



İTÜ



www.uludag.edu.tr/ulpas

25 - 26 Eylül 2020
September

Bursa Teknik Üniversitesi

ULUSLARARASI LİF VE POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU

INTERNATIONAL FIBER AND POLYMER
RESEARCH SYMPOSIUM

BİLDİRİ KİTAPÇIĞI
BOOK OF PROCEEDINGS

ISBN 978-605-9332-05-7



FIBER &
POLYMER
RESEARCH INSTITUTE

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

This printed book contains the full texts of the papers presented at the symposium. The pdf version of the Book of Proceedings can be downloaded from the website www.uludag.edu.tr/ulpas.

Eylül 2020
ISBN 978-605-9332-05-7

Editörler

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y

Prof. Dr. Ali DEMİR

Prof. Dr. Kenan YILDIRIM

Doç. Dr. Ali KILIÇ

Dr. Öğretim Üyesi Şule SELÇUK

Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (9: 2020: Bursa/Online)

7. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu: 25 – 26 Eylül 2020 / editörler

Yusuf Ulcay, Ali Demir, Kenan Yıldırım ... [ve başkaları]

1. Tekstil lifleri-Türkiye-Kongreler 2. Polimerler-Türkiye-Kongreler

Bilim Komitesi / Scientific Committee

Prof. Dr. Arif KARADEMİR, BTÜ

Prof. Dr. Yusuf ULCAI, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Ali DEMİR, İTÜ

Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, BTÜ

Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA

Prof. Dr. Mohammad JAWAID, UPM, Malaysia

Prof. Dr. Ömer Berk BERKALP, İTÜ

Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER, BTÜ

Prof. Dr. Mehmet KANIK, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Esra KARACA, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Aslı HOCKENBERGER, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Gökhan GÖKTALAY, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Eskişehir Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, BTÜ

Doç. Dr. Ali KILIÇ, İTÜ

Doç. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir OGÜ

Doç. Dr. Ali AKPEK, Gebze Teknik Üniversitesi

Doktora Öğretim Üyesi Şule SELÇUK, İTÜ

Assist. Prof. Dr. Tamer HAMOUDA, National Science Foundation, Egypt

Assist. Prof. Dr. Ahmed HASSANIN, Egypt Japan University, Egypt

Assist. Prof. Dr. Abdelrahman ABDELGAWAD, NCSU, USA

Dr. Mohammad MANSOUB KHAN, Universiti Brunei Darussalam

Dr. İsmail BORAZAN, Bartın Üniversitesi

Dr. Yasin AKGÜL, Karabük Üniversitesi

Dr. Mehmet ÇALIŞIR, Rize Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi

Pınar Taşdelen ENGİN, Polyteks-Bursa

Gülşen TARDÜ, Polyteks-Bursa

Organizasyon Komitesi / Organization Committee

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y, Bursa Uludağ Üniversitesi

Prof. Dr. Ali DEMİR, İTÜ

Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, BTÜ

Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA

Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Eskişehir Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, BTÜ

Doç. Dr. Ali KILIÇ, İTÜ

Doç. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir OGÜ

Doktora Öğretim Üyesi Şule SELÇUK, İTÜ

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

Dr. İsmail BORA ZAN, Bartın Üniversitesi

Dr. Yasin AKGÜL, Karabük Üniversitesi

Dr. Mehmet CALISIR, Rize Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi

Dr. Fatma DEMIRCI, BTÜ

Öğr. Gör. Ali TOPTAŞ, Karabük Üniversitesi

Araş. Gör. Rumeysa ÇELEN, Bursa Uludağ Üniversitesi

Araş. Gör. Gizem MANASOĞLU, Bursa Uludağ Üniversitesi

Araş. Gör. Nazlı ARMAN, Bursa Uludağ Üniversitesi

Araş. Gör. Yasin ALTIN, BTÜ

Araş. Gör. Ahmet AYDIN, BTÜ

Araş. Gör. Fatma Nur PARIN, BTÜ

Araş. Gör. Büşra ATEŞ, BTÜ

Araş. Gör. Ayten Nur YÜKSEL YILMAZ, BTÜ

Araş. Gör. Recep ILHAN, BTÜ

Araş. Gör. Tuğba BAYSAL, Gebze Teknik Üniversitesi

Ömer Fırat TURŞUCULAR, Bursa Uludağ Üniversitesi

Merve Nur SAĞIRLI, İTÜ TEMAG Lab

International Symposium During Global Pandemic: COVID-19

Despite the fact that a severe global pandemic (COVID-19) has been still affecting our life and work for nearly a year now, the scientific research especially in the fields of fibers and polymers should not stop and this symposium has proved that it has not been slowed down and we are sure that it will not stop.

Nevertheless, in order to minimize the human to human close interaction hence giving no chance to transmit the COVID-19 virus, the symposium will be organized on-line under the following session topics;

1. Fibers: Production, Processing and Functional Fibers
2. Nanofibers: Production and Applications
3. Fibers & Polymers: Medical Applications and Tissue Engineering
4. Fibers & Polymers: Energy Applications and Wearables
5. Composites and Nanocomposites 1
6. Composites and Nanocomposites 2
7. Plastics & Rubber: Processing and Applications

These sessions will address the most recent advances in these fields. It is a fact that fibers and polymers are now parts of our daily lives and by the nature of it, functional fibers, nanofibers and their medical applications and tissue engineering have started to design our lives. The scientific research in these fields will continue to improve, modify and re-generate some aspects of our living bodies. This seems to be inevitable. As part of this fascinating research, we hope to take part and contribute to the international scientific knowledge.

The host for the on-line sessions will be Bursa Technical University. We sincerely thank the Rector of the Bursa Technical University, Prof. Dr. Arif Karademir who is also member of the Scientific Committee for this kind support.

Postponing the beautiful scenery and tasty Iskender Kebab of Bursa for the next symposium, we are looking forward to seeing you all fiber and polymer researchers at the on-line sessions to be held on 25-25 September 2020.

On behalf of the Fiber and Polymer Research Institute

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

Prof. Dr. Kenan YILDIRIM

Global Salgın: COVID-19 Ortamında Uluslararası Sempozyum

Global seviyede yaşanan ve hayatımızın ve çalışmalarımızın yaklaşık bir yıldır her boyutunu çok ciddi biçimde etkilemiş olan pandemiye (COVID-19) rağmen, bilimsel arařtırmalar ve özellikle de lif ve polimer alanındaki bilimsel arařtırmalar duramaz ve durmamalıdır. Bu sempozyum bunu ispatlamıřtır ve inanıyoruz ki lif ve polimer alanındaki bilimsel çalışmalar bu pandemiye olumlu katkı da vermektedir.

Ancak, insan-insan fiziksel etkileřimini en aza indirerek COVID-19 virüsünün yayılmasına engel olmak amacıyla sempozyumu ařağıdaki bařlıklar halinde on-line olarak gerekleřtireceğiz;

1. Lifler: Üretim, İřleme ve İřlevsel Lifler
2. Nanolifler: Üretim ve Uygulamaları.
3. Lifler ve Polimerler: Medikal Uygulamalar ve Doku Mühendisliğı
4. Lifler ve Polimerler: Enerji Uygulamaları ve Giyilebilir Elektronikler
5. Kompozitler ve Nanokompozitler 1
6. Kompozitler ve Nanokompozitler 2
7. Plastikler ve Kauçuk: İřleme ve Uygulamalar

Bu oturumlar alanlarındaki en güncel arařtırmaları ve sonuçlarını tartıřacaktır. Artık biliyoruz ki lif ve polimerler bizim hayatımızın kaçınılmaz bir parçasıdır ve aslında işlevsel lifler, nanolifler ve medikal uygulamaları ile doku mühendisliğı hayatımızın şekillendirmeye de bařladı bile. Bu alanlardaki bilimsel arařtırma sonuçları yařayan canlıların hayatlarını iyileřtirmeye, değıřtirmeye ve yeniden-tasarlamaya devam edecektir. Bu kaçınılmaz bir gerek olarak karřımızda durmaktadır. Bu heyecan verici arařtırmaların bir parçası olarak, uluslararası bilgi birikimine katkı vermeyi ümit ediyoruz.

Bu yılki 7. ULPAS'ın on-line oturumlarına Bursa Teknik Üniversitesi ev sahipliğı yapacak. Bu desteklerinden dolayı kendisi de Bilim Kurulu Üyesi olan Bursa Teknik Üniversitesi Rektörü Sayın Prof. Dr. Arif Karademir'e en samimi teřekkürlerimizi sunuyoruz.

Bursa'nın tarihi ve yeřil güzelliklerini temařa etmeyi ve İskender kebabının lezzetini tadmayı bir sonraki sempozyuma erteleyerek, hepinizi 25-26 Eylül 2020 tarihlerindeki on-line oturumlarında görmeyi ümit ediyoruz.

Lif ve Polimer Arařtırmaları Enstitüsü Adına

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

Prof. Dr. Kenan YILDIRIM

İÇİNDEKİLER

Chapter / Session / Oturum 1

Fibers: Production, Processing and Functional Fibers 1

**Asetat Lifinin Kısa Elyaf Eğirme Teknolojisi ile İplik Haline Getirilmesi ve Dokuma-
Örme Kumaşlar İçin Yumuşak Tuşeli, Antipilling ve Antistatik Özellikte
Multifonksiyonel İpliklerin Geliştirilmesi**

BOZAN, Neslihan, IŞIK Fatih 2

Fantezi İpliklerin Hav Yönünün İmge Gradyan Vektörleri İle Belirlenmesi

SÜLE, İhsan 4

**Polipropilen/Polipirol ve Polyester/Polipirol Kompozit Liflerin Hazırlanması ve
Karakterizasyonu**

AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif, TANRISEVER, Taner 7

**Investigation of Hot Drawing on Chain Orientation Using Linear Low-Density
Polyethylene Fibers**

*SEYHAN, Aybeniz, GUNAYDIN, Beyza Nur, POLAT, Yusuf, KILIC, Ali, DEMİR, Ali, AVCI,
Huseyin* 10

**Synergistic effect of some nanosized additives/HALS combinations on the flame
retarded polypropylene**

YÜKSEL, Gamze, ÜREYEN, Mustafa Erdem 13

Düşük Erime Sıcaklığına Sahip UV Dayanımlı Ve Renkli Bikomponent İplik Üretimi

SAVCI, Deniz, KILINÇ, Kerim 17

Chapter / Session / Oturum 2

Nanofibers: Production and Applications 20

**Alternative methods for transferring capsules containing citronella oil to outdoor
upholstery fabrics**

SARIIŞIK, Merih, KAYA, Zerrin, ERKAN, Gökhan, KARTAL, Gülşah Ekin, ETKESER, Sadi
..... 21

Challenges in Preparation of Polymer-Clay Nanocomposite Fibers

HOJIYEV, Rustam, ULCAY, Yusuf 23

Electrospun Nanofiber Based Rotational Standard Fog Collector

ALAM, Mohammad Shohag, DEMİR, Ali 25

**PVDF Nanoliflerin Çözeltiden Üfleme Yöntemiyle Üretiminde Çözücülerin ve Hava
Basıncının Etkisi**

ÇALIŞIR, Mehmet Durmuş, KILIÇ, Ali, DEMİR, Ali 28

An Optimization Study on Centrifugal Spinning via Polyamide 6 Solution
GUNGOR, Melike, KILIC, Ali 31

Chapter / Session / Oturum 3

Fibers & Polymers: Medical Applications and Tissue Engineering 33

Fabrication of Antibacterial Orange Essential Oil–Loaded Gelatin Fibers

PARIN, Fatma Nur, YILDIRIM, Kenan, KAVÇAK, Özge, KALEMTAŞ, Ayşe, AYDIN, Gülsüm
..... 34

Çevre Dostu Bazı Doğal Boyarmaddelerin Ekstraksiyonu İle Pamuklu Kumaşlar Üzerine Bazı Haslık Değerlerinin İncelenmesi

TURŞUCULAR, Ömer Fırat, TEMESGEN, Alhayat Getu, ULCAY, Yusuf 39

Extraction and Characterization of the First Textile Palm Fiber and Reinforcement: PalmFil

ELSEIFY, Lobna A, MIDANI, Mohamad, HASSANIN, Ahmed, HAMOUDA, Tamer 43

Kemik Dokuda Kullanılan Akıllı Hidrojeller

ARMAN, Nazlı, ULCAY, Yusuf 45

Development of a Stratified Dermis on a Chip Platform for Drug Screening and Disease Modelling

KIZILKURTLU, Ahmet Akif, YEŞİLTAŞ, Gözde, ÖZTÜRK, Ayça Bal AKPEK, Ali 47

Chapter / Session / Oturum 4

Fibers & Polymers: Energy Applications and Polymers 50

Personalized and Adjustable Electronic Pressure Clothing via Unconventional Engineering Solution

TOPTAS, Ali, DEMİR, Ali 51

Deposition of Cu-BTC on Textile Fibers For Sensor Application

ÇAKICIOĞLU-ÖZKAN, Fehime, GÜNER, Cemal 55

Silver Nanoparticle Decorated Graphene/Chitosan Composite for Piezoresistive Pressure Sensors

SADAK, Omer, CHEN, Qiyuan, HE, Kaiyu, WANG, Qiang, GUNASEKARAN, Sundaram .. 58

Investigation of Electrical Resistivity and Electromagnetic Shielding Properties of Barium Titanate Coated Fabrics

CELEN, Rumeysa, MANASOĞLU, Gizem, ULCAY, Yusuf, KANIK, Mehmet 61

Süperkapasitörler için Grafen Esaslı Nanokompozit Hidrojel Geliştirilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi

DEMİR, Emre, ÜNSAL, Ömer Faruk, ALTIN, Yasin, BEDELOĞLU, Ayşe 63

Chapter / Session / Oturum 5

Composites and Nanocomposites 1 66

Karbon ve Cam Elyafı Polikarbonat Polimerinin Konvansiyonel ve Mikro Gözenekli Yöntemlerle Kalıplanması

YILMAZ, Galip 67

Effect of Carbon Fiber Content on Mechanical and Thermal Properties of Polyethylene Matrix Composites

AKGUL, Yasin, AHLATCI, Hayrettin, KILIC, Ali 69

Effect of Fiber Orientation on Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Plastics under Static and Dynamic Loading

POLAT, Yusuf, AKGUL, Yasin, IMDAT, Kadir, EKICI, Bulent, KILIC Ali 73

Potential Application of Bio Resin in Green Composite

TEMESGEN, Alhayat G, TURŞUCULAR, Ömer F, EREN, Recep, AYKUT, Yakup 75

Seramik Takviyeli Epoksi Kompozit Üretimi

PARIN, Fatma Nur, YILDIRIM, Kenan ve KALEMTAŞ, Ayşe 81

Characterization of Thermoplastic Polyurethane/ Polystyrene Composite Nanofibers: Improvement of surface area and porosity

ALTAY, Pelin, KARACA, Neslihan, ÖNEN, Ayşen, UÇAR, Nuray, BAYDOĞAN, Murat..... 86

Chapter / Session / Oturum 6

Composites and Nanocomposites 2 89

Insights Into Alginate-Acrylamide Tough Hydrogel Formation and Bonding

Nuruzzaman Noor 90

Food tray by using vacuum bagging technique

Sairizal, MISRI, Mohammad ASIM, Mohammad, JAWAID 91

Morphological, thermal properties of petiole date palm fibers and its dynamic mechanical properties as a reinforcement of polymer composites

ABDERRAZEK Merzoug, BACHIR Bouhamida, ZOUAOUI Sereir, ABDERRAZAK Bezazi, ZEKI Candan, Ali Kilic 93

Effect of Expandable Graphite And Graphene Additives on Thermal Conductivity of Polyamide-6 Composite

UYSAL, Nilperi, DURSUN, Selin, YÜKSEL, Gamze, SUBAŞI, Çağlar, SEYHAN, A. Tuğrul 99

Development of an image analysis based pore ratio measurement system for lightweight nonwovens
Fatih SÜVARİ 103

Chapter / Session / Oturum 7

Plastics & Rubber: Processing and Applications 105

Korneal Biyomalzemeler

KANMAZ, Dilayda 106

Havlu Kumaşların Tuşe ve Hidrofilite Özelliklerinin Geliştirilmesi

ELİBÜYÜK ARAS, Sultan, ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa, YILDIRIM, Fatma Filiz, TASAN KOPTUR, Perinur, AKKAYA, Halil 109

