı termomekanik tekstüre yöntemleri ile gerçekleştirilen çalışmalarda akrilik filament ipliğin son kullanıma uygun özelliklere sahip olacak şekilde tekstüre edilebildiği belirlenmiştir. Yapılan dokuma çalışmalarında tekstüre işleminin ürüne kazandırması beklenen özelliklerin bir kısmı elde edilmiş olsa da ilave çalışma gerekliliği bulunmaktadır. Son kullanım alanına göre, uygun tekstüre yönteminin belirlenmesi ve belirlenen tekstüre yöntemi için optimum çalışma şartlarının sağlanması diğer çalışma alanları olarak ortaya çıkmaktadır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Belirtilen çalışmaların devamı niteliğinde ön çalışması gerçekleştirilen knit-de-knit ve yığma kutusu yöntemlerinde proses şartlarının belirlenmesine yönelik çalışma gerçekleştirilecektir. Ayrıca sıcak hava jeti ile üretilen tekstüre ipliklerin sonraki tekstil proseslerinde verimli üretim yapılabilecek ve tekstüre etkisini muhafaza edecek şekilde kullanılabilmesine yönelik çalışmalar sürdürülecektir. Elde edilecek tüm bu bilgiler ışığında akrilik filament ipliğe özgü yeni bir tekstüre yöntemi üzerinde çalışma yapılması değerlendirilecektir.

KAYNAKLAR

1. Baldua, R. K. et al. 2014. “Effect of feed yarn parameters on air-jet textured yarn properties”, *Fibers and Polymers*, 16(2), 463-470.

2. Demir, A. 2006. Sentetik Filament İplik Üretim ve Tekstüre Teknolojileri. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi.
3. Lord, P. R. 2003. Handbook of Yarn Production. Florida: Woodhead Publishing.
4. Hearle, J. W. S. 2001. Yarn Texturing Technology. Florida: Woodhead Publishing.
5. Atkinson, C. 2012. False Twist Textured Yarns. Cambridge: Woodhead Publishing.
6. Fitzgerald, P. F. et al. 1962. Method of Texturing Yarns. US 3,022,565.
7. Kim, H. C. 2009. Handbook of Textile fiber Structure–Volume 1: Fundamentals and Manufactured Polymer Fibers, Cambridge: Woodhead Publishing.

Vortex Örme Kumaşların Hava Geçirgenliği Üzerine Lif Cinsi, Karışım Oranı ve Kumaş Sıklığının Etkileri

UYANIK, Seval¹, DURU BAYKAL, Pınar²,
¹Gaziantep Üniversitesi, ²Çukurova Üniversitesi
uyanik@gantep.edu.tr

AMAÇLAR

Çalışma kapsamında çeşitli lif tiplerinin, lif karışım oranlarının ve kumaş sıklığının vortex ipliklerden örülmüş ve boyanmış kumaşların hava geçirgenliği üzerine etkilerinin ortaya konulması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Hava geçirgenliği, kumaşı oluşturan lif yapısı, iplik yapısı, kumaş konstrüksiyonu ve kumaşın gördüğü terbiye işlemlerinden etkilenmektedir. Kalın iplikli ve sık konstrüksiyonlar daha az hava geçirgenliğine izin verir. Lif türü açısından doğal liflerin gözenekli yapıları nedeniyle iyi hava geçirgenliğine sahip olduğu söylenebilir. Kumaşa uygulanan terbiye işlemlerinin hava geçirgenliğine etkisine bakıldığında, genel olarak kumaş gözenekliliğini değiştiren her uygulama hava geçirgenliğini de değiştirmektedir¹

Literatürde hava geçirgenliğinin kumaş sıklığı ve buna paralel olarak gözenek yoğunluğuyla doğrudan ilişkili olduğunu kanıtlayan çalışmalar mevcuttur. Oinuma² ile Chidambaram³ ve ark. çalışmalarında, ilmek iplik uzunluğu arttığında kumaşlarda gözenekliliğin ve hava geçirgenlik değerlerinin arttığını belirtmişlerdir. Marmaralı⁴ çalışmasında elastan içeren kumaşların daha sıkı bir yapı eğilimi gösterdiği için elastansız kumaşlara göre gramajı ve kalınlık değerinin daha yüksek, hava geçirgenliği ve boncuklanma eğiliminin ise daha düşük olduğunu ortaya koymuştur. Başka bir çalışmada Uçar ve Yılmaz⁵ kumaş sıklaştıkça hava geçirgenliğinin daha az olmasına bağlı olarak kumaş yüzeyi boyunca ısı kaybının azaldığını işaret etmiştir. Mavruz ve Oğulata⁶ ise çalışmalarında örgüleri oluşturan ipliklerin numarası arttıkça (iplik inceldikçe) ve kumaş sıklığı azaldıkça iplikler arasındaki boşluklar (gözenek) artacağından geçen hava miktarının da arttığını, ayrıca kumaş kalınlığı arttığında gözeneklerde sürtünme ve paralelinde basınç kayıplarının artmasıyla havanın gözeneklerden geçişini zorlaştığını belirtmişlerdir.

DENEYSEL

Malzeme

Vortex eğirme sisteminde karde pamuk (CO), viskon (CV), modal (CMD), poliester (PES), naylon 6.6 (PA) ve gümüş katkıli poliester (Flexsil-D2TM-FD2) lifleri kullanılarak farklı karışım oranlarında Ne 30 inceliğinde iplikler üretilmiştir. Üretilen iplikler 30 pus, 28 E Mayer-Relanit yuvarlak örme makinesinde iki farklı sıklıkta örülerek ve ardından lif cinslerine uygun boyama prosesleri ile boyanarak bitim işlemi görmüş numuneler elde edilmiştir.

Yöntem

Kumaşların sıklık, gramaj ve kalınlık gibi yapısal özellikleri sırasıyla TS EN 14970, TS EN 12127 ve TS 7128 EN ISO 5084 standartlarına göre belirlenmiştir.

Kumaşların gözenek yoğunluğu ise izleyen eşitlikle hesaplanmıştır. Burada ϵ gözenek yoğunluğu, d iplik çapı, l ilmek iplik uzunluğu (lfa), c birim uzunluktaki ilmek sıra sayısı (cpc), w birim uzunluktaki ilmek çubuk sayısı (wpc), t kalınlıktır (Oğulata ve Mavruz, 2010).

$$\epsilon = 1 - \frac{\pi d^2 l c w}{2t} \quad (1)$$

Kumaş numunelerinin hava geçirgenlikleri TS 391 EN ISO 9237 standardına göre Prowhite PHG-01A model dijital hava geçirgenliği test cihazında 20 cm² deney alanı kullanılarak örme kumaşlar için standartta öngörülen 100 Pa basınç farkı ile gerçekleştirilmiştir. Her bir kumaş tipinden mm/sn olarak 5 adet ölçüm alınmıştır.

Kumaşların fiziksel özellikleri, gözenek yoğunluğu ve hava geçirgenlik değerleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Kumaşların hava geçirgenliği ve gözenek yoğunluğu değerleri

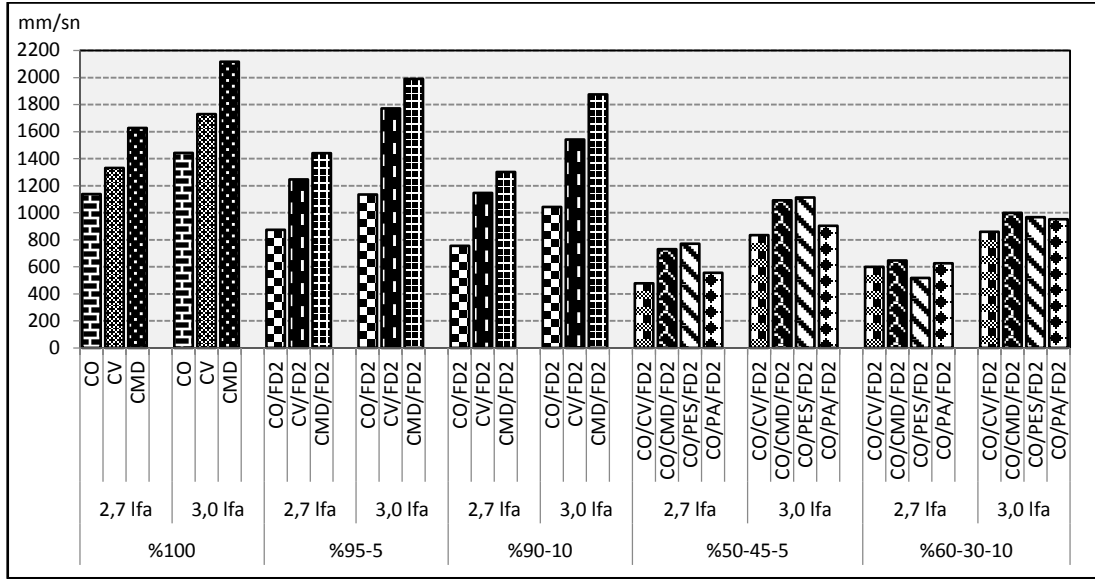
| | Kumaş cinsi | İlmeğin uzunluğu (lfa) mm | İlmeğin sıra sayısı/cm cpc | İlmeğin çubuk sayısı/cm wpc | Gramaj g/m ² | Kalınlık mm | Gözenek yoğunluğu | Hava geçirgenliği mm/sn |
|-----------|-------------|---------------------------|----------------------------|-----------------------------|-------------------------|-------------|-------------------|-------------------------|
| %100 | CO | 2,7 | 18,83 | 14,08 | 129,8 | 0,477 | 0,881 | 1137,60 |
| | | 3,0 | 15,50 | 14,00 | 114,2 | 0,460 | 0,906 | 1442,04 |
| | CV | 2,7 | 20,50 | 14,08 | 148,3 | 0,410 | 0,902 | 1330,72 |
| | | 3,0 | 15,92 | 14,00 | 128,2 | 0,410 | 0,924 | 1728,96 |
| | CMD | 2,7 | 19,25 | 14,42 | 139,8 | 0,403 | 0,919 | 1626,55 |
| | | 3,0 | 15,92 | 13,42 | 119,5 | 0,377 | 0,941 | 2116,47 |
| %95-5 | CO/FD2 | 2,7 | 20,00 | 14,67 | 132,3 | 0,470 | 0,881 | 873,40 |
| | | 3,0 | 16,5 | 13,83 | 117,3 | 0,477 | 0,906 | 1134,40 |
| | CV/FD2 | 2,7 | 21,75 | 14,42 | 164,7 | 0,427 | 0,901 | 1245,95 |
| | | 3,0 | 17,92 | 13,75 | 141,7 | 0,417 | 0,924 | 1771,17 |
| | CMD/FD2 | 2,7 | 20,58 | 14,67 | 162,3 | 0,420 | 0,903 | 1440,05 |
| | | 3,0 | 17,00 | 13,83 | 136,3 | 0,403 | 0,928 | 1989,15 |
| %90-10 | CO/FD2 | 2,7 | 20,67 | 14,33 | 137,6 | 0,487 | 0,871 | 754,80 |
| | | 3,0 | 17,00 | 14,00 | 124,2 | 0,483 | 0,897 | 1042,40 |
| | CV/FD2 | 2,7 | 22,75 | 14,17 | 169,2 | 0,433 | 0,900 | 1146 |
| | | 3,0 | 17,50 | 14,67 | 147,3 | 0,417 | 0,923 | 1541,08 |
| | CMD/FD2 | 2,7 | 21,67 | 14,00 | 160,7 | 0,427 | 0,902 | 1300,96 |
| | | 3,0 | 16,75 | 13,92 | 139,5 | 0,410 | 0,928 | 1874,63 |
| %50-45-5 | CO/CV/FD2 | 2,7 | 23,33 | 14,00 | 175,2 | 0,510 | 0,867 | 477,60 |
| | | 3,0 | 19,08 | 13,58 | 156,5 | 0,503 | 0,896 | 834,00 |
| | CO/CMD/FD2 | 2,7 | 21,50 | 14,17 | 163,3 | 0,483 | 0,880 | 730,00 |
| | | 3,0 | 17,50 | 13,75 | 144,5 | 0,477 | 0,907 | 1091,40 |
| | CO/PES/FD2 | 2,7 | 22,00 | 14,33 | 163,3 | 0,503 | 0,871 | 770,40 |
| | | 3,0 | 17,92 | 13,83 | 143,2 | 0,490 | 0,901 | 1112,40 |
| CO/PA/FD2 | 2,7 | 22,00 | 14,83 | 174,0 | 0,513 | 0,850 | 555,40 | |
| | 3,0 | 18,17 | 14,00 | 146,5 | 0,503 | 0,885 | 903,00 | |
| %60-30-10 | CO/CV/FD2 | 2,7 | 22,58 | 14,17 | 169,2 | 0,500 | 0,871 | 599,20 |
| | | 3,0 | 18,50 | 13,83 | 149,2 | 0,503 | 0,896 | 858,80 |
| | CO/CMD/FD2 | 2,7 | 21,75 | 14,50 | 161,7 | 0,487 | 0,875 | 646,60 |
| | | 3,0 | 17,83 | 14,00 | 143,5 | 0,493 | 0,900 | 998,60 |
| | CO/PES/FD2 | 2,7 | 22,00 | 15,00 | 169,2 | 0,503 | 0,859 | 517,40 |
| | | 3,0 | 18,00 | 14,42 | 146,8 | 0,497 | 0,890 | 966,80 |
| CO/PA/FD2 | 2,7 | 22,33 | 14,08 | 161,3 | 0,503 | 0,867 | 625,80 | |
| | 3,0 | 18,00 | 14,00 | 142,5 | 0,503 | 0,893 | 951,40 | |

DENEYSSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1'de verilen grafikten tüm kumaşların hava geçirgenliği üzerinde kumaş sıklığının etkili olduğu ve paralelinde 3,0 lfa kumaşların 2,7 lfa kumaşlara göre seyrek olmaları nedeniyle daha fazla hava geçirgenliğine sahip oldukları gözlenmektedir.

%100 ve ikili karışım kumaşlarda tüm karışım oranlarında ve lfa değerlerinde en yüksek hava geçirgenliğine modal içeren kumaşlar sahip olup bunu viskon içeren kumaşlar izlemiştir. Pamuk içeren kumaşlar ise her grupta en düşük hava geçirgenliğini göstermiştir. Bu durum Çizelge 1 incelendiğinde kumaşların gözenek yoğunluk değerleriyle rahatlıkla açıklanabilmektedir. Pamuk içeren kumaşlar en düşük gözenek yoğunluğuna sahip olup havanın geçebileceği boşluklar azaldığı için en düşük hava geçirgenliğini, modal içeren kumaşlar en yüksek gözenek yoğunluğundan dolayı her grupta en yüksek hava geçirgenliğini göstermiştir.

Üçlü karışım kumaşlarda %5 Flexsil içeren grupta her iki sıklıkta da modal ve poliester içeren kumaşların hava geçirgenlikleri birbirine çok yakın ve diğerlerine göre daha yüksektir. Bu kumaşları naylon ve viskon içeren kumaşlar takip etmekte olup viskon içeren kumaşlar en düşük hava geçirgenliğini göstermiştir. Viskon içeren kumaşlar hariç sonuçlar kumaşların gözenek yoğunluklarıyla örtüşmektedir. Birbirine yakın hava geçirgenliği gösteren modal ve poliester içeren kumaşların gözenek yoğunlukları da birbirine yakındır. %10 Flexsil içeren grupta modal içeren kumaşlar hem 2,7 lfa hem de 3,0 lfa değerinde diğer kumaşlara göre daha fazla hava geçirgenliği göstermiştir. Ancak grupta aynı sıklıklarda kumaşların hava geçirgenliği genel olarak birbirine yakındır. Buna sebep %5 Flexsil içeren kumaşlarla kıyaslandığında bu gruptaki kumaşların gözenek yoğunluklarının birbirine biraz daha yakın olmasıdır. Bu grupta 2,7 lfa değerinde en düşük gözenek yoğunluğunu gösteren poliester içeren kumaş beklediği gibi en düşük hava geçirgenliğini göstermiştir.



Şekil 1. Hava geçirgenliği

Hem %5 Flexsil hem de %10 Flexsil içeren grupta viskon içeren kumaşların naylon içeren kumaşlara göre daha yüksek gözenek yoğunlukları olmasına rağmen hava geçirgenlikleri daha düşüktür. Bu sonuç viskon içeren kumaşlar için hava geçirgenliği üzerine etkili başka bir faktörün olduğunu göstermektedir. Çizelgeden bu kumaşları oluşturan ipliklerin numaraları arasında biraz fark olduğu ve viskon içeren ipliğin biraz daha kalın olduğu belirlenmiştir. Bu durum viskon içeren ipliğin çapı daha dar olmasına rağmen sıkı olduğunu ve dolayısıyla kesitteki lif sayısının fazla ve lifler arasındaki boşlukların az olduğunu ifade etmektedir. Bunun sonucunda gözenek yoğunluğu dikkate alınmadığında lifler arasında havanın geçebileceği boşluklar azaldığı için bu kumaşta hava geçirgenliğinin naylon içeren kumaştan düşük çıktığı düşünülmektedir.

Yapılan istatistiksel analizlerde, gözenek yoğunluğu ile hava geçirgenliği arasındaki korelasyon katsayısı (r) 0,938** değeri ile 0,01 anlam düzeyinde oldukça kuvvetli ve pozitif olup bu sonuçla kumaşta hava geçirgenliğinin gözenek yoğunluğunun artmasıyla arttığı kanıtlanmıştır. Ayrıca iplik çapı ile hava geçirgenliği arasında -0,484** ve iplik yoğunluğu ile hava geçirgenliği arasında 0,479** olarak orta kuvvette bulunan korelasyon katsayısı değerleri iplikte çap artışı ve yoğunluk düşüşü ile kumaşta hava geçirgenliğinin azaldığını ifade etmektedir. İplikte tüylülük arttığında kumaşların hava geçirgenliğinin olumsuz etkileneceği düşüncesiyle tüylülük ile hava geçirgenliği arasında yapılan korelasyon testlerinde ise etkili bir ilişki bulunmamıştır.

GENEL SONUÇLAR

- Çalışma ile örme kumaşların hava geçirgenliği üzerine en etkili faktörün kumaşların gözenek

yoğunluğu olduğu ortaya çıkmıştır. Kumaşta gözenek yoğunluğunun artmasıyla havanın kumaşta geçebileceği boşluklar arttığı için hava geçirgenliği de artmaktadır.

- Gözenek yoğunluğu, lif cinsine göre değişim gösteren iplik çapı ile hem ilmek iplik uzunluğu hem de lif cinsine bağlı olarak değişim gösteren kumaş fiziksel özelliklerinden etkilenen bir faktördür. Bu da gerçekte örme kumaşların hava geçirgenliğinin öncelikle ilmek iplik uzunluğu ve ardından lif cinsinden etkilendiğini ortaya koymaktadır.
- Lif cinsine bağlı olarak değişen iplik çapının ve dolayısıyla kumaş kalınlığının azalmasıyla kumaşta gözenek yoğunluğu ve paralelinde hava geçirgenliği artmaktadır.
- İlmek iplik uzunluğu ve buna bağlı olarak değişim gösteren ilmek yoğunluğu azaldığında da kumaşta gözenek yoğunluğu artmakta ve böylece hava geçirgenliği artış göstermektedir. İlmek iplik uzunluğunun artmasıyla kumaşların gözenek yoğunluğunda %2-4 artış olurken hava geçirgenliğinde ise çoğunlukla %20-45 arasında değişen artış oranları gözlenmiştir.
- Örme kumaşların hava geçirgenliği açısından en iyi lif modal lifi olup bu lifin yer aldığı kumaşlarda daha yüksek gözenek yoğunluğu ve dolayısıyla daha yüksek hava geçirgenliği gözlenmektedir. Ayrıca modal lifinin yer aldığı ipliklerin diğer ipliklere göre daha az düzgünsüzlük, iplik hatası (kalın yer ve neps) ve tüylülük içermesi de kumaşta havanın geçtiği boşlukları netleştirerek hava geçirgenliğinin yüksek olmasında etkili yan faktörler olarak ortaya çıkmaktadır.
- Aynı elyaf kombinasyonuna sahip kumaşlarda poliester lifi içeren kumaşlar genel olarak modal

lifli içeren kumaşlara oldukça yakın ve biraz daha düşük gözenek yoğunluğu değerleri göstermiştir. Bu da poliester lifli içeren kumaşlarda modal lifli içeren kumaşlar kadar yüksek hava geçirgenliği olmasını sağlamıştır. Hatta bazı poliester lifli içeren kumaşlarda biraz daha yüksek hava geçirgenliği gözlenmiştir. Bu durum, söz konusu kumaşlarda iplik çapları aynı olduğu halde iplik yoğunluğunun farklı olmasından kaynaklanmaktadır. Poliester içeren iplikte yoğunluk daha düşük olup iplik kesitindeki lif sayısının azalması ve lifler arasındaki boşlukların artması sebebiyle havanın geçebileceği boşluklar artarak hava geçirgenliği modal içeren kumaşlara göre daha fazla olmuştur. Poliester içeren kumaşlarda iplik tüylülüğü arttığında ise iplik yoğunluğu faktörü etkisi azalmış ve tüylülüğün artmasıyla modal lifli içeren kumaşlara göre hava geçirgenliği de azalmıştır.

- Naylon lifli, modal ve poliester lifine göre yer aldığı kumaşların gözenek yoğunluğunun ve dolayısıyla hava geçirgenliğinin düşük olmasına yol açacak şekilde etki etmektedir. Ancak viskon lifli içeren kumaşlar ile kıyaslandığında daha düşük gözenek yoğunluğuna ve birbirine yakın iplik kalite değerlerine sahip olmasına rağmen iplik yoğunluğunun çok daha düşük olması sebebiyle naylon lifli yer aldığı kumaşlarda hava geçirgenliğini artırmıştır.
- Viskon lifli ile pamuk lifli kıyaslandığında ise viskon lifinin yer aldığı kumaşlar daha yüksek gözenek yoğunluğu ve dolayısıyla daha yüksek hava geçirgenliği göstermektedir. Ancak aralarındaki hava geçirgenliği farkı gözenek yoğunluğu farkına göre çok daha fazla olup pamuk lifli içeren kumaşlar beklenenden daha düşük hava geçirgenliğine sahiptir. Bu durum, yüksek oranda pamuk lifli içeren ipliklerin düzgünsüzlük, özellikle kalın yer ve neps açısından iplik hataları ile tüylülük gibi kalite değerlerinin viskon oranı yüksek ipliklere göre oldukça kötü olmasından kaynaklanmaktadır.
- Bulgular ışığında, iplik açısından çapı dar ve sıkı ipliklerin kumaşta gözenek yoğunluğunu artırarak

hava geçirgenliğini artırdığı, diğer yandan çapı geniş ipliklerde lifler arası kılcal boşlukların hava geçirgenliğini bir miktar artırdığı, ancak tüylü ipliklerde kumaş gözeneklerindeki sürtünmenin artmasıyla hava geçirgenliğinin azaldığı; kumaş açısından ise gözenek yoğunluğu az veya diğer bir şekilde sık ve kalın kumaşların hava geçirgenliğini azalttığı söylenebilir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma kapsamındaki numunelerin üretimini gerçekleştiren SELÇUK İPLİK-ÖRGÜ-BOYA İŞLETMELERİ'ne teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Kaplan, S., Okur, A., 2005. Kumaşın Geçirgenlik-İletkenlik Özelliklerinin Giysi Termal Konforu Üzerindeki Etkileri. *Tekstil Maraton*, 2:56-65.
2. Oinuma, R., 1988. Effect of Stitch Length on Some Properties of Cotton 1x1 Rib Rib Knitted Fabrics. *Journal of Textile Machinery Society of Japan*, 41(10):543-548.
3. Chidambaram, P., Govind, R., Venkataraman, K.C., (2011), The Effect of Loop Length and Yarn Linear Density on the Thermal Properties of Bamboo Knitted Fabric, *Autex Research Journal*, 11(4), 102-105.
4. Bayazıt Marmaralı, A., 2003. Dimensional and Physical Properties of Cotton/Spandex Single Jersey Fabrics. *Textile Research Journal*, 73(1):11-14.
5. Uçar, N., Yılmaz, T., 2004. Thermal Properties of 1x1, 2x2, 3x3 Rib Knit Fabrics. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 12(3):34-38
6. Mavruz, S., Oğulata, R.T., 2009. Pamuklu Örme Kumaşlarda Hava Geçirgenliğinin İncelenmesi ve İstatistiksel Olarak Tahminlenmesi, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 1:29-38.

Farklı Örgü ve Atkı Sıklığındaki Su İtici Pamuklu Dokuma Kumaşların Su Geçirgenlik-Temas Açısı İlişkisinin Değerlendirilmesi

ÖZSEVİNÇ, Ali¹, ÖZEN, İlhan²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Tekstil Programı, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat

²Erciyes Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, 38039 Melikgazi, Kayseri

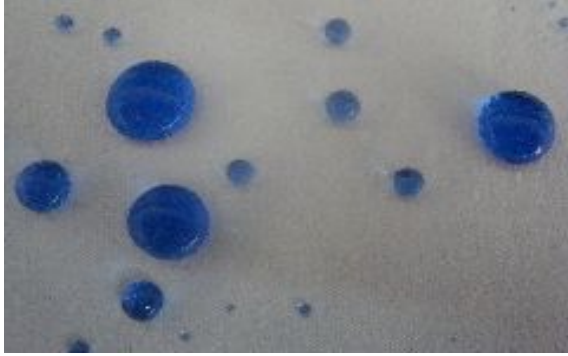
ali.ozsevinc@gop.edu.tr

AMAÇLAR

Bu projede, farklı örgüye sahip (B 1/1, D 2/1, D 2/2, P 2/2) pamuklu kumaşlara su iticilik bitim işlemi yapılarak, farklı örgü ve atkı sıklığındaki su geçirgenlik ve temas açısı değerleri arasındaki ilişki araştırılarak, teknik tekstil uygulamalarında kullanılabilirlikleri araştırılmıştır.

GİRİŞ

Su iticilik bitim işlemleri, kumaş yüzeyinde su damlacıklarının kalmasını yani kumaşın ıslanmasını ve su damlalarının geçmesini engelleyen ve aynı zamanda da su buharının geçmesini sağlayan değişik bitim maddeleriyle yapılan uygulamalara denmektedir.¹



Şekil 1. Su itici kumaş

Tekstil ürünlerinde en çok uygulanan bitim işlemlerinden biri su iticiliktir. Bu işlem özellikle giyim endüstrisinde sıkça kullanılmaktadır. Su ve kir itici kimyasallar elyaftaki yüzey gerilimini düşürme prensibine dayandığı için beraber değerlendirilirler ve beraberinde kir itici özellik te kazandırır ve tekstil malzemelerinin kolay temizlenmesini sağlar. Su itici kumaşlar, kumaş yüzeyinin kimyasal maddelerle reaksiyona girerek su itici karakter kazandırılması esasına dayandığı için su geçirmez kumaşlar gibi suyun geçişini tamamen engelleyemezler.²

Su geçirmez kumaşlarda ise yüzeyin tamamı katı polimerik maddelerle kaplanarak su geçişi engellenir. Kumaş yüzeyinin gözenekleri tamamen veya kısmen kapanarak su geçirgenlik özellikleri iyileştirilmekte, buna karşın hava ve nem geçirgenlik özellikleri de kötüleşmektedir. Su itici kumaşlarda ise kumaşın gözenek yapısı kapanmaz hava ve nem transferi sağlanır.³ Kaplama yöntemi ile su geçirmez

özellik sağlanması teknik ve endüstriyel uygulamalarda sorun yaratmazken, günlük kıyafetlerde konfor ön plana çıktığı için istenmeyen bir durumdur. Çünkü insan vücudunda terlemeden dolayı oluşan su ve su buharı kişide ıslaklık ve rahatsızlık hissi vereceği için uzaklaştırılması gerekir. Bu da ancak deri solunumu ile sağlanır.⁴ Su geçirmez kumaşlar ise deri solunumuna izin vermediğinden, klasik su itici kimyasallarla sağlanan su iticilik de sınırlı olduğu için günümüzde nanoteknolojinin ilerlemesiyle beraber süperhidrofobik yüzeylerin oluşturulması önem kazanmıştır.⁵

Çalışma kapsamında su iticilik bitim işlemi uygulanan 4 farklı örgü ve 2 farklı atkı sıklığındaki pamuklu dokuma kumaşların su geçirgenlik ve temas ilişkisi araştırılmış ve teknik tekstil uygulamalarındaki taleplere cevap vermesi araştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

% 100 pamuklu kumaşlar Madosan Tekstil'de dokuma işlemi gerçekleştirilerek, Hasözgen Boya-Baskı fabrikasında ön terbiye işlemi yapılmıştır. Nanopel su iticilik bitim kimyasalı piyasadan tedarik edilerek kullanılmıştır. Ön terbiye işlemi yapılan dokuma kumaşların gramaj, sıklık ve örgü yapıları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 1. Dokunan ve Ön Terbiye İşlemi Gören Kumaşların Özellikleri

| Kumaş No | Çözü Cinsi ve Numarası | Çözü Sıklığı | Atkı Cinsi ve Numarası | Atkı Sıklığı | Gramaj (gr/m ²) | Örgü |
|----------|------------------------|--------------|------------------------|--------------|-----------------------------|-------|
| 1 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 18.5 | 208 | B 1/1 |
| 2 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 18 | 201 | D 2/1 |
| 3 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 18 | 203 | D 2/2 |
| 4 | 20/1 Penye Pamuk | 50 | 20/1 Karde Pamuk | 18 | 198 | P 2/2 |
| 5 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 23.5 | 227 | B 1/1 |
| 6 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 23.5 | 228 | D 2/1 |
| 7 | 20/1 Penye Pamuk | 51 | 20/1 Karde Pamuk | 23.5 | 225 | D 2/2 |
| 8 | 20/1 Penye Pamuk | 50 | 20/1 Karde Pamuk | 23 | 222 | P 2/2 |

Yöntem

Dokuma kumaşlar Tablo 2’ de belirtilen reçete ile 10 m/dk hızda, 4 bar sıkma basıncında % 65 emdirme oranında Nanopel marka su iticilik bitim kimyasalları ile emdirme yapılmıştır. Daha sonra etüvde 120°C, 2dk kurutma ve 170°C, 2 dk fiksaj yapılmıştır.

Tablo 2. Su iticilik reçetesi

| |
|--------------------------|
| 60 g/lit NT X-490 |
| 29 g/lit Ultratex S-227 |
| 25 g/lit Hydrophobol XAN |
| 2 g/lit Invadine PBN |

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Su Geçirgenlik Sonuçları: Su geçirgenlik test cihazının 100 cm²’lik daire şeklindeki kısmına yerleştirilen ve ardından sıkıştırılan kumaş, deney esnasında alt yüzeyinden 60 cm/dk yükselen basınçlı suya maruz kalmış ve deney, kumaş yüzeyinde 3 su damlacığı görülünceye kadar devam ettirilmiştir. 3 damlacık görüldüğü andaki değer, kumaşın cm H₂O cinsinden su geçirgenlik değeri olarak kaydedilmiştir. Her kumaş numunesinden 3 ayrı ölçüm yapılmış ve değerlerin ortalaması hesaplanarak sapma değerleriyle birlikte Tablo 3’ te verilmiştir.

Tablo. 3 Su geçirgenlik değerleri

| Kumaş No | Su Geçirgenlik Değeri(cmH ₂ O) |
|----------|---|
| 1 | 35.5±1.1 |
| 2 | 25.3±0.4 |
| 3 | 30.7±0.6 |
| 4 | 33.4±0.5 |
| 5 | 47.5±0.3 |
| 6 | 38.9±0.1 |
| 7 | 31.2±0.2 |
| 8 | 30.2±1.3 |

Su iticilik bitim işleminin su geçirgenliğini ne derece etkilediğini görebilmek için ham kumaşların su geçirgenlik değerleri de ölçülmüş ve bu değerlerin kumaş örgü tipi ve sıklıktan bağımsız olarak 17.2-18.8 cmH₂O aralığında değiştiği tespit edilmiştir.

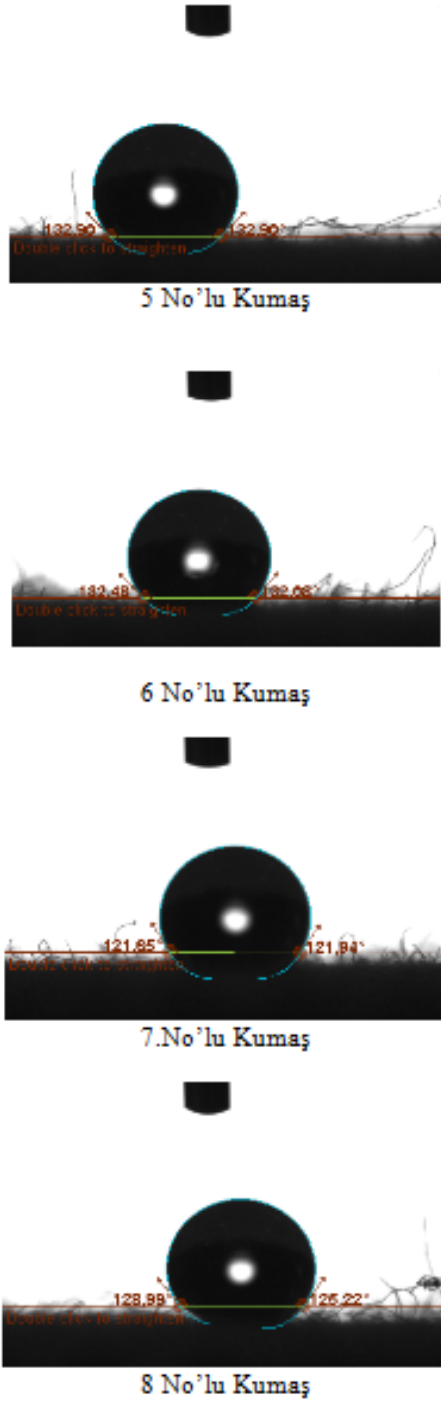
Su geçirgenlik testlerinde değerin yüksek çıkması, kumaşın su geçirmezlik özelliğinin iyileştiğini göstermektedir. Nanopel ile bitim işlemi görmüş kumaşlar incelendiğinde daha sıkı olan ve gözenek sayısı daha az olan bezayağı doku tipine sahip kumaşların (1 No’lu) dişi (2 ve 3 No’lu) ve panama (4 No’lu) dokuma tipli kumaşlara nazaran daha yüksek su geçirgenlik değerleri verdiği görülmüştür. Ayrıca aynı dokuma tipine sahip ancak atkı sıklığı

daha yüksek olan kumaşlarda (örn. 1 ve 5 No’lu, 2 ve 6 No’lu, 3 ve 7 No’lu ve 4 ve 8 No’lu) su geçirgenlik değerlerinin daha yüksek çıktığı gözlenmiştir.