Örme Kumaşların Aşınma Dayanımının Görüntü İşleme Teknikleri İle İncelenmesi

TELLİ, Abdurrahman 112

Sürtünmeli Yüzeyle Sismik İzolatörler İçin Yeni Bir Kayıcı Yüzey Geliştirilmesi

ÇAVDAR, Esengül, ÖZDEMİR, Gökhan 116

Ergiyik Akışkanlığı Yüksek, Düşük Enjeksiyon Çevrim Süresine Sahip Poliamid Malzemelerin Geliştirilmesi

KAÇAROĞLU, Tuğçe 121

Hava Tekstüre Yöntemi ile Üretilmiş Melanj İpliklerin Renk Varyasyonlarının Dijital Olarak Oluşturulması

ER, Necati 123

7. ULPAS Symposium Program

 <p>www.uludag.edu.tr/ulpas</p> <p>25 - 26 Eylül 2020 September Bursa Teknik Üniversitesi</p> <p>ULUSLARARASI LİF VE POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU</p> <p>INTERNATIONAL FIBER AND POLYMER RESEARCH SYMPOSIUM</p> 	<p>25 September 2020 Friday</p> <p>OPENING SESSION: 09.30 – 10.00 Opening and Welcome Speeches Prof. Dr. Arif KARADEMİR, Bursa Teknik Üniversitesi Rektörü Prof. Dr. Yusuf ULCAI, Bursa Uludağ Üniversitesi</p> <p>OPENING PRESENTATION – KEYNOTE SPEECH Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU, Bursa Teknik Üniversitesi FIBER-BASED SMART MATERIALS</p> <p>On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız Click Here to Join the On-line Sessions</p>
<p>SESSION 1: 10.00 – 12.00 Fibers: Production, Processing and Functional Fibers Moderator: Kenan YILDIRIM, Attendant: Fatma Nur PARIN</p> <p>10:00 – 10:20 Asetat Lifinin Kısa Elyaf Eğirme Teknolojisi ile İplik Haline Getirilmesi ve Dokuma- Örmeye Kumaşlar İçin Yumuşak Tuşeli, Antipilling ve Antistatik Özellikte Multifonksiyonel İpliklerin Geliştirilmesi, BOZAN, Neslihan; IŞIK Fatih</p> <p>10:20 – 10:40 Fantezi İpliklerin Hav Yönünün İmge Gradyan Vektörleri İle Belirlenmesi, SÜLE, İhsan</p> <p>10:40 – 11:00 Polipropilen/Polipirol ve Polyester/Polipirol Kompozit Liflerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu, AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif; TANRISEVER, Taner</p> <p>11:00 – 11:20 Investigation of Hot Drawing on Chain Orientation Using Linear Low-Density Polyethylene Fibers, SEYHAN, Aybeniz; GUNAYDIN, Beyza Nur; POLAT, Yusuf; KILIC, Ali; DEMİR, Ali; AVCI, Huseyin</p> <p>11:20 – 11:40 Synergistic effect of some nanosized additives/HALS combinations on the flame retarded polypropylene, YÜKSEL, Gamze; ÜREYEN, Mustafa Erdem</p> <p>11:40 – 12:00 Düşük Erime Sıcaklığına Sahip UV Dayanımlı ve Renkli Bikomponent İplik Üretimi, SAVCI, Deniz; KILINÇ, Kerim</p>	
<p>12:00 – 14:00 LUNCH BREAK</p> <p>On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions</p>	
<p>SESSION 2: 14.00 – 16.00 Nanofibers: Production and Applications Moderator: Ahmad HASSANIN, Attendant: Recep İLHAN</p> <p>14:00 – 14:20 Alternative methods for transferring capsules containing citronella oil to outdoor upholstery fabrics, SARIİŞİK, Merih; KAYA, Zerrin; ERKAN, Gökhan; KARTAL, Gülşah Ekin; ETKESER, Sadi</p> <p>14:20 – 14:40 Challenges in Preparation of Polymer-Clay Nanocomposite Fibers, HOJIYEV, Rustam; ULCAI, Yusuf</p> <p>14:40 – 15:00 Electrospun Nanofiber Based Rotational Standard Fog Collector, ALAM, Mohammad Shohag; DEMİR, Ali</p> <p>15:00 – 15:20 PVDF Nanoliflerin Çözeltiden Üfleme Yöntemiyle Üretiminde Çözücülerin ve Hava Basıncının Etkisi, ÇALIŞIR, Mehmet Durmuş; KILIÇ, Ali; DEMİR, Ali</p> <p>15:20 – 15:40 An Optimization Study on Centrifugal Spinning via Polyamide 6 Solution, GUNGOR, Melike; KILIC, Ali</p>	
<p>16:00 – 16:30 COFFEE BREAK</p> <p>On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions</p>	

SESSION 3: 16.30 – 18.30

Fibers & Polymers: Medical Applications and Tissue Engineering

Moderator: Hüseyin AVCI, Attendant: Büşra ATEŞ

- 16:30 – 16:50** Fabrication of Antibacterial Orange Essential Oil–Loaded Gelatin Fibers, *PARIN, Fatma Nur; YILDIRIM, Kenan; KAVÇAK, Özge; KALEMTAŞ, Ayşe; AYDIN, Gülsüm*
- 16:50 – 17:10** Çevre Dostu Bazı Doğal Boyarmaddelerin Ekstraksiyonu İle Pamuklu Kumaşlar Üzerine Bazı Haslık Değerlerinin İncelenmesi, *TURŞUCULAR, Ömer Fırat; TEMESGEN, Alhayat Getu; ULÇAY, Yusuf*
- 17:10 – 17:30** Extraction and Characterization of the First Textile Palm Fiber and Reinforcement: PalmFil, *ELSEIFY, Lobna A; MIDANI, Mohamad; HASSANIN, Ahmed; HAMOUDA, Tamer*
- 17:30 – 17:50** Kemik Dokuda Kullanılan Akıllı Hidrojeller, *ARMAN, Nazlı; ULÇAY, Yusuf*
- 17:50 – 18:10** Development of a Stratified Dermis on a Chip Platform for Drug Screening and Disease Modelling, *KIZILKURLU, Ahmet Akif; YEŞİLTAŞ, Gözde; ÖZTÜRK, Ayça Bal; AKPEK, Ali*

18:30 – 19:00

COFFEE BREAK

[On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions](#)

SESSION 4: 19.00 – 21.00

Fibers & Polymers: Energy Applications and Wearables

Moderator: Ayşe BEDELOĞLU, Attendant: Yasin ALTIN

- 19:00 – 19:20** Personalized and Adjustable Electronic Pressure Clothing via Unconventional Engineering Solution, *TOPTAS, Ali; DEMİR, Ali*
- 19:20 – 19:40** Deposition of Cu-BTC on Textile Fibers For Sensor Application, *ÇAKICIOĞLU-ÖZKAN, Fehime; GÜNER, Cemal*
- 19:40 – 20:00** Silver Nanoparticle Decorated Graphene/Chitosan Composite for Piezoresistive Pressure Sensors, *SADAK, Omer; CHEN, Qiyuan; HE, Kaiyu; WANG, Qiang; GUNASEKARAN, Sundaram*
- 20:00 – 20:20** Investigation of Electrical Resistivity and Electromagnetic Shielding Properties of Barium Titanate Coated Fabrics, *CELEN, Rumeysa; MANASOĞLU, Gizem; ULÇAY, Yusuf; KANIK, Mehmet*
- 20:20 – 20:40** Süperkapasitörler için Grafen Esaslı Nanokompozit Hidrojel Geliştirilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi, *DEMİR, Emre; ÜNSAL, Ömer Faruk; ALTIN, Yasin; BEDELOĞLU, Ayşe*

[On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions](#)

26 September 2020 Saturday

SESSION 5: 10.00-12.00

Composites and Nanocomposites-1

Moderator: Mohammad JAWAID, Attendant: Ayten Nur YÜKSEL YILMAZ

- 10:00 – 10:20** Karbon ve Cam Elyafı Polikarbonat Polimerinin Konvansiyonel ve Mikro Gözenekli Yöntemlerle Kalıplanması, *YILMAZ, Galip*
- 10:20 – 10:40** Effect of Carbon Fiber Content on Mechanical and Thermal Properties of Polyethylene Matrix Composites, *AKGUL, Yasin; AHLATCI, Hayrettin; KILIC, Ali*
- 10:40 – 11:00** Effect of Fiber Orientation on Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Plastics under Static and Dynamic Loading, *POLAT, Yusuf; AKGUL, Yasin; IMDAT, Kadir; EKICI, Bulent; KILIC Ali*
- 11:00 – 11:20** Potential Application of Bio Resin in Green Composite, *TEMESGEN, Alhayat G; TURŞUCULAR, Ömer F; EREN, Recep; AYKUT, Yakup*
- 11:20 – 11:40** Seramik Takviyeli Epoksi Kompozit Üretimi, *PARIN, Fatma Nur; YILDIRIM, Kenan; KALEMTAŞ, Ayşe*
- 11:40 – 12:00** Characterization of Thermoplastic Polyurethane/ Polystyrene Composite Nanofibers: Improvement of surface area and porosity, *ALTAY, Pelin; KARACA, Neslihan; ÖNEN, Ayşen; UÇAR, Nuray; BAYDOĞAN, Murat*

12:00 – 14:00

LUNCH BREAK

[On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions](#)

SESSION 6: 14.00-16.00

Composites and Nanocomposites-2

Moderator: Yusuf ULCAY, Attendant: Fatma DEMIRCI

- 14:00 – 14:20** Insights Into Alginate-Acrylamide Tough Hydrogel Formation and Bonding, *Nuruzaman Noor*
- 14:20 – 14:40** Food tray by using vacuum bagging technique, *Sairizal, MISRI; Mohammad ASIM; Mohammad, JAWAID*
- 14:40 – 15:00** Morphological, thermal properties of petiole date palm fibers and its dynamic mechanical properties as a reinforcement of polymer composites, *Abderrazek MERZOUG; BACHIR Bouhamida; ZOUAOUI Sereir; ABDERREZAK Bezazi; ZEKI Candan; Ali Kilic*
- 15:00 – 15:20** Effect of Expandable Graphite And Graphene Additives on Thermal Conductivity of Polyamide-6 Composite, *UYSAL, Nilperi; DURSUN, Selin; YÜKSEL, Gamze; SUBAŞI, Çağlar; SEYHAN, A. Tuğrul*
- 15:20 – 15:40** Development of an image analysis based pore ratio measurement system for lightweight nonwovens, *Fatih SÜVARI*

16:00 – 16:30

COFFEE BREAK

[On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions](#)

SESSION 7: 16.30-18.30

Plastics & Rubber: Processing and Applications

Moderator: Mustafa Erdem ÜREYEN, Attendant: Ahmet AYDIN

- 16:30 – 16:50** Korneal Biyomalzemeler, *KANMAZ, Dilayda*
- 16:50 – 17:10** Havlu Kumaşların Tuşe ve Hidrofilite Özelliklerinin Geliştirilmesi , *ELİBÜYÜK ARAS, Sultan; ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa; YILDIRIM, Fatma Filiz; TASAN KOPTUR, Perinur; AKKAYA, Halil*
- 17:10 – 17:30** Örme Kumaşların Aşınma Dayanımının Görüntü İşleme Teknikleri İle İncelenmesi, *TELLİ, Abdurrahman*
- 17:30 – 17:50** Sürtünmeli Yüzeysel Sismik İzolatörler İçin Yeni Bir Kayıcı Yüzey Geliştirilmesi, *ÇAVDAR, Esengül; ÖZDEMİR, Gökhan*
- 17:50 – 18:10** Ergiyik Akışkanlığı Yüksek, Düşük Enjeksiyon Çevrim Süresine Sahip Poliamid Malzemelerin Geliştirilmesi, *KAÇAROĞLU, Tuğçe*
- 18:10 – 18:30** Hava Tekstüre Yöntemi ile Üretilmiş Melanj İpliklerin Renk Varyasyonlarının Dijital Olarak Oluşturulması, *ER, Necati*

END OF THE SYMPOSIUM

[On-line Oturumlara Erişmek için tıklayınız / Click Here to Join the On-line Sessions](#)

THANK YOU FOR PARTICIPATING.

Sempozyum internet sayfası / Symposium web page

<http://www.uludag.edu.tr/ulpas>



FIBER &
POLYMER
RESEARCH INSTITUTE

CHAPTER / SESSION / OTURUM



Fibers: **Production, processing and functional fibers**

Moderator: Kenan Yıldırım
Session Attendant: Fatma Nur Parın

Asetat Lifinin Kısa Elyaf Eğirme Teknolojisi ile İplik Haline Getirilmesi ve Dokuma-Örme Kumaşlar İçin Yumuşak Tuşeli, Antipilling ve Antistatik Özellikte Multifonksiyonel İpliklerin Geliştirilmesi

Bozan Neslihan¹, Işık Fatih²

Karacasu Tekstil Ar-Ge Departmanı, Kahramanmaraş ,Türkiye

¹ORCID ID: 0000-0002-8987-6361

²ORCID ID: 0000-0001-9980-8234

nes@karacasutekstil.com.tr

AMAÇLAR

Çalışma kapsamında, pürüzsüz ve ipeğe yakın bir görünüm ve yumuşak tutuma sahip, çabuk kuruyan ve antistatik olan asetat lifinin üstün özelliklerinin, dünyada bir ilk olarak kısa lif teknolojisiyle tekstil sektörüne kazandırılması hedeflenmektedir.

1.GİRİŞ

Bir tekstil yüzeyinin en uygun özelliklerde olmasında, lif özellikleri ve iplik yapısı önemli rol oynar. İstenen fiziksel ve kimyasal özelliklerin tamamını ihtiva eden bir lif mevcut değildir. Tekstil biliminin sanatı, özel olarak tasarladığınız ürün için mükemmel olan kumaşı oluşturmak için elyafı, iplikleri ve dokuma veya örgü tekniklerini karıştırmaktır.¹ Farklı hammaddelerle karışım; liflerin avantajlı özelliklerini bir araya getirmek ve bir diğerinin istenmeyen özelliklerini en aza indirmektedir.

Asetat ipeği odun ve pamuk liflerden elde edilen selüloz hammaddesinin asitlendirilerek, asetil selülozun çözündürülmesi ve çözeltinin püskürtülmesi ile elde edilen ve suni ipek olarak da anılan bu hammadde günümüzde tekstil sektöründe moda ve tasarımcıların gözde elyafı haline gelmiştir.² Asetat lifi pürüzsüz ve ipeğe yakın bir görünüme sahiptir. Bu sebeple çok yumuşak bir tutumu vardır. Nem tutumu oldukça düşük olduğundan çabuk kurur. Küfe, güvelere ve böceklere karşı oldukça dayanıklıdır. Statik elektriklenme derecesi düşüktür. Pilling özelliği olmadığından boncuklanmaz.³ Pamuk boyarmaddeleri ile 80-90 C de boyanan ve çabuk kurumasından dolayı düşük derecelerde kurutma prosesi içeren asetatın boyama maliyeti de oldukça düşüktür.⁴ Bu özellikleri tekstil sektörü için dikkat çekicidir.

Ancak asetat lifinin elyaf mukavemetinin 1,5-2 gr/denye olması sadece filament/ tekstürize iplik olarak üretilmesine imkan vermektedir. Bu ipliklerin ise tekstil dış giyiminde kullanılması büküm olmadığından giysilerin hızlı bir şekilde deformasyona uğramasına sebep olmakta bu

durumda tekstilde kullanım alanı bulmasını zorlaştırmaktadır. Genellikle dış giyim ve iç giyimde takviye veya alt iplik olarak kullanılmaktadır. Özellikle dokumada atkı ipliği, örmede ise 3 iplikli kumaşlarda 2. veya 3. iplik olarak kullanılmaktadır. Ayrıca astar imalatında da polyesterden sonra tercih edilmektedir. Kısa asetat lifleri sargı bezi, ıslak mendil gibi dokusuz yüzeyli ürünlerin üretilmesinde de kullanılabilir.⁵

Çalışma ile birlikte asetat lifinin kısa lif iplikçiliği eğirme teknolojisi ile üretilmesi sağlanarak, bu yöntemle filamet iplik üretiminin ipliğe getirdiği dezavantajlar ortadan kaldırılmış, ülkemiz ve dünya için yenilikçi bir iplik çeşidi ortaya çıkarılmış olacaktır. Modal lifi ile %50 oranında asetat lifi karıştırılarak, kısa elyaf teknolojisi kullanılmak kaydıyla dokuma ve örme sektörünün ürün yelpaze çeşitliliğini doğal ve rejenere selülozik liflerle artırmak hedeflenmiştir. Bu sayede küresel kaygıların arttığı günümüz teknolojisine, rejenere selülozik bir lifin kazandırılması ile petrol türevi sentetik liflerin kullanımını azalacak , kişi başına düşen lif miktarı artacak ve katma değeri ve ihracat potansiyeli yüksek sürdürülebilir ürünlerle ülkemiz ekonomisine katkıda bulunulmuş olacaktır.