Temas Açısı Sonuçları: Temas açısı ölçümleri Attension Theta marka temas açısı ölçer cihazla yapılmıştır. Şekil 2’de 18 atkı sıklığındaki B 1/1, D 2/1, D 2/2. P 2/2 örgülü kumaşlar, Şekil 3’de ise 23.5 atkı sıklığındaki B 1/1, D 2/1, D 2/2. P 2/2 örgülü kumaşlar için temas açısı ölçüm sonuçları gösterilmiştir



Şekil 2. 18 Atkı sıklığındaki B 1/1, D 2/1, D 2/2. P 2/2 örgülü kumaşlar için temas açıları



Şekil 3. 23.5 Atkı sıklığındaki B 1/1, D 2/1, D 2/2, P 2/2 örgülü kumaşlar için temas açıları

Temas açısı değerleri incelendiğinde atkı sıklığı artışının (3-4 tel/cm) genel olarak temas açısı sonuçlarını iyileştirdiği gözlemlenmektedir. Örgü tipine göre temas açısı değerleri değerlendirildiği zaman çözgü hakimiyetin ön yüzde yüksek olduğu D 2/1 kumaşlarda, diğer kumaşlara göre daha yüksek olduğu tesbit edilmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Su iticilik bitim işlemi yapılmış kumaşların, genel olarak su geçirgenlik değerlerinde iyileşme gözlenmektedir. Çözgü ve atkı bağlantı (gözenek) sayısı en fazla olan B 1/1 örgülü kumaşlarda bu artış daha fazla olmuştur. Atkı sıklığı artışı ile su geçirgenlik değerlerinde de iyileşme olmaktadır.

Temas açısı değerleri su geçirgenlik değerleri ile benzer özellik göstermiş ve atkı sıklığı artışı ile beraber çok az iyileşmiştir. Su geçirgenlik değerleri gözenek sayısı ile direkt ilişkili iken, temas açısı değerleri gözenek yapısından ziyade yüzey özelliklerinden etkilenmiştir. B1/1, D2/2 ve P2/2 örgüler dengeli örgüler iken D2/1 örgüde çözgü hakimiyeti fazladır. D2/1 örgülü kumaşlarda temas açısı daha yüksek çıkmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Çoban, S., 1999, Genel Tekstil Terbiyesi ve Bitim İşlemleri, Ege Üniversitesi Emel Akın Meslek Yüksek Okulu, Bornova, İzmir.
- [2] Goli, KM., 2008 Use of Modified Cellulose for the Improvement of Water Repellency. North Carolina State Üniversty, Master Thesis, North Carolina, 139 pp.
- [3] Mukhopadhyay A., Midha V.K., 2008. A review on designing the waterproof breathable fabrics part I: Fundamental principles and designing aspects of breathable fabrics, J. of Ind. Tex., 37(3) 225-262.
- [4] Özcan G., 2007 Performance evaluation of water repellent finishes on woven fabric properties, Textile Research Journal, 77(4), 265-270
- [5] Ruckman J.E., 1997. Water vapour transfer in waterproof breathable fabrics part 1: Under steady-state conditions, Int. J. of Clothing Sci. and Technology, 9(1), 10-22

Aljinat–Kitosan Kompozit Kürelerle Kırmızı Boya (Red S2B) Giderimi

Elif KOÇ¹, Mehmet İŞLEYEN¹, Gülsüm AYDIN² ve Ayşe KALEMTAŞ^{3*}

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi,
Çevre Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye

²Selçuk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoteknoloji Bölümü, Konya, Türkiye

³Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve
Malzeme Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
ayse.kalemtas@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Tekstil atık sularında yer alan boyar maddelerin giderimi günümüzde çözüme kavuşturulması gereken önemli çevre sorunları arasında yer almaktadır. Bu çalışmanın amacı üretilen aljinat–kitosan biyobozunur polimer matrisli kompozit küreler kullanılarak Red S2B kırmızı tekstil boyasının giderimini sağlamak ve tekstil atık sularının ekosisteme vereceği zararların en aza indirilmesi için etkin bilimsel çözümler üretmektir.

GİRİŞ

Boyalar kumaşlara veya çeşitli yüzeylere tutunabilen ve renk verebilen doğal ya da sentetik kökenli bileşiklerdir. Sentetik boyalar tekstil, kağıt, kozmetik, deri, pigment, gıda ve plastik gibi çeşitli endüstriyel veya günlük uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. [1] Günümüzde kullanılan 100.000’den fazla ticari boya bilinmekte ve bunların yıllık üretimi 7×10^5 tonu bulmaktadır. [2] Dünyada tekstil endüstrisinde kullanılan boya miktarı yıllık 10.000 tonu bulmakta ve bunun yaklaşık 100 tonu her yıl sucul ortama deşarj edilmektedir. [3] Parçalanmaya karşı dirençli bir yapıda olmaları, güçlü bir şekilde adsorplanabilmeleri ve çözünürlüklerinin yüksek olmasından dolayı boyalar sucul ya da karasal ortamda birikerek ciddi sorunlara yol açabilmektedirler. [4] Boyarmaddelerle kirlenmiş atık suların sucul ortama karışması, güneş ışınlarının suya nüfuz etmesine engel olduğu için dolaylı olarak akuatik flora ve faunayı etkilemektedir. Bunun yanı sıra bazı boyaların kanserojen, mutajen veya alerjik etkiye sahip olması bu tür atık suların insan sağlığını da olumsuz etkilemesine yol açabilmektedir. [5,6] Bütün bu risklerden dolayı boyarmadde içeren atık suların arıtımı büyük bir önem arz etmektedir. Günümüzde bu atıksuların arıtımı için adsorpsiyon, koagülasyon/flokülasyon, fitoremediasyon, kimyasal çöktürme, elektro-diyaliz veya gelişmiş oksidasyon prosesleri gibi çeşitli yöntemler kullanılmaktadır. [7,8,9]

Adsorpsiyon atıksulardaki organik/inorganik kirlenmelerin gideriminde kullanılan en etkin ve ucuz proseslerden biridir. [10,11] Dolayısıyla doğal malzemeler, biosorbanlar ya da endüstriyel/tarımsal

faaliyetler sonucu oluşan bazı yan ürünler gibi çok çeşitli adsorbanlar bu amaçla kullanılmış ve bu konuda birçok çalışma yapılmıştır. [12,13] Son zamanlarda boyaların doğal ve biyobozunur polimerlerle adsorplanarak giderilebileceği de gösterilmiştir. Yapılan bazı çalışmalar aljinat [14, 15] ve kitosan [16, 17] gibi biosorbanların birçok farklı yapıdaki boyaya karşı yüksek afinite gösterdiğini ortaya koymuştur.

Sodyum aljinat, aljinik asidin sodium tuzu olup kahverengi alglerden elde edilen lineer bir biyopolimerdir. Sulu ortamda Ca^{2+} iyonları gibi bivalent katyonların varlığında kararlı üç boyutlu hidrojeller oluşturabilirler. Bivalent iyonlar bitişik biyopolimer zincirlerin çapraz bağlanmasını sağlarlar. [18, 19] Suda kolayca çözünebilen aljinat çözeltilerde kıvam arttırıcı olarak kullanılabilir gibi jel olarak ve film yapımında da gün geçtikçe artan oranda kullanım imkanı bulmaktadır. [20] Kitosan, doğada selülozdan sonra en fazla bulunan ikinci biyopolimer olan kitinin alkali N-deasetilasyonu ile oluşan biyoyoumlu, yüksek moleküler ağırlıklı katyonik bir biyopolimerdir. [21] Polikasyonik yapıdaki kitosan ile aljinatın negatif yükleri arasında kuvvetli bir etkileşim oluşur. Bu etkileşim aljinatın karboksilik grupları ile kitosanın amin grupları arasında gerçekleşen elektrostatik bir etkileşimdir. [22]

Kitosan adsorpsiyon kapasitesi yüksek bir malzeme olmasına karşın mekanik özelliklerinin zayıf olmasından dolayı kimyasal ve fiziksel bazı modifikasyonlarla özelliklerinin iyileştirilmesi gerekmektedir. [23,24] Kimyasal çapraz bağlanmalarla kitosanın kristal yapısı değiştirilebilir ve asit, alkali ya da kimyasallara karşı direnci artırılabilir. Bu amaçla kullanılacak çapraz bağlama ajanlarından biri aljinattır (aljinat tuzları). Aljinat tuzları metal iyonlarına karşı yüksek afiniteye sahip olmalarına karşın suda şişme eğilimi göstermeleri ve diğer mekanik zayıflıkları atıksu arıtımındaki kullanımlarını kısıtlamaktadır. [25, 26] Aljinatın kitosan ile birlikte kullanılması aljinatın bu dezavantajlarını ortadan kaldırabilecek ve her iki polimerin üstün özelliklerini birleştirebilecek bir yaklaşımdır. [27]

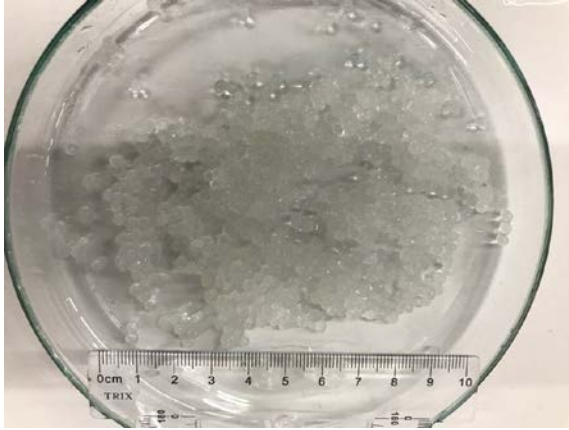
DENEYSEL

Malzeme

Kompozit küre üretiminde aljinat ve kitosan biyopolimerleri kullanılmıştır. Kırmızı tekstil boyası (Sunfix Red S2B) içeren çözeltiler, konsantrasyonu 50 ppm olacak şekilde hazırlanmış olup, çözeltilerin pH değerleri, NaOH ve HCl çözeltileri kullanılarak istenen değerlere ayarlanmıştır.

Yöntem

Aljinat–kitosan biyobozunur kompozit kürelerin üretilmesi için öncelikle homojen bir şekilde aljinat–kitosan çözeltisi hazırlanmıştır. Belirlenen bileşimde hazırlanan çözeltiler bir şırınga pompa yardımıyla damlatılarak kompozit küreler (Şekil 1) üretilmiştir. Üretilen kürelerin boyutunun yaklaşık olarak 2–3 mm olduğu ve oldukça homojen bir tane boyut ve dağılımına sahip oldukları belirlenmiştir.



Şekil 1. Üretilen aljinat–kitosan biyopolimer kompozit küreler.

Hazırlanan biyobozunur polimer esaslı kompozit küreler kullanılmadan önce defalarca saf su ile yıkama işlemine tabi tutulmuş ve ardından da kurutma işlemi gerçekleştirilmiştir. Bu işlemin ardından üretilen küreler boya giderimi çalışmaları için kullanılmıştır.

Dört farklı pH değerinde (pH= 1,8–5,6–7,6–10,4) iki saat süreyle boya giderim çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Çalışmalarda 50 ppm 50 mL boya çözeltisine 0,1 gram aljinat–kitosan küre ilave edilerek, çözelti 100 rpm ile karıştırılarak gerçekleştirilmiştir. Zamana karşı alınan numuneler 0,22 µm şırınga filtreden geçirilerek, Thermo Scientific Evolution 201 spektrofotometre cihazı kullanılarak 514nm dalga boyunda adsorbansları ölçülmüştür.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Üretilen kompozit kürelerin kullanıldığı deneysel çalışmalarda zamana karşı ölçülen adsorbans değerleri Tablo 1’de verilmektedir.

Tablo 1. İki saat sonunda boya giderim miktarları

| | pH=1,8 | pH=5,6 | pH=7,6 | pH=10,4 |
|---------------------------------------|--------------|-------------|-------------|-------------|
| 0 dakika | | | | |
| Başlangıç değerleri | 0,871 | 0,902 | 0,881 | 0,832 |
| 30 dakika | 0,176 | 0,890 | 0,872 | 0,829 |
| 60 dakika | 0,111 | 0,889 | 0,872 | 0,819 |
| 90 dakika | 0,064 | 0,872 | 0,864 | 0,803 |
| 120 dakika | 0,034 | 0,872 | 0,860 | 0,793 |
| 2 saat sonunda % boya giderimi | %96,1 | %3,3 | %2,4 | %4,7 |

Gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda en yüksek boya gideriminin pH=1,8’de elde edildiği ve giderimin %96,1 oranına ulaştığı belirlenmiştir. Boya çözeltisinin pH değeri arttıkça giderimin hızlı bir şekilde düştüğü ve bazik bölgede giderim veriminin çok düşük gerçekleştiği belirlenmiştir.



Şekil 2. Başlangıç ve deney sonundaki boya konsantrasyonları

Sağda hazırlanmış olan boya çözeltisinin ilk hali ve solda ise aljinat–kitosan kompozit kürelerle 2 saat boya giderim çalışması sonucunda pH=1,8 değerinde elde edilen boya çözeltisinin son hali görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR

- Çalışma kapsamında aljinat–kitosan kompozit kürelerin başarılı bir şekilde üretildiği belirlenmiştir.
- Üretilen aljinat–kitosan kompozit kürelerin Red S2B kırmızı boyasının gideriminde çok etkin olduğu ve 50 ppm’lik 50 mL’lik çözeltide 0,1 g kullanıldığında, iki saatin sonunda %96 renk giderimi sağladığı belirlenmiştir.
- Renk gideriminde boya çözeltisinin pH değerinin çok önemli olduğu ve giderimin düşük pH değerlerinde (pH=1,8) başarılı olduğu belirlenmiştir.
- Çözeltinin artan pH değerine bağlı olarak asidik bölgedeki pH değerlerinde bile anlamlı giderim değerlerine ulaşamadığı belirlenmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

- Üretilen polimer kompozit kürelerin detaylı karakterizasyon çalışmaları (faz analizi, mikroyapı ve ısıl analizler vb.) gerçekleştirilecektir.
- Aljinat–kitosan kompozit kürelerin üretim koşulları detaylı olarak çalışılarak boya giderim sürecine etkileri irdelenecektir.
- Zamana, sıcaklığa, kullanılan aljinat–kitosan kompozit küre miktarına ve pH'a bağlı olarak boya giderim çalışmaları detaylı olarak gerçekleştirilecektir.