DENEYSEL

Malzeme

İplik özelliklerini etkileyen en önemli faktörlerden biri kullanılan hammaddenin özellikleridir. Çalışmada asetat lifi ile modal lifleri karıştırılarak kullanılmıştır. Asetat ve modal liflerinin inceliği 1,33 dtex, elyaf uzunluğu 38 mm'dir.

Yöntem

Bu çalışmada yukarıda teknik özellikleri verilen modal ile asetat lifinden, ring eğirme hattında Ne 30/1 asetat/modal %50/50 üretilerek iplik performans testleri yapılmıştır. Bu ipliklerden suprem yuvarlak örme kumaş örülerek kumaş performans testleri yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Asetat /modal karışımı Rieter harman-hallaç işlemlerine tabi tutulduktan sonra, Rieter C-70 tarak makinesinde tarama işlemi görmüştür. Akabinde Rieter cer makinelerinde şeritlerin lif uçlarındaki kancalar açılarak, homojen bir yapı kazandırılmıştır. Sonrasında ise, Zinser Z670 fitil makinesinde üretilen fitiller, 45 mm bilezik çaplı Toyota Kompakt Ring makinesinde Ne 30/1 inceliğinde eğirilerek bobinlenen iplikler %50-55 °C sıcaklık, ortalama 30-35 dakika süre ile basınç altında fikselenmiştir. Bobinlenen Ne 30/1 asetat/modal %50/50 ipliğin mukavemet değerleri “TS 245 EN ISO 2062” standardı ile Uster Tensojet-4, iplik düzgünlük ve hata testleri değerleri ise “TS 628” standardı kullanılarak Uster Tester-6 cihazında ölçülmüştür. Asetat/modal ipliğin düzgünlük ve iplik hata değeri CV% 11,34, mukavemeti ise 18,87 Rkm, olarak ölçülmüştür (Tablo1).

Tablo 1.30/1 Ne Asetat/Modal %50/50 Düzgünlük-İplik Hataları ve Mukavemet Değerleri

İPLİK NE	30/1
%CVm	11,34
-50%	0
50%	20
200% NEPS	56
Hairness	6,09
Rkm (kgf.Ne)	18,87
%CV Rkm	8,88
Min.RKm	9,6
% Uzama	9
B.Work (N.cm)	10,24

Bu ipliklerden örülen suprem yuvarlak örme kumaşa yapılan testlerde martindale cihazında 5000 devirde tüylenmenin olmadığı , nem iletim testinde ön yüz OMMC 0,5004; arka yüz OMMC 0,0646 değerleri nem tutumunun düşük olduğu ve iletkenlik seviyesinin 3.868×10^{-5} (S/cm) değeri ile statik elektriklenme derecesinin düşük olduğu görülmüştür.(Tablo 2).

Tablo 2: 30/1 Ne Asetat/Modal %50/50 Örme Kumaş Performans Test Sonuçları

Deneş Adı	Deneş Sonucu
Boncuklanma (EN ISO 12945-2)	5000 devir 4/5
Nem İletimi(MMT) (AATCC 195)	Ön yüz OMMC değeri 0,5004; Arka yüz OMMC değeri 0,0646
Statik Elektriklenme Tayini (TS9499)	İletkenlik Seviyesi 3.868×10^{-5} (S/cm) Direnç 25,856 Mohm []

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada elde edilen iplik kompozisyonunda kullanılan asetatin düşük lif mukavemetine rağmen, ölçülen mukavemet, uzama ve B-Work değerleri örme ve hatta dokuma tezgah performansları için problem olmayacağını göstermiştir. Boncuklanma testinde 5000 devirde 4/5 bandında olması boncuklanma probleminin olmayacağını göstermektedir. Nem iletimi ve statik elektriklenme testlerinde elde edilen değerin düşük olması bu lifin kullanılacağı sektörlerde termal konfor şartlarının sağlanacağı görülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmanın, düşük lif mukavemetine sahip olan asetatin kısa elyaf teknolojisiyle eğrilebilme zorluğunun aşılmasıyla literatürün önünü açacağı öngörülmektedir. Böylece, sürdürülebilir rejenere selülozik bir lif olan asetat tekstil sektörüne kazandırılmış olacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışmamızda her türlü desteği sağlayan Karacasu Tekstil Yönetim Kurulu Başkanımız Mehmet Arifioğlu Bey'e sonsuz teşekkürlerimizi sunarız. Üstün fiziksel özelliklere sahip olan asetatin %100 olarak iplik yapılabilirliği ile ilgili Ar&ge çalışmalarımız devam etmektedir.

KAYNAKLAR

1.“What are textiles and fibers?”. Virtue + vice Blog. <https://shopvirtueandvice.com/blogs/news/textiles-101-what-are-textile-fibers>

Son erişim tarihi:13 Ağustos 2020

2.“Tekstil Kimyası” . Avesis.yildiz.edu.tr > resume downloadfile ismail . <https://avesis.yildiz.edu.tr/ismail/dokumanlar>

Son erişim tarihi:14 Şubat 2020

3. Pocienė R. , Žemaitaitienė R. , Vitkauskas A., 2004, Mechanical Properties and a Physical-Chemical Analysis of Acetate Yarns ISSN 1392–1320 Materials Science (Medziagotyra). Vol. 10, No. 1.

4. “Asetat ve Triasetat Liflerinin Boyanması”. <http://www.tekstildershanesi.com.tr/bilgi-deposu/asetat-ve-triasetat-liflerinin-boyanmasi.html>

Son erişim tarihi:13 Ağustos 2020

5. L. Rachel C., 2004, Applications of cellulose acetate, Macromol. Symp., 208,255-265

FANTEZİ İPLİKLERİN HAV YÖNÜNÜN İMGE GRADYAN VEKTÖRLERİ İLE BELİRLENMESİ

SÜLE, İhsan*¹

¹Bartın Üniversitesi

ihsan.sule@gmail.com

AMAÇLAR

Hav yönüne ait fiberlerin oryantasyon açısı, bu ipliklerle dokunan kumaşların görsel kusursuzluğunu belirleyen üretim parametrelerindedir. Şönül hav yönü oryantasyon açısının hav fiberlerine ait gradyan vektörlerinin genlik ve açı parametreleriyle belirlenmesi tartışılmıştır.

GİRİŞ

Şönül ipliği, geleneksel ring ipliği üretim tekniği ile en az iki adet kilit ipliği birbirine sarılırken bu ipliklerin bükümleri arasında bıçak mekanizması tarafından belirli uzunlukta kesilen hav ipliklerinin makine otomasyonu ile yerleştirilmesi prensibiyle üretilmektedir¹. İpliğe farklı görünüm ve yapı veren hav iplikleri diğer katlı ipliklerden farklı olarak şönülün yumuşak bir yapıda olmasını sağlamaktadır^{2,3}. Doğru oryantasyon açısında şönülün merkezinden dışarıya doğru uzanan hav lifleri, şönül ile üretilen kumaşların yüzeyinin yumuşaklığını sağlarken kumaş dokusunun ışık yansıtma özelliği açısından kusursuzluğunu sağlamaktadır^{2,3}.

Şönülün hav yönü, kilit ipliklerinin bükümü arasında periyodik olarak yerleştirilen hav ipliklerinin doğrultusu ve oryantasyon açısı tarafından belirlenen bir üretim özelliğidir. Bu nedenle, kumaşlarda yansıma etkisi olarak adlandırılan ışık yansıtma özelliğinin homojenliği için üretimde ve bitim işlemleri sırasında hav yönünün kontrol edilmesi hatasız kumaş üretimi için gerekli kalite kontrol aşamaları arasındadır. Örneğin hav yönünün orijinal üretim yönünde olması için üretim makinesi çıkışındaki ring büküm mekanizmasında bobinlere sarılan iplik ardından tersi yönde tekrar sarım işlemine alınarak üretimdeki özel hav yönünün korunması gerekmektedir. Hav yönünün stabil kalması için ipliğe bitim işlemlerinden olan vakumlu buharlama uygulanabilmektedir³.

Hatalı hav yönüne sahip şönül ile dokunan kumaşlarda, gölgeler ve çizgiler şeklinde görülen yansıma ve iz hataları meydana gelmektedir^{1,3,4}. Kumaş üretimi öncesinde şönülün hav yönü kontrolü günümüzde genellikle operatör tarafından görsel muayene ile gerçekleştirilmektedir. Kontrol, kumaş üretiminden sonra gerçekleştirilecekse, hav yönü değişiminin kumaş yüzeyindeki görselliği bozup bozmadığı operatör tarafından incelenmektedir. Ancak, hareketli bantlar üzerinde dakikada 10-200 m/dak hızla akan 1-3 m

genişliğindeki kumaşlardaki birçok hata incelemenin güçlüğü nedeniyle en fazla %60-70 doğrulukla belirlenebilmektedir⁵. Bu nedenle, iş gücü ve hammadde kaybının önlenmesi açısından kumaşın üretimi öncesinde hav fiberleri yönünün standartlaşmış bir muayene yöntemiyle belirlenebilmesi önem taşımaktadır.

Tekstil teknolojisinde günümüze kadar ele alınmamış olan hav yönünün otomatik belirlenmesine yönelik bilgisayarla görü metoduna dayalı bir çalışma daha önce ele alınmıştı⁴. Bu çalışmada ise, öncelikle imge işleme algoritmalarıyla hav liflerinin gradyanları güçlendirilerek ardından bireysel hav fiberlerinin oryantasyon açıları elde edilmiştir. İplik imgesine ait bireysel hav fiberlerinin piksellerinin eşik değeri olarak belirlenen genlik seviyesini aşan gradyanlarının uzunlukları ve oryantasyon açıları imge işleme algoritmalarına dayanan gradyan temelli eşikleme prensibi kullanılarak belirlenmiştir. Ardından ağırlıklı hav oryantasyon açılarının ve bunların histogram dağılımının elde edilmesi hav fiberlerinin bireysel oryantasyon açısı dağılımının ve iplikteki yaygın hav yönünün belirlenmesini sağlamıştır. Bilgisayarla görme temeline dayanan iplik yüzeyi boyunca bireysel hav fiberlerinin baskın oryantasyon açısına katılım miktarının otomatik olarak belirlenmesini öneren metot, şönül bileşenlerinden olan hav iplikleri fiberlerinin ışık yansıtma ve dokusal görünüm açısından hatasız kumaş üretimine uygunluğunun belirlenmesini sağlamıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmada, büküm seviyeleri 650 devir/m ila 1100 devir/m aralığında değişen polyester, akrilik, yün, viskon ve pamuk malzemesi ile tek katlı olarak eğrilen kilit ipliklerine sahip şönül ipliği numuneleri kullanılmıştır.

Yöntem

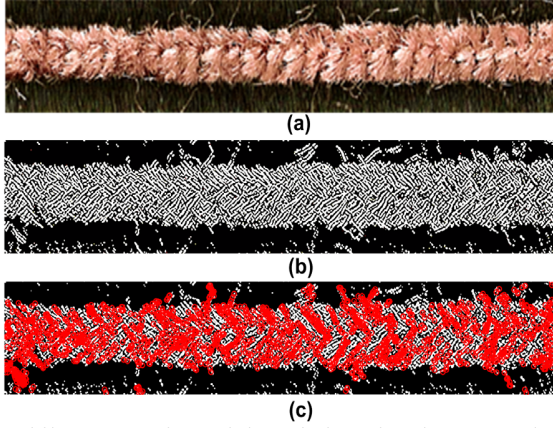
Önden aydınlatılan iplik örneklerinin CCD kamera imgeleri elde edilmiştir. Özdeş boyuttaki imgelere imge işleme algoritmaları uygulanarak Matlab programı ile hav iplikleri liflerinin oryantasyon açıları elde edilmiştir.

1. SÜLE, İhsan (ORCID ID 0000-0002-3545-5975)

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Çözünürlüğü 700 piksel/mm olan imgelere sırasıyla kontrast germe, Gaussian filtreleme, Laplasyen filtreleme ve ağırlıklı ortalama filtreleme algoritmaları uygulanarak hav fiberleri ön plana çıkarılmıştır. Ardından imgeye bir kenar belirleme algoritması olan Sobel operatörü⁶ uygulanarak gradyan haritası elde edilmiştir.

Şekil 1.a'da hav yönü orijinal üretim için planlanan yönde düzenlenmiş bir şönil imgesi, Şekil 2.b'de bu imgenin Sobel gradyanları verilmiştir. Şekil 3.c'de normalize genliği 0.3 eşik seviyesini aşan Sobel gradyanlarına ait pikseller ve gradyan doğrultusu boyunca bu koşulu sağlayan piksellere ait iki uçlu gradyan segmentleri gösterilmiştir.

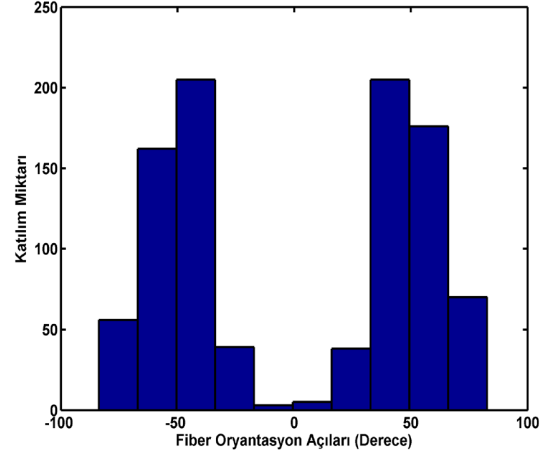


Şekil 1.a. CCD imgesi, b. Sobel gradyanları, c. gradyan segmentleri.

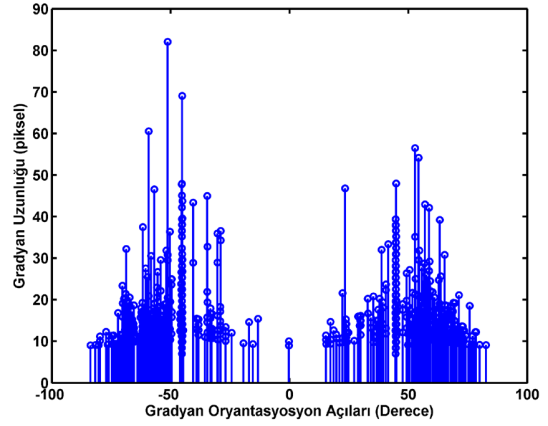
Şekil 2.'de gradyanları belirtilen koşulu sağlayan hav liflerinin oryantasyon açılarının dağılımına ait histogram grafiği verilmiştir. İmgenin üst ve alt bölgesindeki 41.023° ve -42.156° baskın oryantasyon açılarının simetrikliği ve aldığı değerler, numunenin hav yönünün hatasız kumaş üretimine uygun olduğunu ve üretimdeki orijinal hav yönünün korunduğunu göstermektedir.

GENEL SONUÇLAR

Gradyan vektörleri, hav yönü oryantasyon açısının değişiminin izlenebilmesini ve baskın oryantasyon açısına katılım oranının belirlenmesi ise hav yönünün hatasız kumaş üretimine uygunluğunun kontrolünü sağlamaktadır. Üretim sonrası aktarım işleminde ve vakumlu buharlama işleminde orijinal hav yönünün korunup korunmadığı hav lifi gradyanlarının açı ve uzunluklarının baskın hav yönüne katılım miktarını gösteren histogram eğrisinden izlenebilmektedir. Şekil 3 hav liflerine ait gradyan segmentlerin uzunluğuna karşılık gelen oryantasyon açılarını göstermektedir.



Şekil 2. Gradyanların oryantasyon açısı histogramı.



Şekil 3. Gradyan segmentlerin açıları ve uzunlukları.

KAYNAKLAR

1. Gong, R.H. and Wright, R.M, 2002, "Fancy Yarns: Their Manufacture and Application," Cambridge: Woodhead Publishing.
2. Özdemir, Ö, and Çeven, E.K., 2004. "Influence of Chenille yarn manufacturing parameters on yarn and upholstery fabric abrasion resistance," Textile Research Journal, 74 (6).
3. Çeven, E.K, "An investigation into the parameters affecting chenille yarn properties," 2007, University of Uludag, Engineering and Architecture Faculty, Ph.D. Thesis, Bursa, Turkey.
4. Süle, İ., Süle, C., "Investigation of the production properties of fancy yarns using image processing method," In Proc. IEEE 23rd Signal Processing and Communications Applications Conference (SIU), 2015, May, pp. 2310-2313.
5. Cho, C.S., Chung, B.M., and Park, M.J, 2005. "Development of real-time vision-based fabric

inspection system,” IEEE Transactions on Industrial Electronics, 52 (4), pp.1073-1079, 2005.