TEŞEKKÜR

Okan KARAKAŞ'a boya giderim çalışmalarındaki yardımları için teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Demirbas, A. 2009. "Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions: A review", *J. Hazard. Mater.* 167 (1-3), 1-9
- [2] Sen, TK, Afroze S, Ang H. 2011. "Equilibrium, kinetics and mechanism of removal of methylene blue from aqueous solution by adsorption onto pine cone biomass of *Pinus radiata*", *Water Air Soil Pollut*, 218, 499–515.
- [3] Yagub MT, Sen TK, Ang H. 2012. "Equilibrium, kinetics, and thermodynamics of methylene blue adsorption by pine tree leaves", *Water Air Soil Pollut*, 223(8), 5267–5282.
- [4] Bachratá, M, Šušnovská, A, Horník, M, Pipiška, M, Augustín, J, 2013. "Sorption of Synthetic Dyes Onto River Sediments: A Laboratory Study", *Nova Biotechnologica et Chimica*, 12(1), 12-29
- [5] Salleh, M.A.M., Mahmoud, D.K., Karim W.A.W.A., Idris, A. 2011. "Cationic and anionic dye adsorption by agricultural solid wastes: A comprehensive review", *Desalination*, 280(1-3) 1-13
- [6] Vakili, M. Rafatullah, M. Salamatinia, B., Abdullah, A.Z Ibrahim, M.H. Tan, K.B., Gholami, Z., Amouzgar P. 2014. "Application of chitosan and its derivatives as adsorbents for dye removal from water and wastewater: A review" *Carbohydr. Polym.* 113, 115-130.
- [7] Gupta V. 2009. "Application of low-cost adsorbents for dye removal—a review", *J Environ Manage*, 90(8), 2313–2342.
- [8] Chandanshive, V.V. Rane, N.R. Gholave, A.R. Patil, S.M. Jeon, B.H. Govindwar, S.P. 2016. "Efficient decolorization and detoxification of textile industry effluent by *Salvinia molesta* in lagoon treatment", *Environ. Res.*150, 88-96.
- [9] Li, D. Yang, Y. Li, C. Liu, Y. 2017. "A mechanistic study on Decontamination of Methyl Orange Dyes from Aqueous Phase by Mesoporous Pulp Waste and Polyaniline", *Environ. Res.* 154, 139-144.
- [10] Jain A.K., Gupta V.K., Bhatnagar A., Suhas. 2003. "Utilization of industrial waste products as adsorbents for the removal of dyes", *J Hazard Mater.* 101, 31–42.
- [11] Kaur H., Sharma G. 2015. "Removal of Dyes from Textile Industry Effluent: A Review", *SSRG Int J Humanit Soc Sci.* 59–63.
- [12] Franco E., Ferrandiz M., Moldovan S., Fini P., Semeraro P., Cosma P., Núñez E., Gabaldón J.A., Fortea I., Pérez E., Ferrándiz M. 2016. "Reuse of recovered dyes in cyclodextrins in dyeing process", *Vlakna a Textil*, 23(3), 62-68.
- [13] Saygılı H., Güzel F., Önal Y. 2015. "Conversion of grape industrial processing waste to activated carbon sorbent and its performance in cationic and anionic dyes adsorption", *J Clean Prod*, 93, 84–93.
- [14] Jáuregui-Rincón J., Lozano-Alvarez J.A., Medina-Ramírez I. 2011. "Zimm-Bragg Model Applied to Sorption of Dyes by Biopolymers: Alginic Acid and Xanthan", *Biotechnol Biopolymers*, 9, 165–190.
- [15] Lozano-Alvarez J.A., Marañón-Ruiz V.F., Jáuregui-Rincón J., Medina-Ramírez I., Frausto-Reyes C., Salinas-Gutiérrez R. 2015. "Removal of Direct Dyes with Alginic Acid", *J Mex Chem Soc*, 59, 215–228.
- [16] Dotto G.L., Santos J.M.N., Tanabe E.H., Bertuol D.A., Foletto E.L., Lima E.C., Pavan F.A. 2017. "Chitosan/polyamide nanofibers prepared by Forcespinning® technology: A new adsorbent to remove anionic dyes from aqueous solutions", *J Clean Prod*, 144, 120–129.
- [17] Vakili M., Rafatullah M., Salamatinia B., Abdullah A.Z., Ibrahim M.H., Tan K.B., Gholami Z., Amouzgar P. 2014. "Application of chitosan and its derivatives as adsorbents for dye removal from water and wastewater: A review", *Carbohydr Polym*, 113, 115–130.
- [18] Grant G.T., Morris E.R., Rees D.A., Smith P.J.C., Thom D. 1973. "Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: the egg-box model", *FEBS Lett*, 32, 195–198.
- [19] Morris E.R., Rees D.A., Thom D., Boyd J. 1978. "Chiroptical and stoichiometric evidence of specific, primary dimerisation process in alginate gelation", *Carbohydr Res*, 66, 145–154.
- [20] Tezcan, F. 2008. "Aljinat/Kil biyopolimer nanokompozit filmlerin eldesi ve karakterizasyonu", İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Entitüsü.
- [21] Dutta, P.K., Dutta, J., Tripathi, V.S. 2004. "Chitin and Chitosan Chemistry, Properties and Applications", *Journal of Scientific & Industrial Research*, 63, 20-31.

- [22] Ribeiro A.J., Silva C., Ferreira D. Veiga F. 2005. "Chitosan-reinforced alginate microspheres obtained through the emulsification/internal gelation technique", *Eur J Pharm Sci*, 25, 31–40.
- [23] Sun, S., Wang, A. 2006. "Adsorption properties of N-succinyl-chitosan and cross-linked N-succinyl-chitosan resin with Pb(II) as template ions", *Sep. Purif. Technol*, 51(3), 409-415.
- [24] Sun, S., Wang, A. 2006. "Adsorption properties of carboxymethyl-chitosan and cross-linked carboxymethyl-chitosan resin with Cu(II) as template", *Sep. Purif. Technol*, 49(3), 197-204.
- [25] G^oaserød, O. Smidsrød, O. Skj^oak-Bræk, G. 1998. "Microcapsules of alginate–chitosan. I. A quantitative study of the interaction between alginate and chitosan", *Biomaterials* 19, 1815-1825.
- [26] Gotoh, T. Matsushima, K. Kikuchi, K.I. 2004. "Preparation of alginate–chitosan hybrid gel beads and adsorption of divalent metal ions", *Chemosphere*, 55, 135-140.
- [27] Ngah W. S. W., Fatinathan, S. 2008. "Adsorption of Cu(II) ions in aqueous solution using chitosan beads, chitosan-GLA beads and chitosan-alginate beads", *Chemical Engineering Journal*, 143(1–3), 62–72.

Pamuklu Kumaşa Sol-Gel Yöntemi ile Alev Geciktirici Özellik Kazandırılması

GELGEÇ, Esra, YILDIRIM, Filiz F., ARAS, Sultan, KOPTUR, Perinur¹, YUMRU, Şaban, ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa

¹OZANTEKS Tekstil Tic. ve San. A.Ş. R&D Center, DENİZLİ, TURKEY
esra@ozanteks.com.tr

ÖZET

Bu çalışmada; %100 pamuklu kumaşa bor minerali ve sol-jel yöntemiyle güç tutuşur özellik kazandırılması amaçlanmıştır. Ayrıca, dayanıklı alev geciktirme özelliği kazandırmak için, pamuklu kumaş, ikili sol sisteminden önce çapraz bağlayıcı uygulanmıştır. Alev alma süresi, yanma miktarı, sertlik test sonuçları, referans kumaş ve ticari alev geciktirici işlenmiş pamuklu kumaşlar ile karşılaştırılmıştır.

GİRİŞ

Tekstil, günlük hayatımızda en önemli malzemelerden biridir [1, 2]. Bilim ve teknolojinin gelişmesi ve insanların yaşam standardının iyileştirilmesiyle, tekstil türleri tıbbi uygulamalardan dekorasyona ve ortak giysilere kadar çok daha çeşitli hale gelmiştir. C, H, O'dan oluşan tekstiller çoğu yanıcı ve tutuşabilir özelliktedir. Pamuk geniş uygulama alanlarına sahip mükemmel doğal bir malzeme olmasının yanı sıra yanıcı bir lifdir [3, 6, 7].

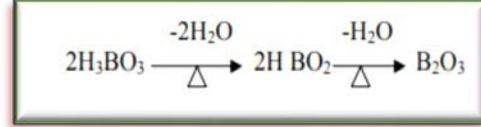
Günümüzde artan sanayileşme, toplu yerleşim alanları ve gelişen teknoloji ile yangın riski artmakta ve alev geciktirici tekstil ürünlerinin kullanımı zorunlu hale gelmektedir. Pamuklu kumaşlarda kullanılan geleneksel alev geciktiriciler fosfor ve halojen içerir. Alev geciktiriciler, pamuğa en iyi alev geciktirme sağlar. Ancak, termal bozunma sırasında HBr ve HCl gibi bazı zehirli ve aşındırıcı gazlar oluşur [8,9]

Tablo 1 Liflerin türü ve yapısına göre LOI değerleri [4,5]

| Lif Türü | Lif yapısı | LOI değeri |
|-----------|-------------------------|------------|
| Pamuk, | C, H ve O | 17-20 |
| Polyamid | C, H, N ve O, S | 18-25 |
| Polyester | 1-C, H, O + aromatik | 21-22 |
| Aramidler | 2-C, H, O, N + aromatik | 27-30 |

Son yıllarda halojen içermeyen çevre dostu, alev geciktirici geliştirmek için endüstriyel ve akademik araştırmacılar tarafından araştırılmaktadır. Silikon, nitrojen ve bor bileşikleri, çevre dostu özellikleri

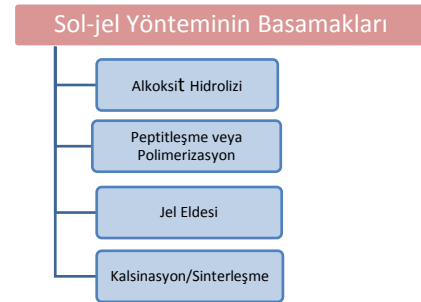
olması sebebiyle alev geciktiriciler olarak ilgi odağı haline gelmektedir [3, 10]. Türkiye dünya rezervinin



Şekil 1: Borik asitin camsı yüzey reaksiyonu

% 73, 2'sine sahiptir. Bor, yüksek ateşleme sıcaklığı, kolayca aktarılabilir ürün transferi ve emisyonları çevreyi kirletmez. Bor, lif piroliz sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda, lifi çevreleyen yalıtım katman oluşturarak alev geciktirici özellik sağlar (şekil 1) [11].

Sol-jel yöntemi son yıllarda tekstil ürünlerinde ilgi görmeye başladı. Sol-jel metodu, materyalin yapısını bozmadan, organik ve inorganik bileşiklerin farklı tekstil yüzeylerine etkili bir şekilde bağlanmasını sağlar ve hafif işleme koşullarında uygulanabilir [12]. Moleküller arası Van Der Waals ve elektriksel itme kuvvetlerinin etkisi yerçekimi kuvvetine göre daha fazla olduğu için solü meydana getiren malzemeler dibe çökmez. İşte bu molekül çözelti içinde genişleyerek büyük bir boyuta ulaşırsa bu maddeye jel denir. Katı yapının devamlılığı, jelle elastik bir özellik kazandırır.[13,14,15]



Şekil 2: Sol-jel Yönteminin Basamakları

Alongi[16]. Sol jel işlemlerinin yüksek sıcaklıkta bir yalıtkan bariyeri olarak SiO₂ ağının kalkan etkisinden dolayı selülozun termal ve yanma davranışını değiştirebildiğini bulmuştur.

Akköprü ve diğ.[17]. Poliester kumaşlara, antibakteriyel ve güç tutuşurluk özellik katmaya yönelik incelemeler yapmışlardır.

Cireli ve diğ. [18]. Pamuk için yeni alev geciktirici terbiye sistemleri olarak kullanılmak üzere, fosforik asit veya etil dikloro fosfatın varlığında sol-jel işlemlerini kullanarak fosfor katkılı silika ince filmleri sentezlemiştir. Bu filmler arttırılmış alev geciktirici özellikler göstermiştir.

El-Tahlawy diğ.[18]. Çevre dostu güç tutuşur pamuklu tekstilleri elde etmek için kitosan fosfatı denemiştir.

Bu çalışmada, bor katkılı bir silika çözeltisi hazırlanmış ve daha sonra kumaş sol-jel yöntemi ile uygulanmıştır. Silika-bor (S-B) kaplanmış kumaş hem referans kumaş hem de ticari alev geciktirici ürün ürünlerle işlenmiş kumaşlar ile alev alma süresi, alev yayılma süresi ve sertlik değerleri açısından karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak; silika-bor (S-B) kaplanmış kumaşlar ticari alev geciktirici işlenmiş kumaşlar kadar başarılı olduğu gözlenmiştir. Kaplanmış kumaş referans kumaştan daha fazla sertlik değerleri sergilemiştir.

DENEYSEL

Malzeme

%100 pamuklu boyalı bez kumaş Ozanteks Tekstil San.Tic. A.Ş sağlandı. Tetraetoksisilan (TEOS), borik asit (H_3BO_3) ve bütatetrakarboksilik (BTCA) Gümüşsu Arıtma Tesisleri San. Tic. A.Ş. satın alındı. Ethanol (EtOH) and hidroklorik asit (HCl) Molar Kimya Kimyaevi Maddeler Pazarlama Tic.Şti. satın alındı. Ticari alev geciktirici kimyasallar Rudolf duraner kimyevi maddeler Tic. ve San. A.Ş satın alındı.

Yöntem

Bu çalışmada 45 cm x 30 cm çapında pamuklu boyalı bez kumaş kullanıldı. %6'lık bütatetrakarboksilik asitle muamele edildi. Ardından %1,4 borik asit %1 silika-bor jeli hazırlanıp kumaşa % 80 emdirildi. 100°C kurutuldu. 170°C, 1,5dk fikse yapıldı. 5 kez ev tipi yıkama yapıldı.Yanma testi ile alev alma, alev yayılma süresini, stiffnes testi ile kumaşın sertliği referans ve diğer alev geciktirici ticari ürünlerle karşılaştırıldı. Ayrıca Stiffnes testi ile sertliği sertlik dereceleri "ASTM (Amerikan Test ve Malzemeler Derneği) D 4032 Dairesel Eğilme Test Yöntemi kullanılarak belirlenmiştir[19].

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yanma Testi

5 kez TS EN ISO6330,2012[20] standartlarına göre yıkanan kumaşlar referans kumaş hariç 5sn alev maruz bırakıldı. Alev alma ve alev yayılması süresi incelendi. Referans kumaş ise 3 sn' de alev aldı. 23sn de 10 cm x 10 cm kumaşın tamamı yandı. Ticari yıkama dayanımı olmayan alev geciktirici ile işlenmiş kumaş 22 sn yanarken yıkamalar sonrası alev geciktirici özelliğın kaybolduğu gözlemlendi. Ticari yıkama dayanımı olan alev geciktirici ile

işlenmiş kumaş 39 sn kumaşın tamamı yanarken, silika-bor kaplı pamuk kumaş alev almadığı gözlemlenmiştir.

Sertlik testi

TSE EN ISO 6330, 2012 standartına göre yıkanan kumaşlar ASTIM D 4032[19] standartlarına göre sertlikleri belirlenmiştir. Referans kumaşa sertliğine en yakın ticari alev geciktirici ile işlenmiş kumaşlar olduğu gözlemlenmiştir. Silika- bor kaplı kumaşın referans kumaşa göre 2 katı kadar sert olduğu tespit edilmiştir. Bunun sebebi, jelin kumaşa çapraz bağlanmasını sağlayan HCl'in molar derişimini fazla olduğundan kaynaklanmaktadır [21].

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, tetraetoksisilan (TEOS) ve borik asit (H_3BO_3) kullanılarak homojen silika- bor solunu başarılı bir şekilde hazırlanması sağlanmıştır. 5 saniye alev maruz bırakılmıştır. 5 yıkamadan sonra alev geciktirici özelliğın devam ettiği gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, sonuçlar, ticari ürünle muamele edilmiş kumaşların ve sol-jel kaplı kumaşların iyi bir alev geciktirici özelliğini sergilendiğini göstermektedir. Sertlik testi, silika-bor kaplı pamuklu kumaşların ticari ürünle muamele edilmiş kumaşlardan daha sert olduğunu göstermiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Borik asitli sol-jel yönteminin yıkama dayanımı olan alev geciktirici ürün elde edilmiştir. Bunun yanında kumaşın yumuşaklığında etkilediği gözlemlenmiştir. Sonraki çalışmalarda kumaş ile oluşan jel arasında çapraz bağ oluşuşunu sağlayan ortamın molaritesi düşürülerek kumaşta oluşan sertlik azaltılabilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma, 18S01 Özkaynak Projesi kapsamında Ozanteks Ar-Ge merkezi tarafından desteklenmiştir

KAYNAKLAR

- [1] Holme, I., (2007). Innovative technologies for high performance textiles, Color. Technol. 123, 59-73.
- [2] Ngaia, E.W.T., Penga, S., Alexanderb, P. (2014). Decision support and intelligent systems in the textile and apparel supply chain: an academic review of research articles, Expert Syst. Appl. 41, 81-91.
- [3] Xie, K., Gao, A., Zhang, Y. (2013). Flame retardant finishing of cotton fabric based on synergistic compounds containing boron and nitrogen. Carbohydrate Polymers, 98, 706-710.
- [4] Kayan S., (2004), Tekstil Materyallerinin Yanma Mekanizması Ve Limit Oksijen İndeks Değerleri, Marmara Üniversitesi, İstanbul.

- [5] Öz M.K., (2006), Yanmaya Karşı Dirençli (Fr) Ve Katyonik Boyarlarla Boyanabilen (Cd) Polyester Üretimi Ve Bu Polyesterin Elyaf Prosesi, Çukurova Üniversitesi, Adana
- [6] Hou, A., & Sun, G. (2013). Multifunctional finishing of cotton fabrics with 3, 3,4,4-benzophenone tetracarboxylic dianhydride: Reaction mechanism. *Carbohydrate Polymers*, 95, 768
- [7] Hou, A., Zhang, C., & Wang, Y. (2012). Preparation and UV-protective properties of functional cellulose fabrics based on reactive azobenzene Schiff base derivative. *Carbohydrate Polymers*, 87, 284–288.
- [8] Wu, W., & Yang, C. Q. (2007). Comparison of different reactive organophosphorus flame retardant agents for cotton. Part II: Fabric flame resistant performance and physical properties. *Polymer Degradation and Stability*, 92, 363–369.
- [9] Alongi, J., Ciobanu, M., & Malucelli, G. (2011). Novel flame retardant finishing systems for cotton fabrics based on phosphorus-containing compounds and silica derived from sol–gel processes. *Carbohydrate Polymers*, 85, 599–689.
- [10] Dogan, M., Yilmaz, A., & Bayramli, E. (2010). Synergistic effect of boron containing substances on flame retardancy and thermal stability of intumescent polypropylene composites. *Polymer Degradation and Stability*, 95, 2584–2588
- [11] Schindler, W.D., Hauser, P. J. (2004). Flame-retardant finishes, *Chemical Finishing of Textiles*, 98-116.
- [12] Ren Y., Zhang Y., Zhao J., Wang X., Zeng, Q., Gu, Y.(2017). Phosphorus-doped organic–inorganic hybrid silicon coating for improving fire retardancy of polyacrylonitrile fabric, *J. Sol-Gel Sci. Tech.*, 82 (1), 280-288.
- [13] Siouffi A.M., (2003). Silica gel-based monoliths prepared by the sol–gel method: facts and figures, *Journal of Chromatography A*, 1000, 801–818.
- [14] Sakka,(2003). *Sol-gel Science and Technology. Topics and Fundamental Research and Applications*, Kluwer Academic Publishers, Norwell.
- [15] Pierre A., C., (1998). *Introduction to Sol-Gel Processing*, Kluwer Academic Publishers, Boston, Dordrecht, London.
- [15] Niederberger M., Pinna N., (2009). *Metal Oxide Nanoparticles in Organic Solvents*”, Springer Dordrecht Heidelberg London, New York, 7-16.
- [16] Alongi, J., Ciobanu, M., Tata, J., Carosio, F., Malucelli, G. (2011). Thermal stability and flame retardancy of polyester, cotton, and relative blend textile fabrics subjected to sol–gel treatments, *J. Appl. Polym. Sci.* 119, 1961–1969
- [17] Akköprü, B., Ün, S., Durucan, C. (2007). Flame Retardant/Antibacterial Bi-Functional Coatings on Textiles, III. International Technical Textiles Congress, 300-309.
- [18] El-Tahlawy, K. (2008). Chitosan phosphate: A new way for production of eco-friendly flame retardant cotton textiles, *Journal of the Textile Institute*, 99(3), s: 185-191.
- [19] ASTM D 4032-94, (2001). Standard Test Method for Stiffness of Fabric by the Circular Bend Procedure, American Society for Testing and Materials, Pennsylvania.
- [20] TS EN ISO 6330, 2012. *Tekstil Deneyleri İçin Ev Tipi Çamaşır Makinesi İle Yıkama ve Kurutma İşlemleri*.
- [21] Yaman., N. (2009). Preparation and flammability properties of hybrid materials containing phosphorous compounds via sol–gel progress, *Fibers Polym.* 10, 413–418

Silver Nanoparticles Deposited TiO₂ for Super-Hydrophobic Surface Fabrication on Fabric

Hakan GÖRGÜLÜER¹, Bekir ÇAKIROĞLU², Mahmut ÖZACAR^{1,2}

¹Sakarya University, Science & Arts Faculty, Department of Chemistry, 54187 Sakarya, Turkey

²Sakarya University, Biomedical, Magnetic and Semiconductor Materials Research Center (BIMAS-RC), 54187 Sakarya, Turkey

gorguluerhakan@gmail.com

AIMS OF STUDY: In this article, a silver nanoparticle (Ag NPs) decorated titanium dioxide (TiO₂) nanocomposite was fabricated for the hydrophobic surface formation on fabric with the versatile properties. According to the results, Ag NPs led to increase the hydrophobicity by improving surface roughness. As a result, a super-hydrophobic surface, which can exhibit photocatalytic and antimicrobial affect was obtained in a facile, and low cost way.

Keywords: TiO₂, Ag NPs, Super-hydrophobic surfaces

1. INTRODUCTION

Recently, great effort for the fabrication of water repellent textile surfaces have been studied. Among the surface coating methods, chemical methods have advantages such as, robust treatment, decent self-cleaning properties, washing durability, and decent photocatalytic efficiency [1]. For this reason, TiO₂ nanoparticles have been functionalized with hydrophobic moiety containing agents [2]. In this context, the hydrophobic nature of polydimethylsiloxane (PDMS) render it as an attractive substrate for the super-hydrophobic surface formation [3].

In this study, monodisperse Ag NPs deposited TiO₂ nanoparticles were prepared in a facile and low cost way and employed as the super-hydrophobic coating material on fabric with decent washing durability. PDMS was used for the formation of super-hydrophobic surface on the fabric. Ag NPs were decorated on TiO₂ due to its low cost and inherent antibacterial, and photocatalytic activity. Also, Ag NPs led to the surface enhancement, which increase the contact angle.

2. MATERIAL AND METHOD

Preparation of 5% TiO₂ NPs solution

295.8 mL of DW, and 25 mL of glacial acetic acid were mixed in a beaker. Then, 6.2 mL of 37% HCl was added. The mixture was heated to 60 °C, and then 11 mL of titanium (IV) isopropoxide (TIP) was added dropwise to the heated mixture. The mixture was left at 60 °C for 2 h with stirring, and 5% TiO₂ NPs solution was ready to use.

TiO₂-PDMS-Ag NPs preparation and fabric coating

40 ml of 5% TiO₂ solution, and 6.7 mL of polydimethylsiloxane (PDMS) were mixed in an Erlenmeyer flask. Then 6 mL of 1 M AgNO₃ solution was added to the mixture. To reduce AgNO₃ to Ag nanoparticles, 8 mL of 0.017 M NaBH₄ were added to the mixture was mixed with 30 mL of tetrahydrofuran (THF). Then the fabrics were immersed in this mixture for 5 min and dried at 60 °C for 3 h.

3. RESULTS AND DISCUSSION

The scanning electron microscopy (SEM) images of bare fabric was demonstrated in Fig.1.A. Upon the super-hydrophobic material coating, the surface roughness increased to some extent (Fig.1.B

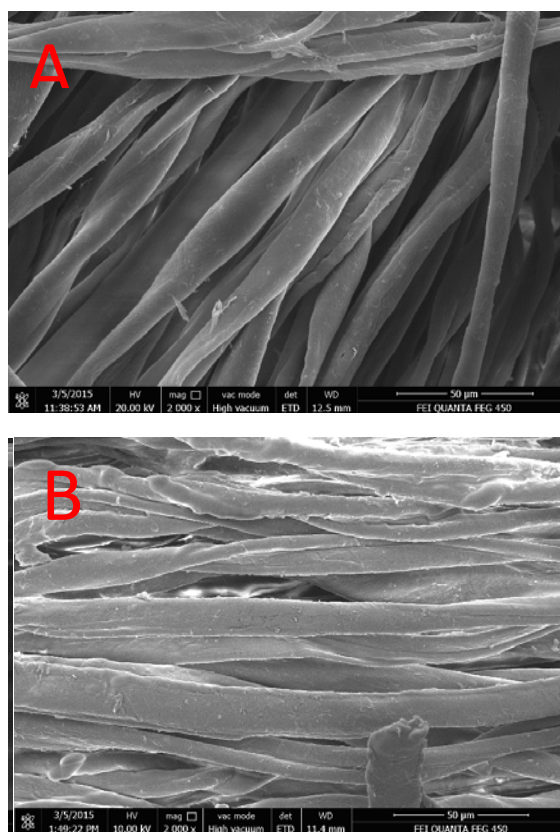


Figure 1. SEM images of A. bare fabric, and B. TiO₂-PDMS-Ag NPs coated fabric.

The wettability of a solid surface is typically measured by the contact angle (CA) method. Fig. 2. A shows the water contact angle of the bare fabric with a low contact angle value, which display the hydrophilic fabric surface. Considering a contact angle of 146° , PDMS rendered the surface even more hydrophobic surface, which results from its hydrophobic nature of the apolar chains of PDMS. Upon the metal nanoparticles deposition, increasing surface roughness led to super-hydrophobic surface formation [4].

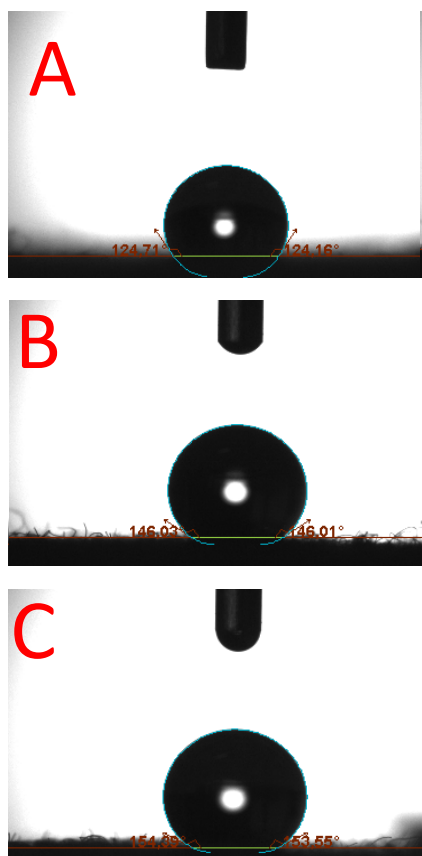


Fig.2. Contact angle images of A. bare fabric, B. TiO_2 -PDMS coated fabric, and C. TiO_2 -PDMS-Ag NPs coated fabric

4. CONCLUSION

In summary, Ag NPs deposited TiO_2 nanocomposite was fabricated for the super-hydrophobic surface formation on the bare fabric with a facile, non-toxic, and low-cost way. Ag NPs have various properties such as, surface increasing, antimicrobial, and photocatalytic effects. Therefore, a super-hydrophobic surface, which can exhibit photocatalytic and antimicrobial affect was obtained as a futuristic fabric coating material.

ACKNOWLEDGEMENTS

M.O. thanks Turkish Academy of Sciences (TUBA) for partial support.

REFERENCES

1. Hancer M., Arkaz H.: A facile fabrication of superhydrophobic nanocomposite coating with contact angles approaching the theoretical limit. 2015. Applied Surface Science, v. 354, 342–346.
2. Jeong M.-G., Seo H. O., Kim K.-D., Kim Y. D., Lim D. C.: Enhanced photocatalytic activity of TiO_2 by polydimethylsiloxane deposition and subsequent thermal treatment at 800°C . 2012. Thin Solid Films, v. 520, 4929–4933.
3. Nimitrakoolchai O., Supothina S.: Deposition of transparent, hydrophobic polydimethylsiloxane - nanocrystalline TiO_2 hybrid films on glass substrate. 2010. Songklanakarin J. Sci. Technol., v. 32, 157-162.
4. Heinonen S., Nikkanen J-P., Laakso J., Raulio M., Priha O., Levänen E.: Bacterial growth on a superhydrophobic surface containing silver nanoparticles. 2013. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. v. 47, 012064.

Viskon, Pamuk ve Poliester Kumaş Türlerinde Pilling Değerlerini İyileştiren ve Kumaşlara Yumuşak Tuşe Veren Fonksiyonel Polimerler ile Tekstil Uygulamaları

BÜYÜKKORU, Burcu^{1,2}, KARA, Ali¹, YAVUZ, Ömer Nafi²

¹Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Uludağ Üniv., Bursa, Türkiye

²Rudolf-Duraner, Bursa, Türkiye

burcub@rudolf-duraner.com.tr, akara@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Çalışma kapsamında öncelikle viskon, pamuk ve poliester kumaşların pilling (boncuklanma) değerlerini iyileştiren polimerlerin sentezlenmesi amaçlanmıştır. Ardından sentezi gerçekleştirilen polimerlerin tekstil uygulamaları yapıldığında kumaşa antipilling özelliği kazandırmasının yanı sıra kumaşın tuşesini iyileştiren, hidrofilitesini arttıran veya geriye götürmeyen fonksiyonel polimerler olması hedeflenmektedir. Uygulandığı kumaşlarda polimerlerin kaygan ve yumuşak efekt vererek tuşeyi iyileştirmesi beklenmektedir. Tekstil yardımcı kimyasallarında genel önemli kriterler olan stabilizasyon süresi, suda çözünbilme, sararma ve antibakteriyel özellik konularında da yapılacak inceleme ve gerekirse iyileştirme çalışmaları projenin diğer amaçları arasındadır.

Sentezlenen ve tekstil uygulamalarından başarı ile geçen fonksiyonel polimerler arasından piyasanın fiyat beklentisine cevap verebilecek, en uygun maliyetli polimer seçilip Rudolf-Duraner ürün gamında yerini alacaktır. Seçilen bu ürünün deneme üretiminin gerçekleştirilmesi, tespit edilen müşterilerde denemelerin de yapılarak başarısının kanıtlanması ve tekstil pazarında pilling problemi yaşayan firmaların beklentisine cevap verecek bir ürün olması en temel amacımızdır.

GİRİŞ

Sürtünme sonucu, giysi yüzeyine bir veya daha fazla lifle tutunan küçük, karmaşıklaşmış lif kümeleriyle karakterize edilen ve giysiye hoş olmayan bir görünüm veren kumaş yüzey hatasına boncuklanma yani pilling denir. Sürtünme, yıkama ve giyim gibi mekanik etkilerden tekstil yüzeyinde oluşur. Uluslararası Kumaş Bakım Enstitüsü'nün Eğitim ve Tüketici İlişkileri Departmanı ise "kumaş yüzeyindeki topaklar veya küçük lif karmaşıklaşması" şeklinde pilling tanımını yapmaktadır. Boncuklar yüzeye sıkı sıkı tutunurlar. Çünkü lifler kumaştaki ipliklere hala sıkıca bağlıdır. Boncuklanma, kumaş dokunuş ve görünümünü değiştirir. (Kahraman, B., 2006³). Bu istenmeyen durum, kumaş estetiğini bozmakta ve kumaşın kullanım özelliklerini kötüleştirmektedir.

Boncuk oluşumu genellikle; hav oluşumu, boncuk karmaşıklaşması, boncuk büyümesi ve boncuğun

uzaklaşması olarak dört aşamada incelenebilir. Boncuklaşmanın nedeni iplik yüzeyinde bulunan liflerin migrasyonuna bağlı olarak giysi üzerinde serbest liflerin oluşması ve bu elyafın birbirine dolanıp geçmesidir. Ayrıca boncuk oluşumunu kolaylaştıran yabancı maddeler de boncuklara yapışabilirler. Oluşmaya başlamış boncuk belirli bir boyuta kadar büyür. Eğer herhangi bir anda eğilme ve çekme kuvvetleri gibi dış kuvvetler boncuğu yüzeye bağlayan tutucu liflerin toplam mukavemetini geçerse boncuk ayrılır. Bu durum düşük kopma mukavemeti ve eğilme direncine sahip bazı sentetik lifler ve yün lifleri için geçerlidir. Eğer tutucu liflerin toplam mukavemeti dış kuvvetlerden fazla ise boncuk yüzeye bağlı şekilde kalmaya devam eder. Boncuklar genelde yabancı madde içerirler ve istenmeyen kumaş görünümü daha da belirginleşir.

Boncuklanmanın bir sorun olarak algılanıp üzerinde ciddi araştırmaların başlaması 1950'li yıllara rastlamaktadır. O dönemde örme kumaşların popülerliğinin artması en büyük sebeptir. Daha sonra sentetik liflerinin bulunması ve bu liflerin doğal liflerle karışımlarının tekstil hammaddesi olarak kullanılmaya başlaması bu liflerden üretilen kumaşlarda, boncuk miktarını ve boncuğun dayanıklılık süresini arttırmış ve boncuklanma sorununun daha da ciddi bir sorun olarak ele alınmasına sebep olmuştur.

İlk çalışmaların büyük bir kısmı, boncuk oluşum mekanizması ve bu mekanizmanın modellenmesi üzerinedir. 1970 ve 1990 yılları arasında boncuklanmaya etki eden faktörlerin belirlenmesi, boncuklanma test yöntemleri ve farklı teknikler kullanılarak boncuklanma mekanizmasının görüntülenmesi gibi konularda çalışılmıştır. 2000'li yıllara gelindiğinde ise daha çok tüysüz iplikten üretilen kumaşların boncuklanma performanslarının diğer konvansiyonel yöntemlerle üretilenlerle kıyaslanması gibi konulara yer verildiği görülmüştür.

Günümüzde hala önemini koruyan bir araştırma konusu olup kumaşların daha az boncuklanması amacıyla çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalarda boncuklanmayı azaltmak için kimyasalların kullanılması çok önemli bir araştırma konusudur.

Proje kapsamında geliştirilecek olan fonksiyonel polimerlerin yenilikçi yönleri aşağıdaki gibidir;

1. Muadillerinden farklı olarak viskon kumaşlarda da antipilling olarak kullanılabilmesi.
2. Bünyesindeki kimyasalların yapısı gereği yumuşak tuşe vermesi.
3. Ürünün üretim aşamasındaki prosesinde düşük üretim maliyeti.
4. Kumaşta yumuşak ve kaygan bir efekt bırakması.
5. Muadillerine göre yüksek stabilite ve yüksek raf ömrü.
6. Muadillerinden farklı olarak yüksek hidrofilite ve kumaşta sararma yapmaması.

Projede geliştirilecek olan viskon kumaşlarda antipilling özelliğine sahip polimer, sahip olacağı özellikler ile tekstil sektöründe yer alan muadillerinin birçok dezavantajını ortadan kaldıracak ve sektörün ihtiyaçlarına doğrudan cevap verebilecektir. Yerli imkanlarla bu özelliklere sahip bir ürün geliştirilip ticarileştirilmesiyle birlikte yurtiçi ve yurtdışı tekstil sektörlerinde önemli bir rekabet gücü oluşturulacak ve firma pazar payı artacaktır. Tekstil terbiyesinde kullanılan kimyasalların önemli bir kısmının yurtdışından tedarik edildiği düşünüldüğünde söz konusu ürünün ihracatının yapılabilmesi ve iç pazarda önemli bir konuma sahip olması ile ülke ekonomisine de katkıda bulunulacaktır.