6. Fan, P., Zhou, R. G., Hu, W., & Jing, N., 2019, “Quantum image edge extraction based on classical Sobel operator for NEQR”, Quantum Information Processing, 18(1), 24.

Polipropilen/Polipirol ve Polyester/Polipirol Kompozit Liflerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif*¹, TANRISEVER, Taner*²
¹İşbir Sentetik Dokuma Sanayi A.Ş., ²Balıkesir Üniversitesi
elifkiymaz@isbirsentetik.com

AMAÇLAR

En iyi iletkenliği sağlayacak ve çekme gerilimi sonrası iletkenliği fazla değişmeyecek kompozit liflerin sentezlenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Son zamanlarda iletken polimerler, özellikle polipirol (PPy), mükemmel termal kararlılıkları, iyi elektriksel iletkenlikleri, nispi kolaylıkları ve çevresel kararlılıkları nedeniyle birçok ticari uygulama için ivme kazanmaktadır¹. PPy; elektronik cihazlar, sensörler, piller, mikroaktivatörler, biyomedikal ve antielektrostatik kaplamalar ve **iletken tekstil** gibi birçok potansiyel uygulamada aktif olarak kullanılmaktadır². İletken kompozit lif veya dokuma hazırlamak için kullanılan kimyasal ve elektrokimyasal yöntemlere ait çalışmalara bakıldığında, bu tür lif ve dokumaları hazırlamak için birçok araştırmacı kimyasal yükseltgen polimerizasyon üzerinde yoğunlaşmıştır³. Xin Jin çalışmasında⁴ ultra yüksek molekül ağırlıklı polietilen (UHMWPE) lif ve polimer matrisi arasındaki yapışmayı geliştirmek için pirol, UHMWPE lif yüzeyi üzerinde kimyasal oksidatif yöntem ile polimerleştirilmiştir. UHMWPE fiberleri öncelikle FeCl₃.6H₂O sulu çözeltisine daldırılmış sonrasında pirol ile muamele edilmiştir. PPy kaplanmış UHMWPE lif morfolojik yöntemler kullanılarak karakterize edilmiştir. Sunulan çalışmada; kendiliğinden iletken olan PPy, PP ve PET lif yüzeyinde kimyasal oksidatif yöntemle sentezlenmiştir. Çalışma iki bölümden oluşmaktadır. Çalışmanın birinci bölümünde; yukarıda bahsedilen benzer çalışmalarda olduğu gibi lifler önce FeCl₃.6H₂O çözeltisi ile muamele edilmiş sonrasında pirol ile muamele edilerek polimerizasyon gerçekleştirilmiş ve oda sıcaklığında kurutulmaya bırakılmıştır. Kullanılan bu yöntem bu çalışmada 1.Yöntem olarak isimlendirilmiştir. Kaplanmış liflere direnç ölçümü, mukavemet testi ve mukavemet testi sonrası direnç ölçümü uygulanmıştır. Çalışmanın ikinci bölümünde; lifler önce pirol ile muamele edilmiş sonrasında FeCl₃.6H₂O çözeltisi ile muamele edilerek polimerizasyon gerçekleştirilmiş ve oda sıcaklığında kurutulmaya bırakılmıştır. Kullanılan bu yöntem bu çalışmada 2.Yöntem olarak isimlendirilmiştir. Kaplanmış liflere direnç ölçümü, mukavemet testi ve mukavemet testi sonrası direnç ölçümü uygulanmıştır. Ayrıca 2. Yöntem’de PPy iletkenliği üzerine sıcaklık ve süre etkisi araştırılmıştır.

1. AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif (0000-0002-2059-3937)
2. TANRISEVER, Taner (0000-0002-5725-236X)

DENEYSEL

Malzeme

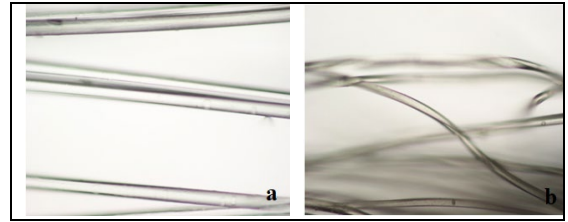
Merck pirol, merck FeCl₃.6H₂O, merck CH₃OH, ekoloji 100 plus marka saf su, 610 denye, bükümsüz koronasız polipiropilen lif (PP), 300 denye, bükümsüz koronasız Polyester lif (PET).

Lifler İşbir Sentetik Dokuma Sanayi A.Ş. tarafından temin edilmiştir.

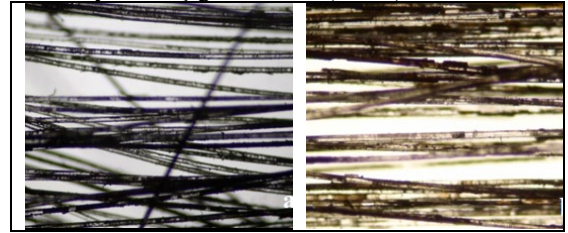
Yöntem

Polimerizasyon 2 farklı yöntem kullanılarak, 0-5°C ve oda sıcaklığında (25°C), Fe+3 konsantrasyonu 0,0016-2,0 M ve pirol konsantrasyonunun 0,0625-4,0 M olduğu, 20 dakika - 6 günlük geniş aralıklarda gerçekleştirilmiştir.

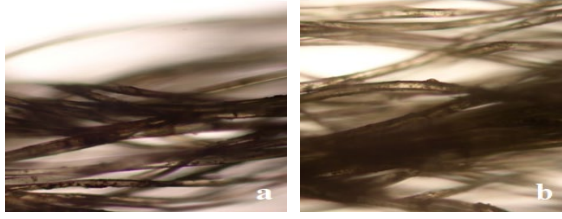
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA



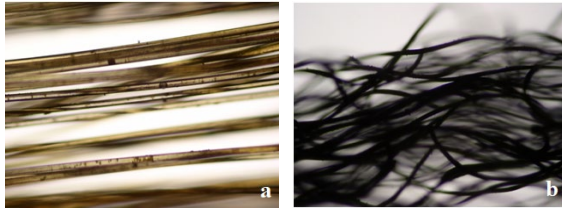
Şekil 1. İşlem görmemiş liflerin ışık mikroskobu ile x200 büyütülmüş görüntüleri a) PP b)PET



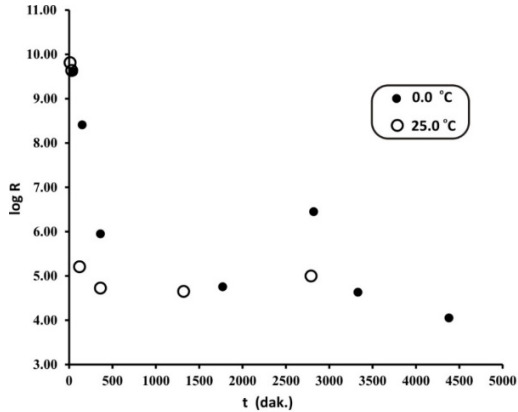
Şekil 2. a) PPY1Ç1 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x100 büyütülmüş görüntüsü. b)PPY1Ç2 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x100 büyütülmüş görüntüsü.



Şekil 3. a) PETY1Ç4 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x200 büyütülmüş görüntüsü. b) PETY1Ç5 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x200 büyütülmüş görüntüsü.



Şekil 4. a) PPY2Ç7 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x100 büyütülmüş görüntüsü. b) PETY2Ç8 kodlu çalışmaya ait lifin ışık mikroskobu ile x100 büyütülmüş görüntüsü.



Şekil 5. PETY2Ç9 (0 °C) ve PETY2Ç10 (0 °C) ve PETY2Ç11 (25 °C) kodlu çalışmaların birleştirilmiş grafiği.

GENEL SONUÇLAR

1.Yöntem; hem PP lif/PPy hem de PET lif/PPy kompozit lif elde etmede homojen kaplama ve tekrarlanabilir sonuçlar vermemiştir. 1. Yöntemde, FeCl₃ polimer liflerin içine diffüzenemeyeceğinden polimerizasyon yüzeyde tutulan FeCl₃ ile gerçekleşmiştir. Genel olarak; 1.Yöntemde PPy'nin, sadece PP ve PET liflerin yüzeyine fiziksel olarak tutunduğu düşünülmektedir. Çünkü 1.Yöntemle elde edilen liflere elle dokunulduğunda üzerinde toz toz dökülmeler gözlenmiş, yıkama sonucuna ise lif

1. AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif (0000-0002-2059-3937)
2. TANRISEVER, Taner (0000-0002-5725-236X)

yüzeyleri çıplak hale gelmiştir. 2.Yöntem PET lif için homojen kaplama ve yüksek iletkenlik sonuçları vermiştir. PP lif 2.Yöntem 1. Yöntem kadar bile başarılı olmamıştır. Dolayısıyla, 2.Yöntemle PET lif ile elde sonuçlar dikkate alındığında, PP/PPy kompozit lif elde etmek için PP lif yüzeyi yüzey modifikasyon yöntemleri ile aktive edilmeli sonucuna ulaşılmıştır. 2.Yöntem'de polimerizasyonun tamamlanabilmesi için 1. Yönteme göre çok daha uzun reaksiyon zamanlarına ihtiyaç olduğu görülmüştür. Bu da polimerizasyonun yalnızca yüzeyde değil kısmen polimer lifin iç kısmında gerçekleştiğinin kanıtıdır. 2.Yöntem ile elde edilen iletken PET lifleri mekanik test sonrasında bile iletkenlik değerlerinde anlamlı bir değişme olmaması, PET-PPy etkileşiminin iyi olduğunun ve PPy'nin yalnızca yüzeyde bir kaplama şeklinde bulunmadığının kanıtıdır. Literatürdeki çözelti fazında ve homojen sistemlerde gerçekleştirilen pirol polimerizasyonu sırasında ortam sıcaklığının 0-5°C olmasının elde edilen iletken polimerin iletkenliği açısından önemli bir faktör olarak gösterilmesine karşın, heterojen fazda gerçekleştirilen çalışmalarımızda bu sıcaklığın önemli olmadığı oda sıcaklığında da benzer sonuçların elde edilebileceği, PETY2Ç9 ve PETY2Ç10 ve PETY2Ç11 kodlu çalışmalardan görülmüştür(Şekil 5). PETY2Ç11 kodlu çalışma sonucu elde edilen verilerden, 1.0 M pirol konsantrasyonunda çalışma ile daha yüksek konsantrasyonlarda pirol ile çalışma arasında anlamlı bir fark olmadığı görülmüştür. Yeterince yüksek iletkenlik elde etmek için çalışmadaki diğer reaksiyon şartları aynı kalmak koşulu ile 1.0 M pirol konsantrasyonunun yeterli olduğu bulunmuştur. Bu sonuç; lif/PPy iletken lif üretimi süreci sanayiye aktarıldığında, ekonomik üretim açısından önemli bir bulgu olacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma boyunca maddi manevi desteğini esirgemeyen İşbir Sentetik Dokuma Sanayi A.Ş yöneticilerime teşekkür ederim.

Bu çalışma Balıkesir Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP) tarafından 2018/182 [D25] nolu proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

Yussuf, A., Al-Saleh, M., Al-Enezi, S., & Abraham, G. (2018). "Synthesis and characterization of conductive polypyrrole: The influence of the oxidants and monomer on the electrical, thermal,

and morphological properties”, International Journal of Polymer Science, 2018, 1-8.

Guerchouche, K., Herth, E., Calvet, L. E., Roland, N., & Loyez, C. (2017). “Conductive polymer based antenna for wireless green sensors applications”, Microelectronic Engineering, 182, 46-52

Aydın, Z. (2007).İletken poli(etilenteraftalat) /polipirol kompozit liflerinin kimyasal polimerizasyonla hazırlanması ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Ankara.

Xin Jin, W. W. (2011). “The effect of polypyrrole coating on the adhesion and structure properties of UHMWPE fiber”, Synthetic Metals.

1. AŞCI KIYMAZ, Nahide Elif (0000-0002-2059-3937)
2. TANRISEVER, Taner (0000-0002-5725-236X)

Investigation of Hot Drawing on Chain Orientation Using Linear Low-Density Polyethylene Fibers

SEYHAN, Aybeniz¹, GUNAYDIN, Beyza Nur¹, POLAT, Yusuf^{1,2}, KILIC, Ali^{1,3}, DEMIR, Ali^{1,3}, AVCI, Huseyin^{4,5}

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

²Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Marmara Uni., Istanbul, Turkey

³Textile Engineering, Textile Tech. and Design Faculty, Istanbul Tech. Uni., Istanbul, Turkey

⁴Metallurgical and Materials Engineering, Engineering - Architecture Faculty, Eskisehir Osmangazi Uni., Eskisehir, Turkey

⁵AvciBio Research Group, Eskisehir Osmangazi University, Eskisehir, Turkey www.avcibio.com
havci@ogu.edu.tr

PURPOSE

In this study, polymeric fibers were subjected to a slow-paced hot drawing process to investigate the morphology and mechanical performance. The samples were fabricated by using linear low-density polyethylene (LLDPE) by a modified melt spinning line prior to the drawing process.

INTRODUCTION

Melt spinning is a simple yet highly efficient production technique for fibers of semi-crystalline polymers. However, this traditional approach fails to reveal the full potential of the processed materials for end-use. Polyethylene (PE) is a widely used semi-crystalline polymer especially for commodity products with the exception of ultra-high molecular weight polyethylene which is benefited as high-strength fibers. Due to the involvement of rapid crystallization during high speed extrusion, conventional PE is being overlooked for performance applications through such production methods². In order to overcome this drawback, internal structure of PE fibers needs to be further manipulated. The process of slow-paced hot drawing is a promising method for fabrication of oriented high modulus fibers through modification of internal crystalline microstructures⁸. High strength gel spun performance fibers usually have rather high drawing ratios ranging between 20-150⁸, whereas some studies remark the effectiveness of smaller rates with repeated cycles of drawing⁷. A complimentary step of drawing conducted in the range of crystal relaxation temperature shows potential to organize chains into optimum alignment.

EXPERIMENTAL

Material

The ASPUN™ 6000 linear low-density polyethylene (LLDPE) MFI, 19 and density, 0.935 g/cm³ was provided by Dow Chemical Company.

Method

Monofilament LLDPE fibers were fabricated via a temperature sensitive alternative melt spinning line with 0.6 mm spinneret diameter at 400 m/min take-up speed. They were categorized as PE-50 and PE-95 according to their temperature conditions. Fiber samples were subjected to a homemade custom designed hot drawing device through a semi-closed tunnel of 30 cm with drawing speed of 55 mm/min at 90 °C. Drawn samples were described as DPE-50 and DPE-95. Then the samples were coated with a thin layer (1–3 nm) of Au/Pd, and they were examined with Tescan VEGA 3 scanning electron microscope (SEM).

Tensile testing was conducted on randomly selected 10 samples after conditioning them under the room temperature for 24 hours. An optical microscope (Nikon Eclipse 50i) was used to determine the average diameter. Tensile testing was done by an Instron® 4411 Universal Tensile Tester with a 50 N load cell. Gauge length was fixed to be 25.4 mm, and, a constant speed of 15 mm/min was applied to fiber samples. Fiber birefringence values were obtained by means of an Olympus BX60 polarizing microscope with an immersion oil (Merck) with the refractive index of 1.515-1.517.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Fiber samples produced at take-up speed of 400 m/min were categorized as PE-50 and PE-95 according to their temperature conditions. Hot drawn samples of these fibers were described as DPE-50 and DPE-95. All fiber samples were imaged with optical microscopy (Fig. 1). Hot drawing with a ratio of 3 drastically reduced fiber diameter of PE-50 from 86 μm to 30 μm (DPE-50). A similar drop with about 57% was observed between PE-95 and DPE-95 due to

1. SEYHAN, Aybeniz (0000-0003-2383-019X)
2. GUNAYDIN, Beyza Nur (0000-0002-4184-4846)
3. POLAT, Yusuf (0000-0002-4807-7002)
4. KILIC, Ali (0000-0001-5915-8732)
5. DEMIR, Ali (0000-0001-8898-9412)
6. AVCI, Huseyin (0000-0002-2475-1963)

increased internal orientation during the drawing of macromolecular chains (Fig. 1d). The vertical bands observed along the fiber axis in Fig. 1b resemble the precursor formation observed in amorphous regions¹.

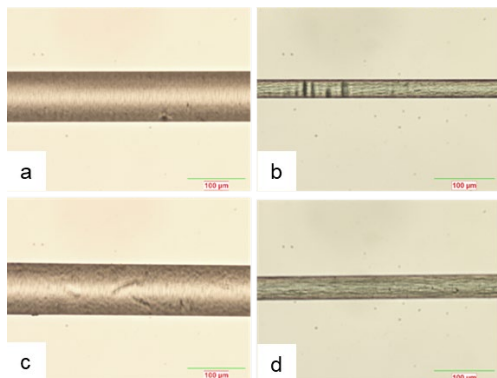


Figure 1. Microscope images of undrawn (a) PE-50 and (c) PE-95⁵, and drawn (b) DPE-50 and (d) DPE-95 fiber samples observed in optical microscope.

A decisive characteristic for the fiber tensile properties is a well-arranged morphology. In order to examine without any damage of the cross-sectional properties, fiber samples were immersed in the liquid nitrogen (having a temperature around -197 °C). Fractures revealed fibrillar internal structure for all LLDPE samples. This form of axially grown fibrillar microstructure in Fig. 2 shows that PE-95 samples (c) have formed a more oriented precursor structure in the comparison with PE-50 (a). This fine distinction between microstructures relies on the different conditions involved in the previously proposed melt spinning line^{5,6}. The coarse fibrillar crystal precursor observed in the undrawn samples develop to be finer, more aligned and fibrillated split microstructures (b-i, d-i). Drawn LLDPE samples exhibit similar internal structure of the ones belong to high performance fibers as reported in the literature³.

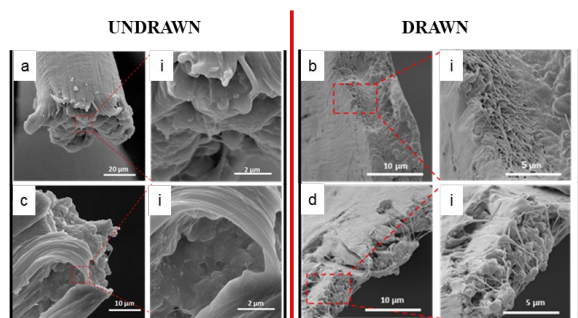


Figure 2. Cross-sectional SEM images of undrawn (a-i) PE-50 and (c-i) PE-95, and drawn (b-i) DPE-50 and (d-i) DPE-95 fiber samples⁵.

Mechanical performance of drawn fibers shows that low speed production of LLDPE fibers followed by a slow-paced hot drawing result as similar tensile characteristics of those produced at high spinning speed². Tensile strength values of PE fibers were enhanced to be 0.3 GPa for drawn samples (DPE-50) with an increase of about 600% from the as-spun samples (PE-50). Similarly, initial moduli reached up to 2.9 and 2.7 GPa for DPE-50 and DPE-95 samples, respectively.

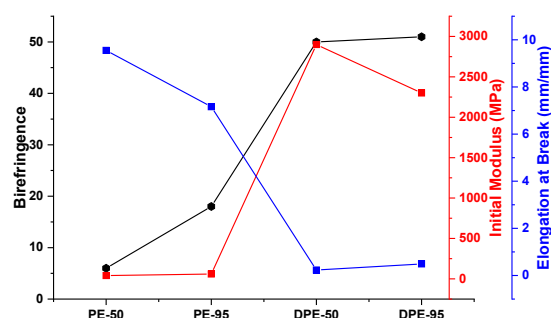


Figure 3. The effect of chain orientation indicated as birefringence on tensile properties of LLDPE fibers.

Alignment of macromolecular chains in a controlled manner results in chain orientation and a more stable state for the polymeric fibers. Therefore, chain orientation along the fiber axis triggers improvement of tensile properties, which can be observed in Figure 3. Birefringent properties of the material are increased as the molecular chains form alignment in the drawing direction. Increased birefringence is also an indicator for crystal precursor formation for polymeric fibers¹. Macromolecular chain orientation results in a superior mechanical performance⁴. As seen in Fig. 3, undrawn fiber samples of PE-50 and PE-95 have significantly lower birefringence (6 and 18) than the ones of drawn DPE-50 and DPE-95 samples (50 and 51). Enhanced orientation limits the elongation at break as the initial follows a reverse trend resulting in high modulus in drawn LLDPE samples.

CONCLUSIONS

In this study, two sets of LLDPE fibers produced in an alternative melt spinning line were then subjected to slow-paced hot drawing after being conditioned. Draw ratio for each sample was set to be 3. SEM analysis demonstrated that hot drawing of fiber samples allows further growth of fibrillar crystal structure inducing precursor formation. Local precursor formation reveals itself in form of banded areas in the optical microscopy. This morphological advance leads to macromolecular chain orientation in the fiber axis, which manifests itself as birefringent

characteristic. Development in chain alignment enhanced tensile properties of drawn LLDPE fibers by increasing initial modulus and by lowering their elongation down to 23% (DPE-50). A complimentary hot drawing stage provides the fabrication of high modulus fibers from a regular low molecular weight LLDPE for developing new applications and expanding the market whose end-use is restricted to generic use.

SUGGESTIONS FOR FUTURE STUDIES

Further experimentations based on hot drawing process conditions with zone annealing will be conducted to determine in detail relationship between the internal structure changes and performance of the produced fibers.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully thank TUBITAK (Project Number: 117Z673) for the financial support of this research. The authors also acknowledge Dow Chemical Company for providing ASPUN™ 6000 LLDPE. Assistance provided by Kordsa Global for polarized light microscopy is greatly appreciated.

LITERATURE

1. Avci, H., Kotek, R., & Toliver, B. 2015. "Controlling of threadline dynamics via a novel method to develop ultra-high performance polypropylene filament", *Polymer Engineering & Science*, 55(2), pp.327-339.
2. Cho, H. H., Kim, K. H., Ito, H., & Kikutani, T. 2000. "Fine structure and physical properties of polyethylene fibers in high-speed spinning. II. Effect of catalyst systems in linear low-density polyethylene", *Journal of applied polymer science*, 77(6), pp.1195-1206.
3. Deitzel, J. M., McDaniel, P., & Gillespie Jr, J. W. 2017. "High performance polyethylene fibers", In *Structure and Properties of High-Performance Fibers*, pp. 167-185. Woodhead Publishing.
4. Denton, J. S., Cuculo, J. A., & Tucker, P. A. 1995. "Computer simulation of high-speed spinning of PET", *Journal of applied polymer science*, 57(8), pp.939-951.
5. Seyhan, A., Gunaydin, B. N., Polat, Y., Kilic, A., Demir, A., & Avci, H. 2020. "Self-assembled fibrillar polyethylene crystals with tunable properties", *Polymer Engineering & Science*.
6. Seyhan, A., Tepekiran, B. N., Polat, Y., Kilic, A., Demir, A., Avci, H. 2019. "Development of Crystal Cleavage for Low Molecular Weight Linear Polymer", 5th International Fiber and Polymer Research Symposium, pp.52-53.
7. Xu, H., An, M., Lv, Y., Zhang, L., & Wang, Z. 2017. "Structural development of gel-spinning UHMWPE fibers through industrial hot-drawing process analyzed by small/wide-angle X-ray scattering", *Polymer Bulletin*, 74(3), pp.721-736.
8. Yeh, J.T., Lin, S.C., Tu, C.W., Hsie, K.H. & Chang, F.C. 2008. "Investigation of the drawing mechanism of UHMWPE fibers", *J Mater Sci.*, 43(14), pp.4892-4900.

Synergistic effect of some nanosized additives/HALS combinations on the flame retarded polypropylene

YÜKSEL, Gamze^{1*}, ÜREYEN, Mustafa Erdem^{2,3**}

¹Eskişehir Technical University Institute of Graduate Programs, Department of Materials Science and Engineering, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey

²Eskişehir Technical University, Faculty of Architecture and Design, Fashion and Textile Design Department, Yunusemre Campus, Eskişehir, 26473, Turkey

³Eskişehir Technical University, Advanced Technologies Research Centre (ITAM), Eskişehir, 26555, Turkey

* ORCID: 0000-0001-8954-8838; ** ORCID: 0000-0002-9055-3228

g_yuksel@eskisehir.edu.tr

AIM

The main aim of the study is to investigate the effect of N-alkoxy hindered amine based light stabilizing (HALS) agent and nano-sized different additives on the flammability of a cyclic phosphonate-based flame retardant (FR)/polypropylene (PP) system.

INTRODUCTION

Polypropylene (PP) is an easily processed¹, low cost and environmentally friendly polymer. For this reason, it belongs to the most widely used thermoplastic polymers class in industrial applications². High mechanical strength and chemical resistance³ are among the advantages of PP. However, due to its aliphatic hydrocarbon structure, it is extremely flammable and burns quickly without leaving residue⁴. PP is also a very sensitive polymer to UV rays. Therefore, exposed to long-term UV rays PP decomposes by photo-oxidation, especially in outdoor applications. This situation shortens the service life of PP-based products. These disadvantages can be overcome by using flame retardants (FRs) and UV stabilizers. Halogenated compounds can be used in polypropylene polymer as an effective flame retardant. On the other hand, because of the adverse effects on the health and environment, newly developed FR systems are needed⁵. Several phosphorous compounds are recommended as halogen-free flame retardants for polymeric materials. The flame-retardant mechanism of phosphorus compounds alone and in combination with other flame retardants was studied deeply by Scharrel³. Phosphorus flame retardants can act in the condensed phase by enhancing char, by yielding intumescence or inorganic glass formation; and can be active in the gas phase through flame inhibition. In the study of Hoang and Kim⁴, they proved that the flame-retardant additives containing phosphorus compounds decompose before the polymer and thus show the

flame-retardant effect in the gas phase by thermogravimetric analysis.

The effect of N-alkoxy hindered amine light stabilizers on the flammability, UV stability, and mechanical properties of polypropylene systems were studied in several papers⁶. Xie et. Al⁷, found out that N-alkoxy hindered amine (NOR116) promoted char formation. Cao et. al.⁸ synthesized N-alkoxy HALS and used it as a synergist with an intumescent flame-retardant system (APP/PER/MEL) in polypropylene.

Different nano-sized additives such as SiO₂, CNT and TiO₂ are also used to improve the FR properties of PP. In studies using SiO₂⁹⁻¹¹ and TiO₂¹²⁻¹⁴ nano-sized additives, effective results were obtained on the FR properties of PP. TiO₂ is also used as a UV stabilizer. Qi et al.¹² used TiO₂ nanoparticles with traditional HALS (Chimassorb 944) and showed that these two additives exhibited a strong synergistic effect during the photooxidation of PP composites. In applications where CNT additive is used, the FR properties to be obtained vary depending on many parameters such as the production methods of the CNT, the amount of impurities it contains and the aspect ratio of the tubes. Therefore, there are negative results as well as positive results obtained on FR properties in studies in the literature¹⁵⁻¹⁸.

In this study, N-alkoxy hindered amine based light stabilizing agent and nano-sized different additives were added to the phosphorus based FR/PP system in different ratios to improve the flame retardancy of the system. The effect of the additives on the thermal stability and flame retardancy of FR/PP containing systems were investigated and compared. The maximum total additive ratio of the samples was adjusted to be 5-6.5% by weight for their usability for polypropylene fiber spinning.

EXPERIMENTAL

Material

The isotactic polypropylene (Ecolen HZ40S) with a melt flow index (MFI) of 25g/10min (230°C, 2.16 kg; 0.91 g/cm³) was supplied by Hellenic Petroleum, Greece. Organic phosphorus/cyclic phosphonate-based flame-retardant (FR) additive (Aflammit PCO-900) was supplied by Thor GmbH, Germany. A monomeric N-alkoxy hindered amine light stabilizer (Flamestab NOR-116) was supplied by BASF, Switzerland. Hydrophobic fumed silica (Aerosil-R 972, d=16nm) was supplied by Evonik (Germany). Multi-walled carbon nanotube (MWCNT, >95% purity, d_{avg}=10-20nm) was supplied by Graphene Co (Turkey). Titanium dioxide (99.7% purity, d<25 nm nanopowder) was supplied by Sigma-Aldrich (MERCK), Germany.

Method

Samples were prepared in different compositions as indicated in Table 1. Firstly, additives were mixed with the polymer in a mechanical mixer. After mechanical stirring, it was fed into a twin-screw micro-compounder (DSM Xplore, The Netherlands), which was set at a temperature of 180 °C. The mixtures blended in the compounder for 2 minutes. The homogeneous composition obtained was transferred to an injection molding unit (DSM Explore, The Netherlands) at 175 °C and appropriate sample size molds were prepared.

Table 1. Compositions of the samples and LOI test results.

Sample Code	Sample composition						LOI (%)
	PP (%)	FR (%)	HAL S (%)	SiO ₂ (%)	CNT (%)	TiO ₂ (%)	
RefPP	100	-	-	-	-	-	19.0
PFR	95.0	5.0	-	-	-	-	21.7
PFRH	95.0	3.5	1.5	-	-	-	25.0
PFRH S1	94.5	3.5	1.5	0.5	-	-	25.3
PFRH S2	94.0	3.5	1.5	1.0	-	-	25.7
PFRH S3	93.5	3.5	1.5	1.5	-	-	25.6
PFRH C1	94.5	3.5	1.5	-	0.5	-	23.0
PFRH C2	94.0	3.5	1.5	-	1.0	-	20.1
PFRH C3	93.5	3.5	1.5	-	1.5	-	19.9
PFRH T1	94.5	3.5	1.5	-	-	0.5	25.5
PFRH T2	94.0	3.5	1.5	-	-	1.0	26.3
PFRH T3	93.5	3.5	1.5	-	-	1.5	26.3

Limit oxygen index values of samples were measured in LOI tester (Concept Equipment, UK) according to ASTM D2863-10 test standard. Before testing, the samples were conditioned for at least 24 hours in a climate chamber (Binder, Germany) under 20°C, 50% humidity. The thermal behavior of the doped polypropylene molds was analyzed by a simultaneous thermal analyzer (SDT Q600, TA Instruments, USA). Approximately 10 mg of sample was placed in an open alumina pan and heated to 800°C at a heating rate of 10°C/min under a nitrogen flow of 100 ml/min.

The flammability of the samples, such as the peak heat release rate (PHRR), total heat release (THR), and total smoke production (TSP), were measured by the cone calorimeter (Fire Testing Technology, UK). Samples of 100x100x3mm were conditioned for 24 hours in a 20°C, 50% humidity and then placed in trays prepared from aluminum foil. Tests were performed under 35 kW/m² heat flux according to ISO 5660 test standard.

RESULTS AND DISCUSSIONS

The LOI value of the pure PP sample was determined as 19.0%. By the addition of 5 wt% FR additive, the LOI value of the PP increased to 21.7%. When 1.5 wt.% of cyclic phosphonate in PFR was substituted by NOR-116, the LOI increased from 21.7% to 25.0% (PFRH). The LOI of PFRH was further increased to 25.3% (PFRHS1) and 25.7% (PFRHS2) by the addition of 0.5 wt. % and 1wt% nano-SiO₂, respectively. Addition of 1.5 wt.% nano-SiO₂ slightly decreased the LOI, and it was evaluated that it may occur due to the agglomeration of nano-SiO₂ in the polymer. The LOI of PFRH was further increased to 25.5% (PFRHT1) and 26.3% (PFRHT2) by the addition of 0.5 wt.% and 1wt% nano-sized TiO₂, respectively. However, the LOI was not further improved by the addition of the higher nano-sized TiO₂ content than 1.0% (PPFRT3). In contrast to the other two additives, in samples with CNT additive, a decrease in the LOI was observed with increasing CNT amount in FR/HALS systems. The LOI of PFRH has decreased to 19.90% by the addition of 1.5 wt.% of CNT.

The thermal stability of the samples was investigated by TG/DTG under nitrogen and the corresponding curves are shown in Figure 1 and Figure 2 respectively. TGA curves revealed that a single stage decomposition had occurred for all samples. As indicated in Table 2, the results of the mass loss temperatures at 10% by weight and 50% by weight showed that all additives reduced the initial decomposition temperature. The thermal decomposition temperature values of the samples containing FR and HALS additives were lower than

the decomposition temperature of RefPP. It was evaluated that FR and HALS additives degraded at lower temperatures and changed the degradation behaviour of PP positively. At the end of the analysis, there was no residue left from RefPP. In contrast, an increase in the amount of residue at 500°C and 700°C was observed in samples especially containing CNT and nano-TiO₂ additives.