Proje sürecinde polimerler üzerine yapılacak çalışmalar sonucunda önemli bir bilgi birikimi elde edilecektir. Çalışmalarda kullanılacak yöntem ve teknolojiler konusunda ülkemizde yeterli know-how'ın bulunmaması sebebiyle söz konusu çalışma sonucunda ulusal bilgi birikimi de artmış olacaktır.

DENEYSEL

Malzeme

Aşağıdaki fotoğrafta görülen kumaş çeşitleri kullanılmıştır. Yeşil ve pembe renkte olan kumaşlar örme, beyaz ve kahverengi desenli olanlar ise dokuma tiptedir.



Şekil 1. Kullanılan kumaşlar

Polimerlerler ise serbest radikal polimerizasyonu başlatıcılar kullanılarak sentezlenecektir. Çeşitli monomerlerin kullanılması ile kopolimerler elde edilecektir. Çalışmada kullanılan monomerler RD Mon 1, RD Mon 2, RD Mon 3 olup yapısı

paylaşmıyoruz. Sebebi, bu polimerden elde edilen ürünlerin Rudolf-Duraner ürün gamında yer alması planlanmaktadır.

Yöntem

Sentezlenen polimerlerin kumaş ve diğer tekstil uygulamalarındaki performansının belirlenmesi için laboratuvar ortamında kumaş uygulama çalışmaları yapılacaktır. Bunun için farklı iplik ve dokuma özelliklerine sahip kumaş türleri (pamuk, poliester, viskon) seçilecek ve bu kumaş numunelerine yönelik uygulama reçeteleri hazırlanacaktır. Hazırlanacak reçetelere uygun olarak geliştirilecek fonksiyonel polimerlerin sudaki çözeltileri hazırlanarak viskon, pamuk ve polyester kumaşlarda fular uygulaması uygulanacaktır. Bu aşamada, fonksiyonel polimerlerin farklı konsantrasyonlardaki çözeltileri hazırlanacak, kumaşlar bu çözeltilerde istenilen pick-up değeri elde edilinceye kadar tabii tutulacak, sonrasında uygun basınç belirlenerek fular makinasından geçirilecektir. Bu işlemin ardından kumaşlar ram yardımıyla kurutulacak ve şartlandırma odasında bir gün bekletildikten sonra tuşelerine bakılarak kumaşların efekti değerlendirilecektir.

Tüm işlemler bir kez daha tekrar edilerek, bu sefer ISO-12945-2 standardına uygun şekilde Martindale pilling testi cihazında 2000 kez çevrilecektir. Ardından hem pilling değerlendirme görüntüleyicisi cihazında görsel değerlendirme yapılacak hem de Pill Grade cihazı kullanılarak kumaşların tekrarlanan ölçümlerinin ortalaması alınarak pilling değerleri sayısal olarak ölçülecektir. Böylece, kumaş pilling özelliklerinin ne derece iyileştiği incelenecektir.

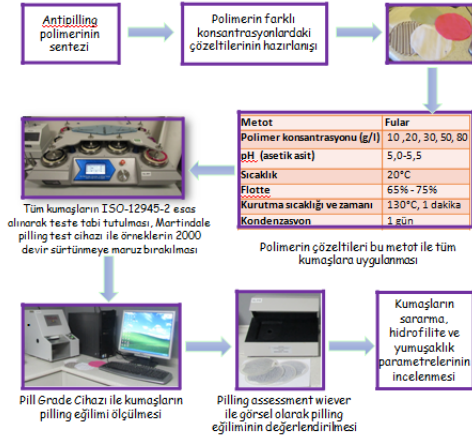
Öte yandan geliştirilecek fonksiyonel polimerlerin beyaz kumaşlarda sararmaya yol açıp açmadığını görmek için, fonksiyonel polimerlerin sulu çözeltileri beyaz kumaşlara da applike edilecektir. Kumaşlar fikselenerek optik beyazlık testi yapılacaktır, böylece çıkan beyazlık değerlerine göre yüksek sıcaklıklarda kumaşta sararmaya neden olup olmadığı anlaşılacaktır. Ayrıca tüm kumaşların hidrofilite de değerlendirilecektir. Bütün bu çalışmalar piyasada mevcut olan muadil ürünlerle de gerçekleştirilerek sonuçlar kıyaslanacak ve geliştirilecek fonksiyonel polimerlerin etkisi net bir biçimde ortaya konmuş olacaktır. Yapılacak test çalışmalarının sonuçları, formülasyon reçetelerinin maliyetleri ile kıyaslanacak ve ürün kalitesi - maliyet açısından optimizasyon çalışmaları yapılacaktır. Bu çalışmaların sonucunda fiyat performans oranı en iyi olacak yani kaliteli, yüksek ömürlü, aynı zamanda düşük maliyetli polimer ürünü seçilecektir. Sentezlenen polimerler ile ilgili prosedürler, yapılan denemeler sonrası olan aşağıdaki deneysel sonuç bölümünde verilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Başlangıçta bir ön formülasyon geliştirme ve test çalışması gerçekleştirilmiş, sonuçlar irdelenmiştir.

Çalışmalarda bir çok monomer kullanarak kopolimerler sentezleri yapılmıştır. Polimerler ise serbest radikal polimerizasyonu ile başlatıcılar kullanılarak sentezlenmiştir. Değişik mol oranlarında monomerler kullanılarak çeşitli polimerizasyon reaksiyonları başarı ile gerçekleştirilmiştir.

Sentezi gerçekleştirilen polimerlerin ortalama molekül ağırlıkları jel geçirgenlik kromatografisi kullanılarak MW ve Mw/Mn belirlenmiştir. Ayrıca FTIR analizi ile sentezlenen polimerlerin yapısı incelenmiştir. Polimerlere su eklenerek elde edilen ürünlerin stabilitesi-çözünürlüğü incelenmiştir. Sonrasında farklı konsantrasyonlarda (10, 20, 30, 50, 80 g/l) polimerler hazırlanmış ve fular uygulamaları yapılmıştır. Martindale test cihazı ile ISO-12945-2'ye göre 2000 çevrimlik bir test işlemi gerçekleştirilmiştir. Kumaşların pilling değerleri, sararma ve hidrofilitate parametreleri ile tuşeleri kontrol edilmiştir. Yapılan çalışmalar aşağıdaki tabloda özetlenmiştir.



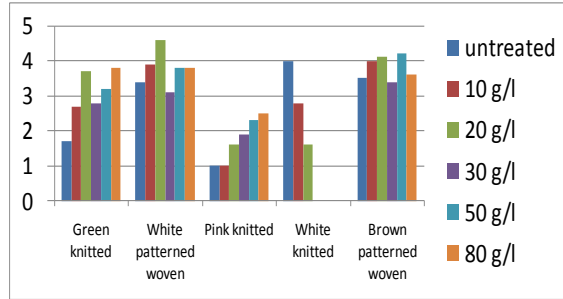
Tablo 1. Yapılan çalışmaların özeti

Fonksiyonel polimerlerin eldesi ve tekstil uygulamaları ile aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- ❑ Pilling azaltıcı olacağı düşünülen polimer başarı ile sentezlenerek karakterize edildi.
- ❑ Bu polimer kullanılarak farklı konsantrasyonlardaki çözeltileri hazırlanarak çeşitli kumaşlara fular uygulamaları yapıldı.
- ❑ Örme ve dokuma pamuk kumaşların pilling eğilimi test edildi ve kumaşlardaki pilling verilerinin 1-2 derece arttığı yani pilling eğiliminin ölçüde azaldığı gözlemlendi. Pilling değerlerinde kumaş çeşidine bağlı olarak artış farklılığı yaşanmakla birlikte genelde 1-2 derecelik bir artış civarındadır. Böylece sentezlenen polimer ile kumaşların pilling eğiliminde azalma olduğu söylenebilir.
- ❑ Polimer çözeltisinin 50 g/l uygulandığı kumaşlarda pilling eğiliminin yeteri ölçüde azaldığı, fiyat-kalite performansı

düşünüldüğünde bu miktarın optimum değer olduğuna karar verildi.

- ❑ Kumaşlarda yumuşak ve kaygan bir tuşe elde edilmiştir.
- ❑ Kumaşların optik beyazlık değerlerinde olumlu sonuçlar elde edildi. Beyaz örme ve dokuma pamuk kumaşların yüksek sıcaklıkta kurutulmaya maruz bırakıldığında sararmadığı, işlemsiz kumaş ile aynı Berger değerine sahip olduğu görüldü. - İşlemsiz beyaz örme kumaş için 154 Berger sararma dayanımı elde edilirken antipilling kimyasal uygulama sonrası (20 g/l) 157 Berger değeri elde edilmiştir.
- ❑ Polimer çözeltisi uygulanmış kumaşların hidrofilitatesinin iyi olduğu, suyu hızlıca emdiği anlaşıldı. Sentezlenen polimer ile kumaşların hidrofilitate bir özellik kazandığı görülmüştür.
- ❑ Sentezlenen polimer uygulandığı kumaşlara yumuşak ve kaygan tuşe kazandırdı.



Şekil 2. Farklı konsantrasyonlardaki polimer çözeltisinin örme ve dokuma pamuk kumaşlara uygulanması ile kumaşlarda elde edilen pilling verileri

*Derece 5: pilling oluşumu yok

GENEL SONUÇLAR

Elde ettiğimiz veriler hedeflediğimiz gibi bir ürün geliştirebileceğimize dair umut vermektedir. Proje bitiminde en uygun ürün ile pazarın beklentisine cevap verilebilir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Çalışmalar daha fazla kumaşta tekrarlanacaktır. Belirlenen çeşitli polimerler sırayla sentezlenecek ve tekstil uygulamaları gerçekleştirilecektir. Uygulamalar sonucu özellikle pilling problemini azaltan ve iyi tuşe veren stabil bir ürün yapılacaktır. Ve bu ürünün fonksiyonel polimerler arasında hangisi ile yapılacağına karar verilecektir.

Sentezlenen polimerlerin lif polimer yapısal etkileşimleri XRD (X-Işını Difraksiyon) analizleri ile araştırılacaktır. NMR analizi ile sentezlenen polimerlerin yapısı incelenecektir. Lif-polimer yüzey morfolojileri ve içsel yapıları SEM-EDX ve TEM analizleri ile belirlenecektir. Monomer katılım derecelerini belirleyebilmek için elementel analiz

kullanılacaktır. Lif-polimer termal özellikleri için TG/DTA analizleri gerçekleştirilecektir.

Sentezi ve tekstil uygulamaları yapılan polimerlere ek olarak denemeyi planladığımız başka kopolimerler ile çalışma derinleştirilecektir. Ve sonunda fiyat kalite performansı göz önünde bulundurularak en uygun polimer seçilip ürün haline dönüştürülecek ve Rudolf-Duraner ürün gamında yerini alacaktır. Seçilen bu ürünün deneme üretiminin gerçekleştirilmesi, tespit edilen müşterilerde denemelerin de yapılarak başarısının kanıtlanması ve tekstil pazarında pilling problemi yaşayan firmaların beğenisine sunmak da ilerleyen ve sonraki dönem çalışmalarıdır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma Rudolf Duraner ve Uludağ Üniversitesi iş birliğinde yürüten TÜBİTAK-TEYDEB projesidir. Bu iş birliğine katkı sağlayan TÜBİTAK'a desteklerinden dolayı teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Dalbaşı, E. S., Kayseri, G.Ö. 2015. Research About The Effect Of The Antipilling Treatments On Different Structured Cotton Knitted Fabrics. *Tekstil Ve Konfeksiyon*, 25: 54-60.
- [2] Zilz, L.,Rau, M., Budag, N., Scharf, M., Cavaco-Paulob, A., Andreausa, J. 2012. Nonionic surfactants and dispersants for biopolishing and stonewashing with Hypocrea jecorina cellulases. *Society of Dyers and Colourists, Color. Technol.*, 129: 49–54.
- [3] Kahraman, B. 2006, Örme Kumaşlarda Boncuklanma Nedenlerinin İncelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, MÜ. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul. Bölüm?
- [4] Lohrasbi, F., Ghahi, J.M., Yazdanshenas, M. E. 2011. Influence of Weave Type and Weft Density on Worsted Fabric Pilling. *Fibres&Textiles in Eastern Europe*, 19: 64-69.

- [5] Hussain, T., Ahmed, S., Qayum, A. 2008. Effect of different softeners and sanforising treatment on pilling performance of polyester/viscose blended fabrics. *Society of Dyers and Colourists, Color. Technol.*, 124: 375–378.
- [6] Dalbaşı, E. S., Kayseri, G.Ö. 2015. Research About The Effect Of The Antipilling Treatments On Different Structured Cotton Knitted Fabrics. *Tekstil Ve Konfeksiyon*, 25: 54-60.
- [7] Furferi, R., Carfagni, M., Governi, L., Volpe, Y., Bogani, P. 2014. Towards Automated and Objective Assessment of Fabric Pilling. *Int J Adv Robot Syst*, 11:171 | doi: 10.5772/59026
- [8] Lv, H.N., Chen, Z.J., Xue, Y., Cai, Z.S. 2010. Synthesis and application of waterborne polyurethane on the anti-pilling finishing of wool fabrics, *Proceedings Of The 12th International Wool Research Conference (IWRC 2010) Location: Shanghai, China*, Vols I And II: 227-230.
- [9] Aksoy, S. A., Genç, E. 2015. Functionalization of cotton fabrics by esterification cross-linking with 1,2,3,4-butanetetracarboxylic acid (btca), *Cellulose Chemistry And Technology*, 49 (5-6): 405-413.
- [10] Tusief, M.Q., Mahmood, N., Saleem, M. 2012. Effect of different antipilling agents to reduce pilling on polyester/cotton fabric. *Journal Of The Chemical Society Of Pakistan*, 34 (1): 53-57.
- [11] Nihat, C., Değirmenci, Z., Kaynak, H.K. 2010. Effect of nano-silicone softener on abrasion and pilling resistance and color fastness of knitted fabrics. *Tekstil Ve Konfeksiyon*, 20 (1): 41-47.
- [12] Ehrhardt, A., Bui, H.M., Duelli, H., Bechtold, T. 2010. NaOH/Urea aqueous solutions improving properties of regenerated-cellulosic fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 115: 2865–2874.
- [13] Chitsaz, E., Khoddami, A., Zolfaghari, K. 2010. A novel simultaneous bleaching and antipilling of cotton goods using UV/H₂O₂. *Industria Textila*, 61 (1): 3-6.

Yanması Geçiktirilmiş Gözenekli Polimerik Malzeme Geliştirilmesi ve Karakterizasyonu

PARIN, Fatma Nur¹, YILDIRIM, Kenan², YÖRÜK, Hasan³

¹Bursa Teknik Üniversitesi, MDBF, Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümü 16310 Bursa, Türkiye,

²Bursa Teknik Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı Müdürlüğü 16310 Bursa, Türkiye,

³Bursa Teknoloji Koordinasyon ve AR-GE Merkezi (BUTEKOM), 16140 Bursa, Türkiye

kenan.yildirim@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışma ile fosfor içeren yanma geciktirici katkılı gözenekli malzeme geliştirilerek karakterizasyonu yapılmıştır. Söz konusu malzemenin özellikle ses absorpsiyon, sıvı filtrasyon ve termal izolasyon malzemesi olarak kullanılabilmesi öngörülmüştür.

GİRİŞ

Gözenekli polimerler, yüksek yüzey alanı, iyi tasarlanmış gözenek yapısı ve kolay proses edilebilirliği sayesinde dikkat çekici araştırma konusudur. Bu polimerler gaz depolama, filtrasyon, sensör sistemleri, kontrollü ilaç salınımı için enkapsülasyon ajanları, proton değişim membranlar, antiyansıtıcı kaplamalar olarak birçok uygulamada kullanılmaktadır [1,2].

Kumar vd. bir çalışmada silikon kauçuğu içeren emülsiyon sistemlerinin akustik uygulamalarda kullanılabilirliğini araştırmıştır [3].

Hoisington vd. 140-220 °C arasında değişen camı geçiş sıcaklıklarına sahip bismaleimid (BMI) esaslı açık gözenekli polimer köpüklerin ısı performanslarını kıyaslamıştır [4].

Çevresel sorunların artmasından dolayı ısı ve ses absorplama kapasitesine sahip yüksek gözenekli polimerlere oldukça fazla ihtiyaç duyulmaktadır [5]. Buna göre absorplama oranı yüksek malzemelerin hafif, yüzey alanı yüksek ve hücre yapısında olması beklenmektedir. Isı yalıtım malzemelerinin iç yapılarının taşınım yoluyla ısı transferini en aza indirmek için hücre yapısının minimum düzeyde olması ve ısının büyük bir kısmını geri yansıtması için de reflektif özellikte olmalıdır. Binalara ait yangın yönetmeliğine göre dış kaplamaların, binalarda zor alevlenici ve yüksek binalarda ise zor yanıcı malzemeden yapılmasını gerektirmektedir. Bu sebeple gözenekli polimerlerin yangın karşısında kendilerinden beklenen performansı gösterebilmeleri ve zararların daha iyi kontrol altına alınabilmesi için aynı zamanda çeşitli katkı maddelerine bağlıdır [6].