The addition of CNT and nano-TiO₂ decreased the peak HRR and total heat release values of the system (Table 3). Nano-SiO₂ didn't affect the heat release but decreased the smoke values very significantly.

The total heat evolved (THE)/total mass loss (TML) is a measure of the effective heat of combustion of the volatiles, multiplied by the combustion efficiency during the cone calorimeter test. Results showed that flame retardant and HALS combination reduced the THE/TML values. These results indicated a gas-phase mechanism of the flame retardant and HALS combination in PP. THE/TML of the samples containing CNT and nano-TiO₂ are also less than the FR/HALS/PP system while nano-SiO₂ containing samples was higher.

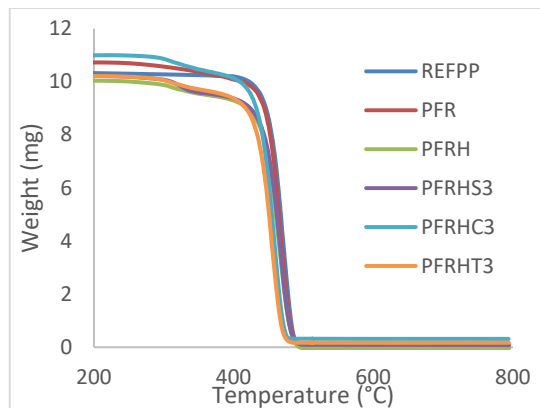


Figure 1. TGA curves of samples

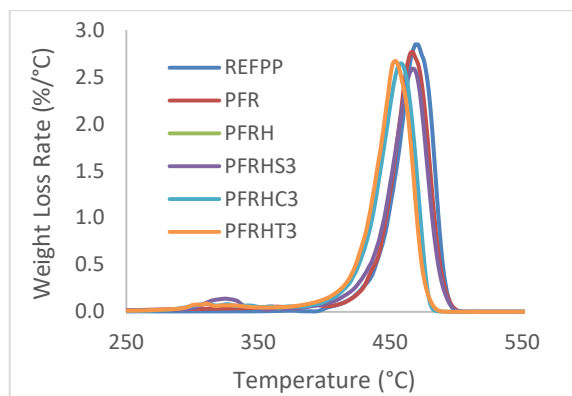


Figure 2. DTG curves of samples

Table 2. Thermogravimetric analysis results of the samples

Sample Code	T(%10)	T(%50)	Residue at 500°C (%)	Residue at 700°C (%)
RefPP	441.41	466.93	0.00	0.00
PFR	431.67	463.72	0.78	0.67
PFRH	416.93	460.31	0.00	0.00
PFRHS1	418.97	461.00	0.31	0.28
PFRHS2	416.52	461.66	0.76	0.69
PFRHS3	417.09	461.44	0.94	0.88
PFRHC1	416.48	450.50	0.34	0.29
PFRHC2	408.87	450.89	0.69	0.63
PFRHC3	413.43	452.96	2.91	2.86
PFRHT1	409.15	449.88	1.16	1.14
PFRHT2	410.00	450.25	1.68	1.66
PFRHT3	409.08	450.32	2.87	2.83

Table 3. Cone calorimetry test results of the samples

Sample code	t _{ig} (s)	PHRR (kW/m ²)	THR (MJ/m ²)	TSR (m ² /m ²)	MARHE (kW/m ²)	THE/TML (MJ/m ² g)
RefPP	56	1635.34	105.04	2298.5	561.68	4.55
PFRH	50	1594.25	103.54	3212.6	547.98	4.29
PFRH T1	54	1542.98	102.38	4418.7	515.99	4.24
PFRH T2	60	1288.55	100.88	4284.5	472.89	4.13
PFRH T3	63	955.51	98.02	3305.2	410.48	4.07
PFRH S1	63	1593.15	103.70	2860.70	512.70	4.31
PFRH C1	43	1081.07	99.8	2987.70	510.10	4.12

CONCLUSIONS

In this work, HALS and nano-sized different additives added to the flame-retardant polypropylene system. Nano-SiO₂ and nano-TiO₂ used with HALS increased the FR/PP system's LOI value synergistically but the CNT addition showed an antagonistic effect and reduced the LOI value. TGA results showed that the addition of all additives reduced the onset temperature of the neat PP. FR and HALS additives decreased the decomposition temperature of PP led to the conclusion that it can show activity in the gas phase. In contrast, an increase in the amount of residue at 500°C and 700°C was observed, especially in samples containing nano-sized TiO₂ and CNT. At the end of the analysis, the formation of residues also showed

that the condensed phase activity. Cone calorimetry test results showed that nano-TiO₂ and CNT addition reduced the heat release rate and total heat release values, Nano-SiO₂ and CNT reduced the smoke release values.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

All of the samples will be tested by the FTIR to the better understanding flame retardant mechanism. CNT should be finely dispersed in the polymer matrix. Results showed that CNT couldn't be dispersed homogeneously. Therefore, some agents will be added to the CNT containing systems. LOI test results and cone calorimetry test results of CNT containing samples were conflicted. It will be investigated.

REFERENCES

1. Maddah, H.A. 2016. "Polypropylene as a promising plastic: A review", *American Journal of Polymer Science*, 6(1), 1-11.
2. Du, B., Guo, Z. and Fang, Z. 2009. "Effects of organo-clay and sodium dodecyl sulfonate intercalated layered double hydroxide on thermal and flame behavior of intumescent flame retarded polypropylene", *Polymer Degradation and Stability*, 94(11), 1979-1985.
3. Schartel, B. 2010. "Phosphorus-based Flame Retardancy Mechanisms Old Hat or a Starting Point for Future Development?", *Materials*, 3, 4710-4745.
4. Hoang, D. And Kim, J. 2008. "Synthesis and applications of bicyclic phosphorus flame retardants", *Polymer Degradation and Stability*, 93, 36-42.
5. Üreyen, M.E., Kaynak E., Yüksel G., 2020, "Flame-retardant effects of cyclic phosphonate with HALS and fumed silica in polypropylene", *Journal of Applied Polymer Science*, 137(4), 2020, 1-8.
6. Kaynak, E., Üreyen, M.E., Kopalal, A.S., 2017, "Thermal characterization and flammability of polypropylene containing sepiolite-APP combinations", *e-polymers*, 17 (4), 341-348.
7. Xie, H., Lai, H., Zhou, R., Li, H., Zhang, Y., Zeng, X., Guo, J. 2015. "Effect and mechanism of N-alkoxy hindered amine on the flame retardancy, UV aging resistance and thermal degradation of intumescent flame retardant polypropylene", *Polymer Degradation and Stability*, 118, 167-177.
8. Cao, K., Wu, S.-I., Qiu, S-I., Li, Y., Yao Z. 2012 "Synthesis of N-Alkoxy Hindered Amine Containing Silane as a Multifunctional Flame Retardant Synergist and Its Application in Intumescent Flame Retardant Polypropylene", *Industrial & Engineering Chemistry Research* 52, 309-317.
9. Erdem, N., Cireli, A., A. and Erdogan, H., U. 2009. "Flame retardancy behaviors and structural properties of polypropylene/nano-SiO₂ composite textile filaments", *Journal of Applied Polymer Science*, 111(4), 2085-2091.
10. Courtat, J. 2015. "Effect of phosphorous-modified silica on the flame retardancy of polypropylene based nanocomposites", *Polymer Degradation and Stability*, 119, 260-274.
11. Ye, L., Wu, Q. and Qu, B. 2010. "Synergistic effects of fumed silica on intumescent flame-retardant polypropylene", *Journal of Applied Polymer Science*, 115(6), 3508-3515.
12. Qi, L., Ding, Y., Dong, Q., Wen, B., Wang, F., Zhang, S., Yang, M. 2014. "Photostabilization of polypropylene by surface modified rutile-type TiO₂ nanorods", *Journal of Applied Polymer Science*, 131(16), 1-9.
13. Miyazaki, K. and Nakatani, H. 2009. "Preparation of degradable polypropylene by an addition of poly(ethylene oxide) microcapsule containing TiO₂", *Polymer Degradation and Stability*, 94 (12), 2114-2120.
14. Yüksel G., Üreyen M.E., 2020, Effects of HALS and Nano-TiO₂ on the Flammability of Cyclic Phosphonate-based Flame Retardant/Polypropylene System, 6. International Fiber and Polymer Research Symposium, 24-25 January, Bursa, Türkiye.
15. Kashiwagi, T. 2005. "Nanoparticle networks reduce the flammability of polymer nanocomposites", *Nature Materials*, 4(12), 928.
16. Moniruzzaman, M. and Winey, K., I. 2006. "Polymer nanocomposites containing carbon nanotubes", *Macromolecules*, 39(16), 5194-5205.
17. Beyer, G. 2002. "Carbon nanotubes as flame retardants for polymers", *Fire And Materials*, 26(6), 291-293.
18. Beyer, G., 2005. "Filler blend of carbon nanotubes and organoclays with improved char as a new flame retardant system for polymers and cable applications", *Fire and Materials: An International Journal*, 29(2), 61-69.

DÜŞÜK ERİME SICAKLIĞINA SAHİP UV DAYANIMLI VE RENKLİ BİKOMPONENT İPLİK ÜRETİMİ

SAVCI, Deniz¹, KILINÇ, Kerim¹

¹Polyteks ARGE Merkezi, Bursa
dsavci@polyteks.com.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada; özellikle mukavemet ve renk dayanımı yüksek olması istenen dış ortam tekstilleri için bikomponent (iç-içe geçmiş kılıf-çekirdek kesit) yapısında, düşük sıcaklıkta erime özelliğine ve ultraviyole(UV) dayanımına sahip, eriyikten renkli polyester iplik üretimi amaçlanmaktadır.

GİRİŞ

Günümüzde stor perdeler, döşemelik kumaşlar, seracılıkta kullanılan kumaşlar ve tente, branda, çadır vb. outdoor tekstil ürünleri kullanım koşullarına bağlı olarak yüksek oranlarda UV ışınlarına maruz kalmaktadırlar[1]. Bu sebeple tekstil ürünlerinde, polimer molekülünün bazı kısımlarında uyarılmalar oluşarak kademeli bir bütünlük kaybı, yani foto oksidasyon meydana gelmektedir. Polimerde gerçekleşen foto oksidasyon moleküller arasındaki bağları kırarak viskozitenin azalmasına ve mukavemet kaybına neden olmaktadır[2-4]. Ayrıca renk dayanımları da düşmektedir. Bu tür etkiler ürünlerin kullanım ömrünü kısalttığı gibi görsel açıdan da istenmeyen durumlara sebep olmaktadır. Bu olumsuzlukların giderilmesi ve polimerik yapının korunması amacıyla polimerler içerisine UV absorberler eklenmektedir. UV absorberler, 290–360 nm UV aralığında güçlü emilim gösteren organik veya inorganik renksiz bileşiklerdir ve elektron seviyesinde uyarılma enerjisini termal enerjiye dönüştürerek ipliği korumaktadırlar[5].

UV absorber içeren kumaşlar elde etmek için %0.6-%2.5 dozajlarda UV absorber kullanmak yeterli olacaktır. UV absorber olarak Benzotriazole, Triazin vb. maddeler kullanılmaktadır. Benzotriazole ve Triazin, PET lifini UV ışığına maruz kalma koşullarının etkilerine karşı stabilize etmek için en

etkili absorberlerdir. Buna yönelik çalışmada UV absorber olarak Triazin kullanılmıştır.

Özellikle ev tekstilinde (stor perde vb.) ve dış ortamda kullanılacak olan kumaşların (tende, branda, çadır vb.) UV bakımından daha uzun dayanıma sahip olması ve aynı zamanda da renkli olması için bu şekilde bikomponent iplikler elde edilecektir.

Tablo 1 :PET/Low melt PET Erime Sıcaklıkları(°C)

Hammadde / Polimer	Erime Sıcaklığı, T _E (°C)
PET(polietilen tereftalat)	250-270 °C
Low-melt PET	160-170 °C

Bikomponent filament üretim yöntemi ile iki farklı polimerin aynı düze deliğinden geçirilerek farklı düze kesit tiplerinde filament iplikler üretilebilir. Üretim sonucunda ortaya çok bileşenli ve bütün halinde tek bir filament çıkar. Dış kabuk ve çekirdek (core and sheath), dilimli kesit (segmented pie), yanyana kesit (sidebyside), denizde adacık (sea and island) vb. kesit tiplerinde bikomponent iplik üretimi yapılabilir[6,7].

Kumaş bitiminden sonra yapılan işlemlerde, low-melt PET iplikler düşük sıcaklıklarda eriyerek (Tablo 1), birlikte kullanıldığı diğer ipliklere bir arayüzey oluşturur. Yüzeydeki komponent düşük erime sıcaklığına sahip polimerden (low-melt PET) seçilerek az bir ısı verilmesi ile dış yüzey eriyip komşu liflerle (PET) birbirine yapışırken, merkezdeki komponent madde ısıdan etkilenmeden kalır. Bu sayede dokunan kumaşta sıkı bir tutunma gerçekleşir.

1. SAVCI,Deniz (<https://orcid.org/0000-0001-8311-2515>)

2. KILINÇ, Kerim (<https://orcid.org/0000-0001-7409-0115>)

Ayrıca low-melt özelliğine sahip hammadde kullanılması erime sıcaklığının düşük olmasından (daha sert bir yapı haline geleceğinden) dolayı iplik boyama veya kumaş boyama proseslerine uygun değildir[8]. Bu nedenle, geliştirilecek iplikte imalat sırasında istenilen renkte (siyah) boyarmadde eklenerek yaşanan bu problemin önüne geçilecektir.

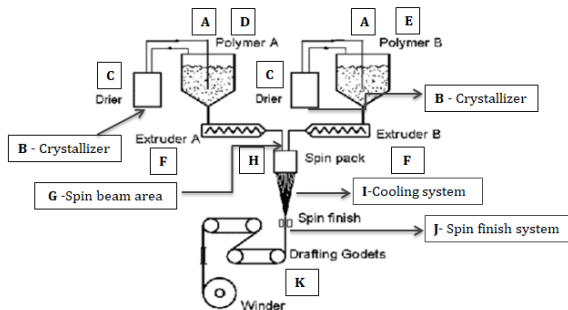
DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada ipliğin kılıf kısmında low-melt PET chipsle birlikte UV absorber (Triazin), çekirdek kısmında boyarmadde (siyah) ile dozajlanmış PET hammadde kullanılmaktadır. Kullanılan bu hammaddeler Polyteks Tekstil A.Ş. tarafından tedarik edilmiştir.

Yöntem

Çalışmada bikomponent makinasının A hattı UV absorber ve Low-melt PET hammaddesi ile kompozit halde beslenmiş ve filamentlerin kılıf kısmı elde edilmiştir. Çekirdek kısmı ise PET chipsine dozajlama ünitesi yardımıyla PBT bazlı siyah boyarmadde takviyesi yapılarak renk+PET halinde (B besleme hattı) beslenmiştir.



Şekil 1. Bikomponent filament üretim şeması

Üretilen ipliklerden dokunan kumaşlara **TS 4460 EN ISO 105-B04 UV Yaşlandırma Testi** uygulanmıştır. Yaklaşık 2000 saat sonrasında testin min. *Grade7-8 (mavi-yüne göre)* değerini sağlayacak şekilde performans sonuç beklentisi sağlanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Kristalize edilip kurutulmuş (Tablo 2) hammaddeler, ekstrüderde sıcaklık (Tablo 3) ve sonsuz vida yardımı ile eriyik hale getirilmiştir.

Tablo-2: Kullanılan hammaddelerin kristalizasyon ve kurutma süre ve sıcaklıkları

Hammadde	Kristalizasyon		Kurutma	
	Süre (saat)	Sıcaklık (°C)	Süre (saat)	Sıcaklık (°C)
Kompozit	2-4	140-160	4-6	120-140
PET Chips	2-4	160-185	4-6	150-170
Boyarmadde	-	-	1-2	100-120

Üretilen iplikler 155 dteks 48 filament özelliğine sahiptir. Her bir filamentin enine kesitine bakıldığında kılıf kısmının alan oranı %25-45, çekirdek kısmı ise yine alan oranı %55-75 olacak şekilde A ve B pompalarının devri ayarlanmıştır.

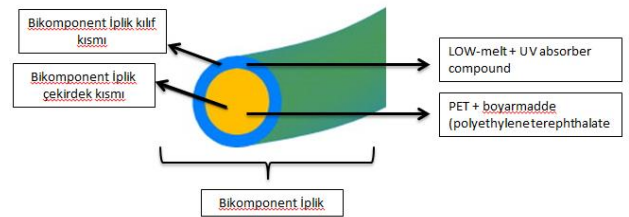
Tablo-3: Bikomponent A ve B hatlarının ekstrüder sıcaklıkları

Besleme Hattı	Ekstrüder Bölgeleri			
	1.	2.	3.	4.
A (°C)	223	224	225	226
B (°C)	287	288	289	289

Tablo-4: İplik analiz sonuçları

Numune Kodu	Dteks (gr/10000m)	Genleşme (%)	Mukavemet (cN/dteks)	Kaynama Çekme
N1	155,9	48,4	3,3	17,5
N2	155,4	48,6	3,3	19,2
N3	155,6	49,6	3,4	17,5
N4	156,4	47,7	3,2	19,9
N5	156,2	49,5	3,4	17,4
N6	155,5	48,4	3,3	18,2
N7	154,7	48,9	3,3	17,7
N8	153,4	48,8	3,2	17,7
N9	153,5	50,4	3,2	18,9
N10	154,9	47,7	3,2	17,4
Ort.	155,2	48,8	3,3	18,1

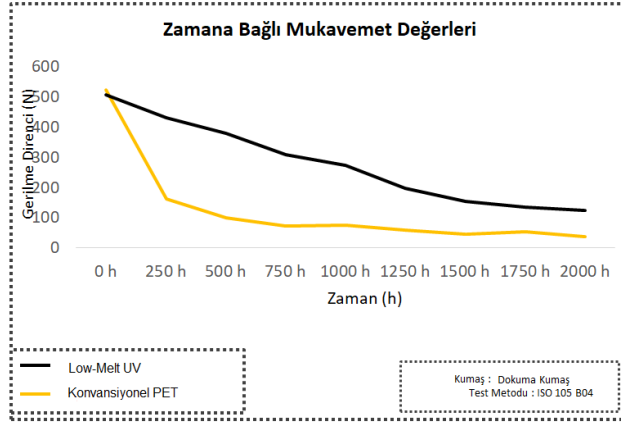
Çalışmamızda 10 farklı iplik elde edilmiş ve dteks, genleşme, mukavemet ve kaynama çekme değerleri Tablo-4'te gösterilmiştir.



1. SAVCI, Deniz (<https://orcid.org/0000-0001-8311-2515>)
2. KILINC, Kerim (<https://orcid.org/0000-0001-7409-0115>)

Şekil 2. Bikomponent (iç-içe geçmiş kılıf-çekirdek kesit) yapısında iplik görüntüsü

ISO B04 UV Yaşlandırma Testine göre 1000, 1500 ve 2000 saatlik test sonuçları şekil 3 te gösterilmiştir.



Şekil 3. ISO B04 UV Yaşlandırma Testi sonuçları

Zamana bağlı mukavemet değerleri incelendiğinde, 250 saat sonunda konvansiyonel PET numunesinin mukavemet kaybı yaklaşık %70' iken Low Melt UV/renkli numunesinin %15-20 aralığındadır. 2000 saat sonunda ise; konvansiyonel PET numunesinin mukavemet kaybı yaklaşık %85-90 aralığındayken, Low Melt UV/renkli numunesinin %70 civarındadır.

GENEL SONUÇLAR

LOW-melt özelliğine sahip polyesterden dokunmuş kumaşlar daha rijit ve daha stabil yapıda kalmaktadır. Kompound yapılmasının avantajı; A besleme hattından dozajlama prosesini kaldırarak tek bir yerden %100 besleme yapabilmek ve sabit bir UV absorber içeriği sağlayabilmektir. Bu sayede UV için dozaj ayarlama ve sistem kontrol işlemlerine gerek kalmaz.

B besleme hattındaki dozajlama ünitesi, istenilen boyarmaddeyi farklı dozajlarda kullanmamıza imkan sağlayarak farklı renk spektrumlarında ürün elde etmemizi sağlamaktadır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Çalışma kapsamında sadece siyah boyarmadde ile renk çalışması yapılmıştır. İlerleyen dönemlerde farklı renkler ile çalışma yapılarak "Renk Haslıği" üzerine araştırmalarımız olacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışmada Polyteks üretim tesislerinde üretilen iplikler kullanılmış, değerlendirme ve diğer çalışmalar Polyteks Arge Merkezinde yürütülmüştür.

KAYNAKLAR

1. Yıldırım, Ş., 2006. "Mayoluk Kumaşlarda UV Absorblayıcıların UV Geçirgenliğine, Koruma Faktörüne, Hava Geçirgenliğine, Isı Geçirgenliğine ve Diğer Kumaş Özelliklerine Etkileri", Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
2. Tsatsaroni, E.G., Eleftheriadis, I.C., 2004. "UV-absorbers in the dyeing of polyester with disperse dyes", Dyes and Pigments, 61:141-147.
3. İskender, A.M., Parlamiş, H.İ., 1999. "Mikrolif polyester kumaşlarda U.V.(ultraviyole) absorblayıcı maddelerin uygulanması, etkilerinin incelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, <http://hdl.handle.net/11452/4334>.
4. Düzyer, Ş., 2019. "Ultraviyole (UV) Işınlarının Farklı Teknik Poliester İpliklerinin Özellikleri Üzerine Etkisinin İncelenmesi", Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, 24(1): 253-264.
5. Merdan, N., Acar, K., 2009. "Tekstilde UV Absorban Madde Uygulamaları", İstanbul Ticaret Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 8(16):1-12.
6. Lewin, M., 1996. Handbook of Fiber Science and Technology, Vol. 3, Pt D:High Technology Fibers. s.l.:CRC Press.
7. Kaynak, H.K., Babaarslan, O., 2009. Mikroliflerin Tekstil Endüstrisindeki Yeri ve Önemi. Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 3(3)
8. Lin, J.H., Hsieh, J.C., Lin, J.Y., Lin, M.C., Lou, W.C., 2013. "Polyester/Low Melting Point Polyester Nonwoven Fabrics Used as Soilless Culture Mediums: Effects of the Content of Low Melting Point Polyester Fibers", Applied Mechanics and Materials, 457-458:49-52.

1. SAVCI,Deniz (<https://orcid.org/0000-0001-8311-2515>)
2. KILINC, Kerim (<https://orcid.org/0000-0001-7409-0115>)

CHAPTER / SESSION / OTURUM

2

Nanofibers: Production and Applications

**Moderator: Ahmad Hassanin
Session Attendant: Recep İlhan**

Alternative methods for transferring capsules containing citronella oil to outdoor upholstery fabrics

SARIIŞIK, Merih¹, KAYA, Zerrin², ERKAN, Gökhan¹, KARTAL, Gülşah Ekin¹, ETKESER, Sadi²

¹Dokuz Eylül University, Textile Engineering Department ² Harput Tekstil A.Ş.

zerrin.kaya@harputtekstil.com.tr

PURPOSE

Microencapsulation is a successful technology for commercial applications in the pharmaceutical, chemical and textile industries. This technology is largely unexplored in the field of functional coatings. In this study, the application of microcapsules with coating and printing method has been studied as an alternative to the impregnation method.

INTRODUCTION

In textile industry, microencapsulation is a rapidly developing technology in the field of chemical processes due to its versatility and flexibility. An important advantage of the use of microencapsulation technology is that it has the ability to protect the active ingredient from dangerous conditions such as oxidation, heat, acidity, alkalinity, moisture or evaporation (Aggarwal, 1998; Erkan, 2008; Ghosh, 2006).

The versatility of microencapsulation technologies offers unlimited combinations of core and shell materials in its production, allowing microcapsules to be used in a wide variety of applications. To date, very little research has been done on possible applications of microcapsules in functional coating and printing processes. Microcapsules produced in the textile industry are generally transferred by impregnation method. In this study casing, it is aimed to increase the strength of microcapsules by providing application with coating and printing processes (Ghosh, 2006).

One of the most important area is insecticide effect in the production of microcapsules. Textile materials play a role in the access of insects on human skin. In addition to this, chemicals such as citronella oil can also be used to insecticidal materials. In terms of usage, especially in hot regions, flies and insects cause unwanted stains on garden furniture, upholstery fabrics, zebra and roller blinds, and also cause health problems. For this reason, having insect repellent feature in these products is very important for the user (Bezerra, 2019; Specos, 2010).

Within the scope of this study, microcapsules containing citronella oil active substance with insecticide effect were obtained and their optimization was carried out in laboratory conditions. SEM and particle size analyzes were used for optimization processes. The capsules obtained were transferred to fabrics to be used in garden furniture by coating and

printing method. After application on the fabric, the insecticide effects of the fabrics were investigated and compared with the impregnation method.

EXPERIMENTAL

Material

In this research, desized, plain weave cotton fabric (specific weight 210 g/m², 65% cotton / 35% polyester blend panama fabric with weft / warp density 12/60 thread / cm) was used. The shell material EC Premium 4 was donated from Dow Chemicals. Citronella oil (Sigma-Aldrich) was employed as core materials. Tween 20 was used as a surfactant. The surface active agent, ethanol and ethyl acetate (EA) were supplied from Merck. Acrylic-based commercial binder and pigment printing chemical (Harput Tekstil A.Ş) were used.

Method

Capsules with insect repellent properties were prepared with coacervation technique using ethyl cellulose as shell material. Optimization analyses were done to obtain the optimum EC: citronella ratio. Impregnation method, coating method and printing method were used to transfer microcapsules to upholstery fabrics to be used in garden furniture.

EXPERIMENTAL RESULTS AND

DISCUSSIONS

Studies for creating insect repellent capsules with citronella were carried out in ratios of 2: 1, 4: 1 and 10: 1 EC: citronella oil (w / w). Capsules containing citronella oil 5000 times magnification SEM images (Figure 1) were examined, it was found that the resulting capsules were spherical structure.

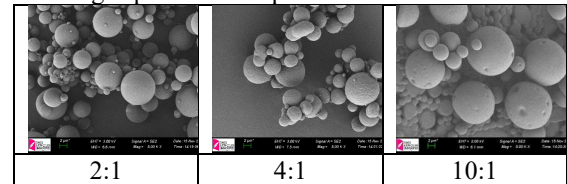


Figure 1. SEM images of microcapsules containing citronella oil

Considering the analysis results of 2: 1 capsules according to the particle size analysis, it is observed that 98.59% of the capsules are around 50 µm and have a higher uniformity than capsules in other ratios.

1. SARIIŞIK, Merih (0000-0003-0402-2955)
2. KAYA, Zerrin (0000-0002-0279-5287)
3. ERKAN, Gökhan (0000-0002-2239-9556)
4. KARTAL, Gülşah Ekin (0000-0001-7364-7049)
5. ETKESER, Sadi (0000-0001-9782-9701)

According to all analysis, it was concluded that the optimum formulation was the capsule produced in a 2: 1 weight ratio and was chosen as the optimum capsule ratio for citronella oil. The next transfer studies continued through this formulation.

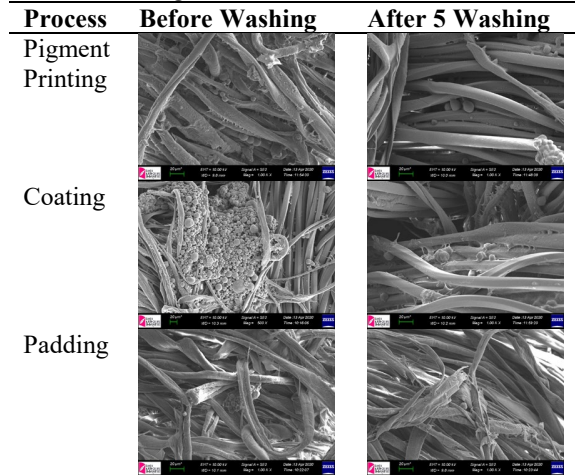


Figure 2. SEM images before and after washing of microencapsulated fabrics containing citronella oil

When the images of capsules transferred to upholstery fabrics with different methods are examined; it was seen that the most dense capsule presence was in coated fabrics.

Table 1. Insect repellent effect results of fabrics

Fabric	Insect Repellent Ratio (%)			
	2min	4min	8min	10min
Pigment Printing	51,00	43,33	44,67	39,00
Pigment Printing (After 5 washing)	61,00	62,67	72,00	62,67
Coating	44,67	42,67	56,33	56,33
Coating (After 5 washing)	38,67	56,33	65,00	62,33
Padding	56,00	44,67	55,00	54,33
Padding (After 5 washing)	63,33	53,00	48,67	61,67

According to the cone test results, it was determined that the insect repellent effectiveness after washing was increased for the printing and coating method. When the insect repellent effect percentages were examined, it was thought that coating and printing methods have a better effect than conventional impregnation method and therefore can be an alternative to impregnation method.

CONCLUSIONS

In this study, microcapsules containing citronella oil with insecticide effect were obtained by using complex coacervation method and their optimization was performed with FT-IR ATR, SEM, particle size and TGA analyzes. As a result of the conducted studies, the

concentration of 2: 1 (EC: Active substance) was determined as the optimum prescription. Capsules were transferred on fabrics to be used in garden furniture and curtains by coating and pigment printing method. When the insect repellent effect percentages obtained were examined, it is thought that coating and printing methods have a better effect than conventional method and therefore can be an alternative to impregnation method.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

When the analyzes and studies were examined, it was found that coating and printing methods had a better effect than the conventional impregnation method. This situation has shown that printing and coating methods can be an alternative in the sector for the transfer of microcapsules and can be easily adapted to the process of enterprises.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This study (5180022) was funded by Tübitak-1505 University-Industry Cooperation Support Program and Harput Tekstil A.Ş.

LITERATURE

- Aggarwal, A.K., Dayal, A. ve Kumar, N. 1998. "Microencapsulation processes and applications in textile processing", *Colourage*, 15-24.
- Bezerra, F. M., Lis, M., Carmona, O. G., Carmona C. G., Moisés M. P., Zanin, G. M., Moraes, F. F. 2019. "Assessment of the delivery of citronella oil from microcapsules supported on wool fabrics", *Powder Technology*, 343, 775-782.
- Erkan, G. 2008. "Bazı antifungal ajanların mikrokapsülasyonu ve tekstil materyallerine aplikasyonu", Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, İzmir.
- Ghosh, S.K. 2006. *Functional Coatings and Microencapsulation: A General Perspective*. içinde (1-28) Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH&Co. KGaA.
- Nelson, G. 2002. "Application of microencapsulation in textiles", *International Journal of Pharmaceutics*, 242 (1-2) 55-62.
- Specos, M.M., García, J.J, Tornesello, J., Marino, P., Della Vecchia, M., Defain Tesoriero, M. V. ve diğer. 2010. "Microencapsulated citronella oil for mosquito repellent finishing of cotton textiles", *Transactions of the Royal Society of Tropical Medicine and Hygiene*, 104, 653-658.

1. SARIŞIK, Merih (0000-0003-0402-2955)
2. KAYA, Zerrin (0000-0002-0279-5287)
3. ERKAN, Gökhan (0000-0002-2239-9556)
4. KARTAL, Gülşah Ekin (0000-0001-7364-7049)
5. ETKESER, Sadi (0000-0001-9782-9701)

Challenges in Preparation of Polymer-Clay Nanocomposite Fibers

HOJIYEV, Rustam¹, ULCAI, Yusuf²

¹TURKMENISTAN, ²Department of Textile Engineering, Bursa Uludağ University, Bursa/Türkiye
rustamhodjiyev@gmail.com

Rustam HOJIYEV: ORCID No: 0000-0002-2047-3169

Yusuf ULCAI: ORCID No: 0000-0001-6685-8278

PURPOSE

The purpose of this study is to overcome challenges during the preparation of polymer-clay nanocomposite fibers prepared via masterbatch approach.

INTRODUCTION

Among other clay minerals, mainly Na-montmorillonite (Na-MMT) is used as a base for nanoclay preparation. The main challenge is to exfoliate MMT to the individual layers, which can be homogeneously dispersed in the polymer matrix. Thus the improvements in flame retardancy, mechanical and barrier properties can be achieved. The dimensions of the MMT layer are 1 nm in thickness and several hundred in length. However, due to the natural occurrence of such minerals, it is really difficult to achieve the desired level of dispersion in the polymer matrix.