Yanma geciktirici katkıları içinde inorganik malzemeler ve halojenli bileşikler gibi yanma geciktiricilerden farklı olarak fosfor içeren bileşiklere rağbet artmaktadır. Katkılar ve reaktif monomerler gibi fosfor içeren yanma geciktiriciler,

yoğunlaşan faz ve gaz fazı mekanizması yoluyla yanma geciktirici özelliklere sahip polimerik malzemeler olarak bilinmektedir. Fosfor yoğunlaşan fazda kül oluşumunu katalizler ve bu da altta kalan malzemeyi ısıdan koruyarak gaz salınımını azaltmak için bariyer olarak rol oynar. Fosfor içeren yanma geciktiriciler genellikle polimerlere katkı yada reaktif yanma geciktirici olarak katılır [7]. Alev geciktirici katkıları genelde daha ekonomiktir; ancak polimerden sızma yapmaya eğilimli oldukları için polimerlerin mekanik özelliklerini ve proses edilebilirliğini olumsuz etkiler. Reaktif fosfor içeren alev geciktiriciler polimer matrisin ana zincirine katılarak alev geciktiricilerin düzenli dağılmasından dolayı yüksek alev geciktirici etki ile sonuçlanır.

Fosfor esaslı yanma geciktirici madde olan 9,10-dihidro-9-okza-10-fosfafenantren-10-oksit (DOPO), organik heterosiklik bir bileşiktir. DOPO yüksek ısı kararlılık, oksidasyona dayanım ve mükemmel su dayanımına sahip olmasından dolayı polyeater lif, poliüretan köpük ve termoset reçinelerde alev bağlama ajanı olarak kullanılmaktadır [8].

DENEYSEL

Malzeme

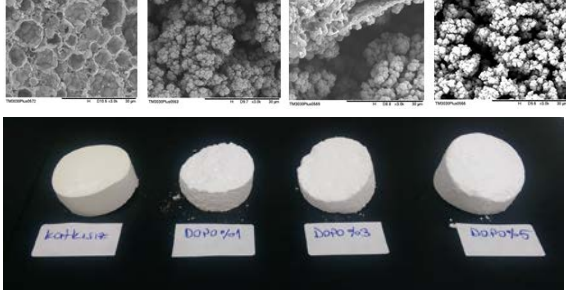
Polimer disklerin hazırlanmasında akrilat esaslı monomer olan glisidil metakrilat (GMA), çapraz bağlayıcı etilen glisidil dimetakrilat (EGDMA), yüzey aktif ajan olarak poly(ethylene glycol)-*block* poly(propylene glycol)-*block*-poly(ethylene glycol), deiyonize su ve yanma geciktirici dihidrookzafosfa fenontren (DOPO) kullanılmıştır.

Yöntem

Bu çalışmada emülsiyon polimerizasyonu kullanılarak yüksek ısı dayanıma sahip polimer diskler üretilmiştir. İlk olarak GMA monomeri, çapraz bağlayıcı EGDMA ve DOPO'nun belirli miktarlarda mekanik karıştırıcıda homojen bir şekilde karışmasının ardından elde edilen prepolimerler önceden hazırlanmış polimer tüplere dökülmüştür. Etüvde belirli süre çapraz bağlanmasının ardından safsızlıkların giderimi için polimerler ekstrakte edilmiştir. Son olarak belirli sıcaklıkta etüv ortamında polimer disklerin kuruması gerçekleştirilmiştir. Elde edilen numunelerin UV koruma, ısı ve morfolojik özellikleri incelenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1'de %1, 3 ve 5 DOPO katkı GMA esaslı polimer diskleri elde edilmiştir. Elde edilen polimer disklerin SEM görüntüleri Şekil 1'de gösterilmiştir. Saf polimerden oluşan malzemede düzenli bir gözenek yapısı oluşurken, güç tutuşur katkının bu gözenek yapısını bozduğu ve aglomere formatında bir yapıya dönüştürdüğü görülmüştür. Ayrıca katkının polimerin fiziksel özelliğini de değiştirerek şekilsel bütünlüğünü bozacak şekilde sinterlenmiş toz malzeme formuna getirdiği görülmüştür.

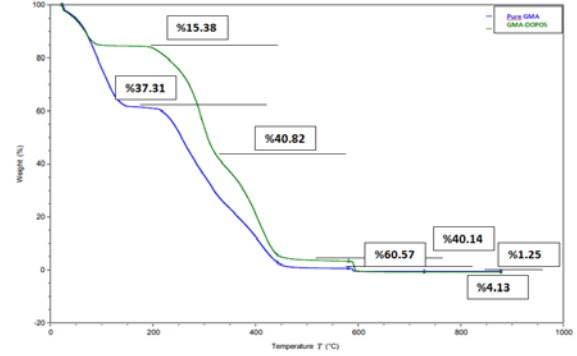


Şekil 1. %1, 3 ve 5 DOPO katkı polimer diskler ile diskler için SEM görüntüleri.

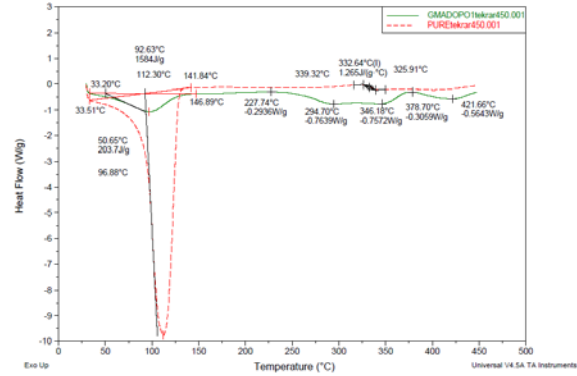
Güç tutuşur katkının malzemenin su tutma özelliğini düşürdüğü ancak bozunma karakterini değiştirmedikleri Şekil 2'deki TGA termogramından görülmektedir. Polimerin bozunma karakterinden kopolimer olduğu görülmektedir. Kütle değişim termogramından su çıkışından sonra iki kademeli bozunma hem saf hem de katkı polimerde görülmüştür. DSC termogramından ilk pikin uçucu çıkışı olduğu ve saf polimerde bu pik enerjisinin katkı polimerlerde daha yüksek olduğu görülmüştür. Saf polimerde 330°C civarında camı geçiş gözlenirken katkı polimerlerde yayvan endotermik piklerin olduğu görülmüştür. Bu piklerin güç tutuşur malzemelerin yanmayı geciktirme mekanizmalarından olan gaz çıkışından kaynaklandığı öngörülmüştür.

Malzemenin yansıtma karakteri incelendiğinde, hem IR bölgede hem görünür hem de UV bölgede yansıtma oranının çok yüksek olduğu görülmüştür. Özellikle IR bölgedeki yansıtma özelliğinin çok yüksek olduğundan dolayı bina dış yüzey kaplamalarında ısı yalıtım amaçlı kullanılabileceğini göstermektedir [9]. Bilindiği gibi yaz aylarından bina iç ısısisının artması gün ışığında mevcut olsun IR ışınından kaynaklanmaktadır. IR ışınının yansıtılmasıyla bina iç ısısisının yükselmesi önlenir. Yapının beyaz olmasından dolayı görünür ışık bölgesinde yansıma saf olanda %100 civarında olurken katkılılarda %100'ü geçmiştir. Bu durumun nedeni, katkının fosfor esaslı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Saf polimerin IR yansıtıcılığı 1500-2500 nm arasında %60 civarında iken 1500-400 nm arasında %100 civarında olurken katkının bu değerleri artırdığı ve bu artışa da yapıdaki fosforun neden olduğu düşünülmektedir.

Katkılı yapının uygun mukavemette ve gözenek yapısı bozulmadan üretilmesi halinde çok iyi bir ısı ve ses izolasyon malzemesi olabileceği düşünülmektedir.



Şekil 2. Katkısız numune ve %5 DOPO katkı polimer diskler için TGA termogramı.



Şekil 3. Katkısız numune ve %5 DOPO katkı polimer diskler için DSC termogramı.



Şekil 4. Katkısız numune ve DOPO katkı tüm polimer diskler için UV spektrum.

GENEL SONUÇLAR

Katkısız ve DOPO katkı (%1,3,5 oranlarında) olarak üretilen gözenekli polimerlerin UV spektrum, ısı ve morfolojik sonuçları değerlendirildiğinde mekanik özellikleri iyileştirildiği takdirde dış cephelerde kullanılabileceği düşünülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Gözenek yapısı bozulmaksızın şekilsel bütünlüğü koruyacak yanma geciktirici katkı malzeme üretimi gerçekleştirilmesi planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma kapsamındaki yanma geciktirici katkının (DOPO) temini için Berteks Şirketler Grubu'na teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. Su, B. L., Sanchez, C., Yang, X. Y. 2012. Hierarchically Structured Porous Materials: From Nanoscience to Catalysis, Separation, Optics, Energy, and Life Science. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany.
2. Kovalenko, A., Zimny, K., Mascaro, B., Brunet, T., Mondain-Monval, O. 2016. " Tailoring of the porous structure of soft emulsion-templated polymer materials", *Soft Matter*, 12(23), 5154-5163.
3. Kumar, A. vd., 2016. " Development of Macro-Porous Silicone Rubber for Acoustic Applications", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 55(32), 8751-8760.
4. Halisington, M. A., Duke, J. R., Apen, P. G. 1997. "High temperature, polymeric, structural foams from high internal phase emulsion polymerizations", *Polymer*, 38(13), 3337-3347.
5. Binaların Yangından Korunmasına Yönelik Yönetmelik.

<http://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2007/12/20071219-2.htm>.

Son erişim tarihi :14.09.2018.

6. Dahil, L., Başpınar, S., Karabulut, A., 2011. " Gözenekli Malzemelerin Sönümlenmeye Etkisi", *AKÜ-FEBİD* 11(015701), 1-7.
7. Qian, X., Song, L., Jiang, S., Tang, G., Xing, W., Wang, B., Hu, Y., Yuen, R. K. K. 2013. " Novel Flame Retardants Containing 9,10-Dihydro-9-oxa-10- phosphaphenanthrene-10-oxide and Unsaturated Bonds: Synthesis, Characterization, and Application in the Flame Retardancy of Epoxy Acrylates", *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 52(22), 7307-7315.
8. Seibold, S., Schafer, A., Lohstroh, W., Walter, O., Doring, M. 2008. "Phosphorus-Containing Terephthaldialdehyde Adducts-Structure Determination and their Application as Flame Retardants in Epoxy Resins", *Journal of Applied Polymer Science*, 108(1), 264-271.
9. Yıldırım, K., Kanber, A., Karahan, M., Karahan, N. 2018. " The Solar Properties of Fabrics Produced Using Different Weft Yarns", *Textile Research Journal*,doi.org/10.1177/0040517517712095.

Use of Activated Carbon Nanofibers for Face Mask Applications

DEMIR, Ali¹, AHAN, Zulfiye²

¹Istanbul Technical University, Textile Engineering Department, ISTANBUL,

²Istanbul Technical University, Nanoscience and Nanoengineering Department, ISTANBUL,
demir.ali.tr@gmail.com

AIM

The goal of this study is to produce polyacrylonitrile (PAN) based activated carbon nanofibers (ACNFs) for face mask applications. The morphology of the produced nanofibers are examined by SEM. The adsorption characteristics of ACNFs will also be investigated.

INTRODUCTION

Due to the increasing industrial activities, many toxic gases such as carbon monoxide, chlorine, nitrogen dioxide, formaldehyde and hydrogen sulphide are being increasingly released to the environment causing serious air pollution for all of us. These toxic gases affect human life as well as environmental ecology. They especially cause chronic or acute health problems even if they are very low in concentrations. Therefore the research on human health protection by using improved face masks have become of importance. In this regard, activated carbon nanofibers with improved surface area as well improved adsorption properties have attracted the attention of many researchers. Activated carbon nanofibers have spectacular adsorption capacity because of their small diameter, high microporosity, narrow pore size distribution, large surface area and excellent surface chemistry. For producing activated carbon nanofibers, polyacrylonitrile (PAN) has been the most popular polymer because it has high carbon ratio and efficient activation process.

ACNFs have been produced by combination of four steps that are formation of precursor nanofiber, stabilization of this nanofiber, carbonization of stabilized sample and finally activation of carbonized nanofiber. In activation process there are two ways to activate of the sample, these are chemical activation and physical activation. Some chemical activated agents such as KOH and HNO₃ are used in chemical activation and CO₂ or steam flows are utilized in physical activation process. Among these two processes, physical activation has most commonly used for electrospun nanofibers [1]. During the stabilization, the PAN structure converts to ladder type structure due to the oxidation, dehydrogenation and cyclization reactions and a result of C≡N bonds convert to C=N. The applied temperature and time are important for this step in terms of the properties of final product and for the

process to be successful. During the carbonization and activation non-carbon elements and disorganized carbons are eliminated from the sample, therefore the diameter of the sample decreases, the microporosity forms and the weight is lost [2,3]. To provide maximum surface area, high microporosity and proper nitrogen content, the temperature, reaction time and the gases or chemical agents used in activation step must be carefully selected and adjusted.

ACNFs can be used to remove toxic gases in terms of their shallow and homogenous microporosity, high surface area and abundant nitrogen functional groups content. The shallow microporosity contribute the increasing of adsorption ability of ACNFs in humid condition due to the rapid desorption of water molecules from the adsorbent. In addition, it is known that micropores are a key way to come true of adsorption facts, but macropores have not effects to it and mesopores serve as a pathway for the passage of adsorbates. Furthermore the nitrogen groups lead to improve of adsorption in two ways; 1) these groups might react with the adsorbates and 2) these groups show electro negative charge so they ensure the electrostatic gravitation to adsorbates having carbonyl groups that show electro positive charge [4,5]. Thanks to all these features, the use of ACNFs in filters has become quite widespread. In this study PAN based ACNF has been studied for face mask application.

EXPERIMENTAL

Materials

In this experiment, PAN (BASF) was used as the polymer in the production of nanofibers produced by electrospinning machine (INOVENSO). DMF (MERCK) was used as solvent and 10% (w/w) solution was stirred on the magnetic mixer one day.

Method

The prepared solution was used for electrospinning process to produce nanofiber. After the spinning process, the produced PAN nanofiber was stabilized at 275°C by 3°C/min heating rate in air. The stabilized sample was then carbonized and activated one after another at 700°C by 3°C/min heating rate. Carbonization was proceeded in Ar gas at 30min and activation was executed in CO₂ at 30min. After the all of these processes the SEM images of the samples were analyzed

EXPERIMENTAL RESULTS/DISCUSSION

The produced PAN nanofiber were suitable for the activation process in terms of the thickness. It can be seen in Figure 1, the nanofibers are homogen and linear, they also have diameters between 286 and 629nm.

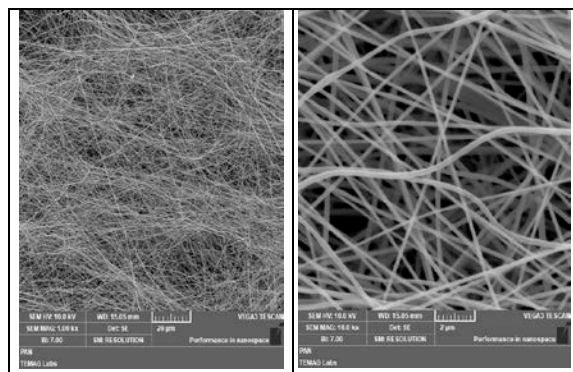


Figure 1. The SEM image of PAN nanofiber with 1.00kx left side and 10.0kx right side

After the stabilization, the sample was taken out from the furnace. Appearance of the stabilized sample turned to fawn coloured because of the heat treatment. The original PAN nanofiber did not burn while heat treatment and according to the SEM images (Figure 2) there are no breakage of nanofibers and defects. The diameters also have decreased after the stabilization because of the oxidation, dehydrogenation, cyclization. The diameters of the stabilized sample are between 184 and 278nm.

During the carbonization and activation, the non-carbon elements are eliminated from the sample so microporosity forms in the nanofibers. These microporosity contributes the adsorption process. In this experiment, final product sample has some porosity seen in Figure 3. The nanofibers morphology has liked curvy, it is normal in activation process due to the conjunction of nanofibers at high temperature. After the activation diameters of nanofibers have not changed because of the conjunction but it still has small diameters between 148 and 359nm.

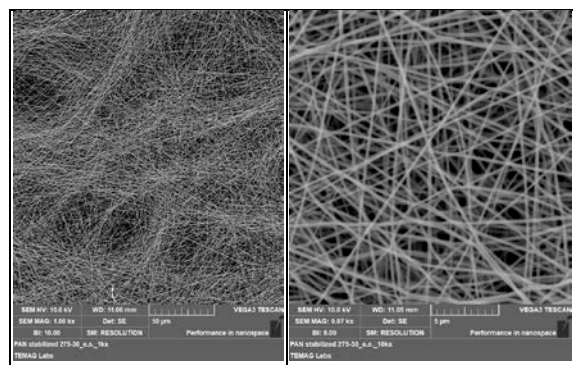


Figure 2. The SEM images of stabilized sample with 1.00kx left side and 9.97kx right side

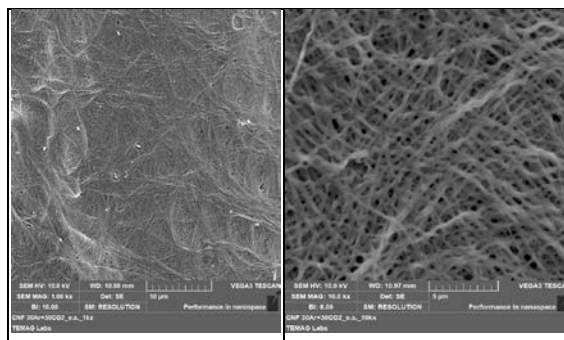


Figure 3. The SEM images of activated sample with 1.00kx left side and 10.0kx right side

RESULTS

Activation process ensures some porosity to produced PAN nanofiber, however the diameter of the final sample has not changed much, it may be due to the short carbonization process time. If the optimum long process time is performed, the reduction of diameters will be more.

NEXT TERMS STUDIES

To understand the usability of activated carbon nanofiber on the face mask, our next work will be related to microporosity analyze, nitrogen contents and adsorption capacity of the final product.

THANKS

We would like to thank to INOVENSO company and ITU TEMAG lab team for their contributions in our study.

REFERENCES

- [1] Salvador, F., Sa'nchez-Montero, M.J., Montero, J., and Izquierdo, C., 2008. "Activated Carbon Fibers Prepared from a Phenolic Fiber by Supercritical Water and Steam Activation", The Journal of Physical Chemistry C, 112, 20057–20064.
- [2] Esrafilzadeh D., Morshed M., Tavanai H., 2009. An Investigation on The Stabilization of Special Polyacrylonitrile Nanofibers as Carbon or Activated Carbon Nanofiber Precursor, Synthetic metals, 159 267-272.
- [3] Su, C.I., Lu, C.H., Wong, J.W., and Liu, Y.S., 2014. "The Optimal Continuous Manufacturing Conditions for Oxidized PAN Nanofiber Nonwovens", Fibers and Polymers, 15, 1822-1827.
- [4] Lee, K.J., Shiratori, N., Lee, G.H., Miyawaki, J., Mochia, I., Yoon, S.H., and Jang, J., 2010. "Activated carbon nanofiber produced from electrospun polyacrylonitrile nanofiber as a highly efficient formaldehyde adsorbent", An International Journal Carbon, 48, 4248-4255.

- [5] Song, Y., Qiao, W., Yoon, S.H., Mochida, I., Guo, Q., and Liu, L., 2007. "Removal of Formaldehyde at Low Concentration Using Various Activated Carbon Fibers", *Journal of Applied Polymer Science*, 106, 2151-2157.

Acquiring Antibacterial and Hemostatic Properties for Polypropylene Nonwovens via Layer-by-Layer Surface Modification Using Soybean Protein

Abdelrahman M. Abdelgawad^{1,2}, Consuelo Fritz¹, Orlando J. Rojas^{1,4}

Forest Biomaterials, North Carolina State University, Raleigh, NC, United States

Textile Research Division, National Research Center, Egypt

Department of Forest Products Technology, Aalto University, Alto, Finland.

Abstract

Polypropylene (PP) nonwovens are very important textile material. It is widely used in membranes and medical textiles. Modification of the wetting behavior of its hydrophobic surface is essential to control fluid interactions, adhesion, transport processes, sensing, etc. The current work investigates the development of antibacterial/hemostatic material based on polypropylene nonwoven using soybean protein isolate (SPI). A layer by layer technique was applied to impart the desired properties. In the first layer, a cationic surfactant, dioctadecyldimethylammonium bromide (DODA) was absorbed onto PP surface prior to the protein deposition to enhance its wettability. Then an antibacterial layer of silver nanoparticles/soybean protein isolate, was acquired to the surface of PP. Separately, nano-sized silver metal was synthesized in high concentration in less than five minutes via solid state grinding of silver salt and soybean protein. A third layer contains thrombin protein was absorbed to the surface of PP to attain hemostatic properties to the system. The adsorption of soybean protein onto DODA-treated PP leads to significant improvement in water wettability and a shift in the contact angle from 128° to completely wettable surfaces ($\approx 0^\circ$). The formation of nanostructured silver was elucidated by using complementary spectroscopy and imaging techniques, including UV-vis, SEM, X-Ray Diffraction, TEM, and Surface Chemical Composition. Finally, the reactivity of loaded thrombin protein was confirmed by the exposure of the treated PP nonwovens to fibrinogen protein. Thrombin was released from the system and fibrin gel was formed on the surface of PP nonwoven. The developed system showed interesting behavior and could be used as antibacterial/hemostatic wound dressing material.

Introduction

Polypropylene (PP) has been studied intensively because of its relevance in textiles/fabrics, diapers, filters, and medical implants¹. Associated applications require high wettability, good adhesive properties, and in the case of medical implants, resistance to protein fouling^{2,3}. However, one drawback of most of these polymeric materials is

their low surface energy resulting in low water wettability. To overcome this latter issue, different surface modification procedures have been evaluated, including plasma treatment^{4,5}, corona discharge², flame treatment, UV light irradiation⁶, electron beam ozone treatment accompanied with surface grafting and protein adsorption followed by polymer grafting^{6,7}. These treatments have successfully “activated” the surface for further attachment of other molecules for the express purpose of improving hydrophilicity, and reducing the adhesion of biomolecules that can cause surface fouling^{8,9,10}.

Our group initiated an effort to valorize the soy protein surface coatings that have been developed for polypropylene fabrics. Specifically, we considered the case of medical textiles and the use of soy proteins to acquire antibacterial properties^{9,11}. In the current work soy protein isolate (SPI) is being used to acquire antibacterial/hemostatic properties to polypropylene (PP) nonwovens by surface modification. The ultimate goal of this treatment is to prepare functional fabrics from PP nonwovens, which are able to assist in coagulating blood in bleeding wounds. To achieve such goal, two layers of soy protein were applied to the surface of PP nonwovens. First layer contains silver nanoparticles (AgNPs), which was prepared in-situ during the denaturation of SPI. The second layer contains thrombin, which is a blood protein that activate the natural blood clotting cascade. The consumption of Thrombin solution to stop bleeding is widely used in the surgical operating rooms in the hospitals. However, its utilization in the wound dressing materials is not yet found because of loading difficulties and activity loss over time. We strongly believe that the application of soy protein to PP would increase its hydrophilicity and allow better loading of Thrombin to the fabrics, due to chemical structure similarity between the two proteins. Silver nanoparticles were prepared in situ during the denaturation of soy protein for the purpose of improving the antibacterial resistivity of the material, since it is going to be in contact with blood. This takes advantage of the fact that soy protein isolate (SPI) brings hydrophilicity to the surface of polypropylene nonwovens.

Results and Discussion

Soy protein isolate (SPI) with 4% of tyrosine amino acid, is the main source of reduction ability during the preparation of protein based silver nanoparticles. Under alkaline condition, the phenolic groups in tyrosine ionize to phenolate anions, which have the capability to transfer electrons to Ag^+ , thus Ag metal particles are formed and the phenolic groups simultaneously transform into semiquinone. Under the TEM, silver nanoparticles appear as dark spherical dots in the range of 30nm average diameter.

The treatment of PP surface with a surfactant (DODA) improved the absorption of SPI. Three different concentrations of surfactant (0.5, 1, and 3 wt. %) were used to treat PP surfaces. There was an increase in the hydrophilicity of the PP surfaces after the treatment. As the concentration of the SPI increases the contact angle decreases. The contact angle of the PP (125°) was reduced significantly to (45°) by applying 7 wt. % SPI solutions. There is a slight increase in the values of samples treated with SPI/AgNPs than that treated with SPI, which may be attributed to the hydrophobic nature of the AgNPs.

The adsorbed amounts of either SPI or SPI/AgNPs was calculated via gravimetric analysis before and after treatment. Native PP fabrics were weighted before and after treatment. Moreover, the treated samples were incubated in 100mL of 0.1N sodium hydroxide for 24h under shaking to remove all the attached SPI or SPI/AgNPs. The weights and UV-vis absorbance of the samples were monitored and the final loadings were calculated and reported in table 1. The results show that a very limited amount of SPI was able to modify the PP and make it more hydrophilic. In addition, when the number of treatment cycles increased, from one to two cycles, SPI loading increases. Consequently, we expect the loading of Thrombin to increase.

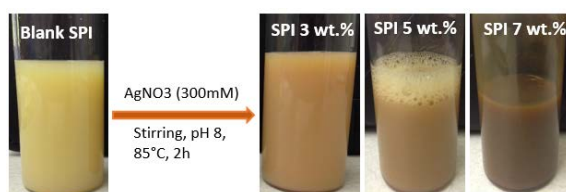


Figure 1: SPI and SPI/AgNPs solutions

Table 1: Protein loading on polypropylene nonwovens.

| Sample Content | Protein Loading ($\mu g/cm^2$) |
|------------------------------------|----------------------------------|
| PP-Soy-Thrombin (one cycle) | 28 |
| PP-Soy-Thrombin (two cycles) | 43 |
| PP-Soy/AgNPs-Thrombin (one cycle) | 39 |
| PP-Soy/AgNPs-Thrombin (two cycles) | 53 |

The protein coverage on the surface of polypropylene nonwovens was investigated by scanning electron microscope (SEM) and fluorescence microscopy. Figure 2 shows SEM images for the PP fabrics treated with soy proteins. The difference in contrast is clear between treated and untreated samples. In addition, a film like morphology can be observed for the treated samples. This could be attributed to the presence of soy protein on the surface

Further confirmation of protein coverage was proved by fluorescence microscopy. In this experiment the labeling reaction was carried out using Fluorescein isothiocyanate (FITC).

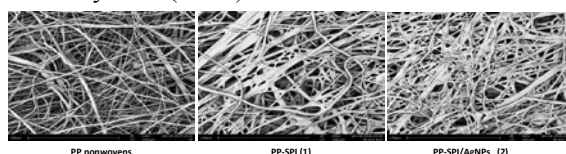


Figure 2: SEM images for the PP fabrics treated with soy proteins

Fluorescence signal was very weak when no surfactant (DODA) was used. A stronger fluorescence signal was observed upon the application of the surfactant.

On the other hand, reactivity of the loaded thrombin was evaluated by observing the fibrinogen first clot time. PP treated samples were treated with soy protein and Thrombin and left overnight for drying at room temperature. Then exposed to 5 mL fibrinogen solution (2g/L) and the first clot was observed. The first clot was formed after 45 sec. After 5 min all fibrinogen was gelled up completely as clear from Figure 3.

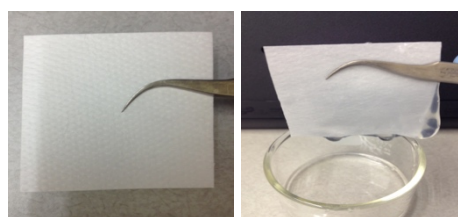


Figure 3: gelling of Fibrinogen via loaded Thrombin. Left (SPI/Thrombin) Right (SPI/Thrombin/ Fibrinogen)

The gelling of fibrinogen was observed by Rheology measurements. The storage modulus (G') of a gel is always higher than its loss modulus (G''). In the Rheology measurements, the gelation of the materials starts even before the rheometer equilibrate (takes 120 sec), so that the first clot time was impossible to be detected. However, this measurement gives an idea about the progress of the gelation process and the strength of the formed gel. The storage modulus (G') of the PP/SPI/Thrombin samples was found to increase over time and reaches (190 Pa) in approximately 15 minutes, whereas, G''

of the thrombin/fibrinogen solution was around (20 Pa).

This results shows that the gelling process was improved by the presence of SPI.

The minimum inhibitory concentration (MIC) of the antibacterial substance before applying it to the substrate, PP in our case.

The antibacterial activity of the treated PP nonwovens was tested against *E. coli*. Fabrics treated with SPI/AgNPs (two cycles) were able to significantly reduce the number of survival *E. coli* colonies.

For further understanding of the absorption behavior of soy protein isolate on polypropylene and thrombin on the surface of soy protein, quartz crystal microbalance (QCM) technique was used. In this measurement the mass variation per unit area is calculated by measuring the change in frequency of quartz crystal resonator.

The adsorption experiments were carried out with the PP thin films. Freshly prepared protein solution (1000 µg/mL) in phosphate buffer (PBS) at pH 7.4 were used. There was a change in frequency as a result of DODA absorption on the surface of PP film. DODA showed acceptable affinity towards the surface of PP with irreversible absorption around 75% of the initial injected amount. Upon the injection of soy protein solution to surfactant treated PP surface, a considerable amount of soy was absorbed, and however, only 60% was irreversibly attached to the surface. Another absorption peak was observed for thrombin with 80% irreversible absorption from the soy protein surface (Figure 5).

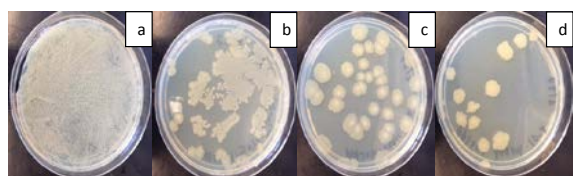


Figure 4: Antibacterial activity of PP/SPI and PP/SPI-AgNPs samples. (a) Blank, (b) PP/SPI, (c) PP/SPI-AgNPs 1 cycle, and (d) PP/SPI-AgNPs 2 cycles

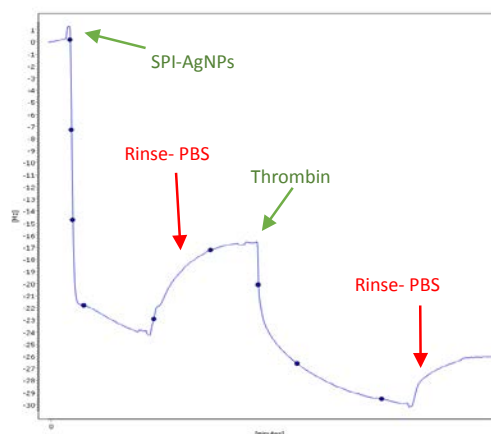
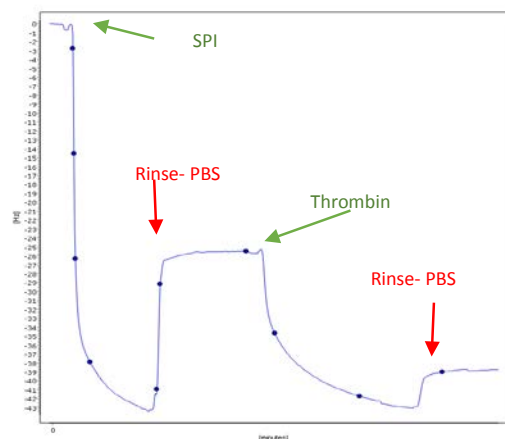


Figure 5: Absorption of soy protein and/or soy/AgNPs, and thrombin on flat PP thin films determined by the frequency shift as a function of time upon injection of 1 mg/mL solutions in QCM experiment.

References

1. Krishnan, S.; Weinman, C. J.; Ober, C. K. *J. Mater. Chem.* 2008, 18, 3405–3413.
2. Chung, T. C.; Lee, S. H. *J. Appl. Polym. Sci.* 1997, 64, 567–575.
3. Chan, C.-M., *Polymer Surface Modification and Characterization*; Carl Hanser Verlag: Munich, Germany, 1994.
4. Liu, Z.-M.; Xu, Z.-K.; Wang, J.-Q.; Yang, Q.; Wu, J.; Seta, P. *Eur. Polym. J.* 2003, 39, 2291–2299.
5. Huang, J.; Murata, H.; Koepsel, R. R.; Russell, A. J.; Matyjaszewski, K. *Biomacromolecules* 2007, 8, 1396–1399.
6. Yamamoto, K.; Miwa, Y.; Tanaka, H.; Sakaguchi, M.; Shimada, S. *J. Polym. Sci., Part A* 2002, 40, 3350–3359.
7. Krause, B.; Voigt, D.; Häußler, L.; Auhl, D.; Münstedt, H. *J. Appl. Polym. Sci.* 2006, 100, 2770–2780.
8. Goli, K. K.; Rojas, O. J.; Genzer, J. *Biomacromolecules* 2012, 13, 3769–3779.
9. Goli, K. K.; Rojas, O. J.; Özçam, A. E.; Genzer, J. *Biomacromolecules* 2012, 13, 1371–1382.
10. Liu, X.; Wu, D.; Turgman-Cohen, S.; Genzer, J.; Theyson, T. W.; Rojas, O. J. *Langmuir* 2010, 26, 9565–9574.
11. Carlos Salas, Jan Genzer, Lucian A. Lucia, Martin A. Hubbe, and Orlando J. Rojas. *ACS Applied Materials and Interfaces*. 2013, 5 (14), 6541-6548