First of all, many trace minerals such as quartz, feldspar, calcite, opal cristobalite/tridymite (Opal-CT), illite, and mica are classified as impurities.¹ Thus, the first challenges are to remove trace minerals, to overcome these challenges, it is easy to use the sedimentation method, hydrocyclone, or centrifugation technique [2]. Most commercial producers use these three methods to produce high-quality grade nanoclay. The second challenge is to select a proper modifying agent in order to change hydrophilic surface MMT to hydrophobic. Thus the surface of MMT after modification will be compatible with hydrophobic thermoplastic polymers. Modification can be done either with cationic or nonionic surfactants or polymeric surfactants. But in anyway, the concentration of surfactants, as well the nature of surfactants can be change depends on the desired polymers.^{3,4} Nobody cares about how to measure the modification performance of MMT. In this study, the measuring of modification performance of the nanoclays was tried to explain. Mainly surface free energies (SFE) approaches were used to measure the performance of MMT modifications. As well as some tests of the preparation of nanocomposite yarn were done by using masterbatch approaches, where in the first stages, masterbatches contained high amounts of nanoclays were prepared,

and at the second stage, the spinning performance of the fibers were checked.

EXPERIMENTAL

Material

Nanomer I44P (I44P) and Nanomer I30P (I30P) from Nanocor company supplied from Desi Kimya and Maden San Tic A.Ş. (Kocaeli, Türkiye). The fiber grade PET chips with an intrinsic viscosity (IV) of 0.645 dL/g used in fiber spinning experiments, the bottle grade PET and PBT chips with IV of 0.80 dL/g used as a carrier polymer. PET and PBT polymer supplied from Korteks Mensucat San. Tic. A.Ş. (Bursa, Türkiye).

Method

The contact angle measurements were done using standard goniometry equipped with a microscope—the nanoclay pellet prepared by pressing the powder in a conventional mold. The average of 5 contact angle measurements for each test liquid was reported. The masterbatches were prepared using by premix method by Leistritz ZSE 27 twin-screw extruder (TSE). PET-clay multifilament nanocomposite fully drawn yarn (FDY) prepared via pilot type Busschaert Spinboy II-CC (Deerlijk, Belgium) melt spinning machine

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The contact angle data of nanoclays with several test liquids are given in Table 1. The contact angle with water is usually used to evaluate the hydrophobicity of nanoclays.

Table 1. The contact angle of nanoclays

Test Liquids	Nanomer I30P	Nanomer I44P
Diiodometane	46.5° (1.6)	47° (2.6)
Water	82.25° (4.1)	122.33° (4.3)
Ethylene Glycol	46° (1.6)	65° (2.6)
Formamide	48° (3.3)	57.7° (2.9)

The surface energies of nanoclay were calculated using an acid-base approach based on the Young-Dupre equation given below:

$$\frac{\gamma_L(1 + \cos \theta)}{2} = \sqrt{\gamma_{Clay}^{LW} \gamma_L^{LW}} + \sqrt{\gamma_{Clay}^+ \gamma_L^-} + \sqrt{\gamma_{Clay}^- \gamma_L^+}$$

$$\gamma_{Clay}^{AB} = 2\sqrt{\gamma_{Clay}^+ \gamma_{Clay}^-}$$

Where γ_L is the total surface free energy of test liquid, γ_L^{LW} , γ_L^+ , γ_L^- and are Lifschitz-van der Waals (LW), Lewis acid and Lewis base components of surface free energy of the liquid, respectively. The values of γ_{Clay}^{LW} , γ_{Clay}^+ , γ_{Clay}^- and γ_{Clay}^{AB} respectively represent LW, Lewis acid, Lewis base and acid-base components of surface free energy of nanoclays.

Table 2. Surface free energy component of nanoclays

Nanoclay	γ^{LW} (mJ/m ²)	γ^+ (mJ/m ²)	γ^- (mJ/m ²)
I30P	36.20	1.17	2.34
I44P	35.93	1.96	0

Using the SFE data, it is possible to calculate the compatibility of nanoclay with several polymers. In this study, we focused on the PBT and PET. Generally, it is a kind of adhesion and cohesion energy differences and can be explained as follow:

$$\Delta G_{Clay / Polymer / Clay}^{IF} = \underbrace{-2\gamma_{Clay}^{LW}}_{Cohesion} - \underbrace{2\gamma_{Polymer}^{LW}}_{Cohesion} + \underbrace{4\sqrt{\gamma_{Clay}^{LW} \gamma_{Polymer}^{LW}}}_{Adhesion}$$

$$- \underbrace{4\sqrt{\gamma_{Clay}^+ \gamma_{Clay}^-}}_{Cohesion} - \underbrace{4\sqrt{\gamma_{Polymer}^+ \gamma_{Polymer}^-}}_{Cohesion} + \underbrace{4\sqrt{\gamma_{Clay}^+ \gamma_{Polymer}^-}}_{Adhesion} + \underbrace{4\sqrt{\gamma_{Clay}^- \gamma_{Polymer}^+}}_{Adhesion}$$

When $\Delta G_{Clay / Polymer / Clay}^{IF} > 0$, it means the adhesion energies between polymer and clay is higher than the cohesion energies of clay and polymer. The clay platelets, in this case, repel each other in the polymer matrix, and as a result, a homogeneous dispersion and exfoliation of clay particles occur. If $\Delta G_{Clay / Polymer / Clay}^{IF} < 0$, clay particles form agglomerates in the polymer matrix during melt blending.^{5,6}

The $\Delta G_{Clay / Polymer / Clay}^{IF} > 0$, for PBT and PET was positive for Nanomer I44P, 0.37 mJ/m² and 13.01 mJ/m², respectively, while for the Nanomer I30P, the value is positive only for PET 3.69 mJ/m², and negative for PBT -1.69 mJ/m². Thus this value can be a useable tool to evaluate the compatibility of polymer with clay

surfaces without any preparation of the polymer-clay nanocomposites.

We tested this by preparation of 10% clay contained masterbatches. To evaluate the dispersibility, we measure the IV value of masterbatches. The IV value for PBT/I44P was higher than, IV value of PBT/30P. Thus it is can easily be explained with better compatibility of Nanomer I44P with PBT. Similar trends were observed in the prepared PET-clay nanocomposite fibers. However, both nanocomposite fibers have less tenacity than virgin polymer.

CONCLUSIONS

The calculation of SFE of nanoclays successfully evaluated polymer-clay compatibility. The $\Delta G_{Clay / Polymer / Clay}^{IF}$ value for PBT-nanoclay and PET-nanoclay was calculated; the data explained the differences in the properties of produced masterbatches and PEP-clay nanocomposite fibers.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

Future work is a study with homemade nanoclays, as well as is optimizing the melt spinning process in order to produce nanocomposite fibers with better mechanical properties.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

We acknowledge financial support from the Turkish Ministry of Science, Industry, and Technology, and Korteks Mensucat Tic. San. A.Ş. (Bursa, Türkiye) through the San-Tez Projects (Industrial Ph.D. Projects) (Project number: 00492.STZ.2009-2).

LITERATURE

- [1] K. Karmena, Nanoclays and their emerging markets, in: M. Xanthos (Ed.), *Funct. Fill. Plast.*, Willey-VCH Verlag CMB&Co KGA, 2005: pp. 163–174.
- [2] F. Boylu, R. Hojiyev, G. Ersever, Y. Ulcay, M.S. Çelik, *Sep. Sci. Technol.* 47 (2012) 842–849.
- [3] R. Hojiyev, G. Ersever, İ.E. Karağaçlıoğlu, F. Karakaş, F. Boylu, *Appl. Clay Sci.* 127–128 (2016) 105–110.
- [4] R. Hojiyev, Y. Ulcay, M.S. Çelik, *Appl. Clay Sci.* 146 (2017) 548–556.
- [5] Rustam Hojiyev, Y. Ulcay, M.S. Çelik, *Polym. Sci. Ser. A.* 62 (2020) 392–406.
- [6] R. Hojiyev, Y. Ulcay, M. Hojamberdiev, M.S. Çelik, *W.M. J. Colloid Interface Sci.* 497 (2017) 393–401.

Electrospun Nanofiber Based Rotational Standard Fog Collector

ALAM, Mohammad Shohag¹, Demir, Prof.Dr.Ali²
Istanbul Technical University¹, İ.T.Ü. TemagLaboratuvarı, TekstilTeknolojileri ve Tasarımı
Fakültesi²
Alam@itu.edu.tr

PURPOSE

A structure of a rotational standard fog collector (1m²) is being considered to be designed by combining a surface coated thick mesh (Raschel) & a thin electrospun nanofiber(Cellulose Acetate) due to their superhydrophilic&superhydrophobic nature.

INTRODUCTION

Availability of clean water resources is a great concern around the world towards almost 1 billion people(Shigezawa et al. 2016). Globally, we are also consuming almost 4 trillion cubic meter of clean water within a year. Due to this reason, we are always facing natural disaster like droughts. Besides this, agricultural & industrial sectors are also putting their hands towards water pollution. For these reasons, we are in need of an alternate renewable source of water. 'Fog' can be used with several innovative technologies. From 1900 to 2010, to establish fog collection theory, a series of technological developments happened within South Africa, Chili & Germany(Fessehaye et al. 2014).During 1900s, scientists from South Africa have used rain gauges to measure the fog collection & the medium was vegetation process. This was even before the thought of standard fog collector (Lightfoot 1996). Later on, Schemenauer and Cereceda have brought the concept of standard fog collector to calculate the amount of fog precipitation (Schemenauer and Cereceda 1994a). After the implementation, even the air force of South Africa has been introduced with a larger project regarding to it. And they have been quite successful to collect water efficiently with an average of 31m³ within a month (Olivier 2002). In 1987, Chile have been consistent to produce clean water with the set-up of 100 fog collector in a hilly area near to a village where at most 300 people each got more than 30L of water in each day (Schemenauer, Fuenzalida, and Cereceda 1988; Schemenauer and Cereceda 1994b; Larrain et al. 2002). From there, many successful projects related to fog collectors have been initiated globally especially within high elevation areas.

In fog collection technology, surface coating over mesh materials is an innovative idea. There are mainly three kinds of mesh materials are available: Raschel mesh, a robust material with stainless mesh (Co-knitted with polymer material) & 3-D structure (1 cm thickness) of poly material. Shading co-efficients (35%, 40% &

60%) are critical parameters while choosing mesh material (Schemenauer and Cereceda 1994a; Klemm et al. 2012). There are plenty of options are available like ZnO, Teflon, Hydrobead to produce surface coated mesh material for high efficiency (Rajaram et al. 2016).

Electrospun nanofibers are having enhanced mechanical properties (Alamir et al. 2019).Several studies have been carried out with electrospun nanofibers for fog collection purpose. Alamir et al. have showed increment up to 58% in fog collection by using polyacrylonitrile (PAN) and polyvinyl chloride (PVC)(Alamir 2017). Lalia et al. Also highly enlightened the use of lubricants (total quartz oil and Krytox 1506) impregnation over electrospun nanomats (PVDF-HFP polymer based) (Lalia et al. 2013). Fiber combination is being also performed with nylon mesh (Shigezawa et al. 2016).

From the above research & inspiration, a 360⁰ rotational standard fog collector (RSFC) is being proposed to design with hydrobead coated rashcel mesh (35% shading co-efficient) along with Cellulose Acetate (CA) based electrospun nanofibers. The proposed design method is completely supportive while maintaining superhydrophobic and superhydrophilic manner to collect maximum water from fog.

DESIGN

Material

- **Structural:** 1m²aluminum frame, tension springs, trough, telescopic bar, water tubes, axial bearings, foldable legs &braces.
- **Mesh materials:**Raschel mesh (35%), hydrobead& CA to dissolve in a solvent (4:1) of N, N-dimethyl-formamide& acetone.

Method

- For structural mechanism, parts are designed through solidworks&selected according to the standard of materials.
- Raschel mesh is to be surface coated with hydrobead& for thin fiber electrospinning method is to be used with cellulose acetate.

ALAM, Mohammad Shohag- 0000-0002-9870-5804
DEMIR, Ali- 0000-0001-8898-9412

DESIGN RESULTS AND DISCUSSIONS

Structural designs (Figure 1 & 2) of the proposed fog collector are completely followed several design criteria's like: Wind speed, Liquid water content, Size distribution of fog droplets, Size & arrangement of mesh. Axial bearing support helps to rotate the model such that it can resist force up to 552.4 N with no loss of water. Collection capacity is 26L/h based on literature samples (11).

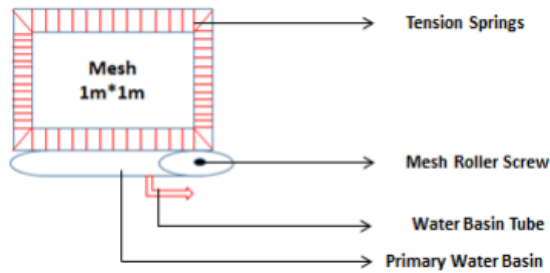


Figure1.Mesh Frame

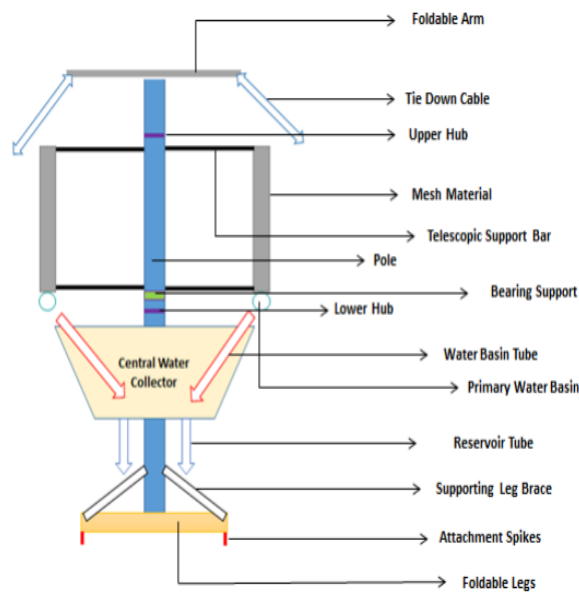


Figure2.Rotational Standard Fog Collector

Thick (Raschel)& thinnanofiber(Cellulose Acetate) combination is being followed to enhance the performance of the fog collector. It follows hydrophobic & hydrophilic manners (Figure 3.).

ALAM, Mohammad Shohag- 0000-0002-9870-5804
DEMIR, Ali- 0000-0001-8898-9412

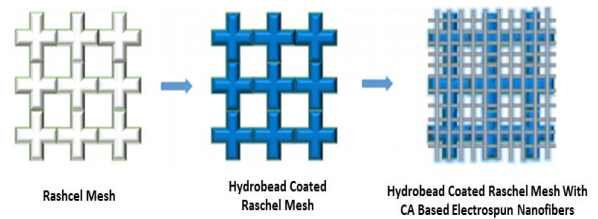


Figure3.Hydrophobic & Hydrophilic Fiber Combination

Surface coating brings high contact angle (Above 155°) & low hysteresis (2°). Cellulose acetate is to be combined with coated raschel mesh to reduce the burden & gain high surface area with aeration capability. Void size can be regulated. Even small droplets of water can be collected easily.

CONCLUSIONS

Traditional standard fog collector is an old concept due technical issues. It cannot withstand extreme windy condition. To solve this issue, it is being suggested to use a rotational frame structure to face windy condition. To enhance the fog collection capacity raschel mesh is being suggested to coat with hydrobead that brings superhydrophobic water formation. Then, electrospun fine fibers are being considered from bio-inspiration to support the mesh net as it improves the voids and porosity.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

To enhance the collection efficiency of a standard rotational fog collector, mesh materials like robust material with stainless mesh, 3-D structure & nylon can be well experimented through surface coating & electro-spinning.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The authors express their gratitude towards İ.T.Ü. TemagLaboratuvarı, TekstilTecnolojileri ve TasarımıFakültesi for the support.

LITERATURES

- Alamir, Mohammed Abdullah
2017 Designing and Evaluating Superhydrophilic Nanofiber Mats for Catching Fog in the Atmosphere. PhD Thesis, Wichita State University.
- Alamir, Mohammed Abdullah, Ibrahim M. Alarifi, Waqar A. Khan, Waseem Sabir Khan, and Ramazan Asmatulu
2019 Electrospun Nanofibers: Preparation, Characterization and Atmospheric Fog Capturing

Capabilities. *Fibers and Polymers* 20(10). Springer: 2090–2098.

Fessehaye, Mussie, Sabah A. Abdul-Wahab, Michael J. Savage, et al.
2014 Fog-Water Collection for Community Use. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 29. Elsevier: 52–62.

Klemm, Otto, Robert S. Schemenauer, Anne Lummerich, et al.
2012 Fog as a Fresh-Water Resource: Overview and Perspectives. *Ambio* 41(3). Springer: 221–234.

Lalia, Boor Singh, Sushant Anand, Kripa K. Varanasi, and Raed Hashaikeh
2013 Fog-Harvesting Potential of Lubricant-Impregnated Electrospun Nanomats. *Langmuir* 29(42). ACS Publications: 13081–13088.

Larrain, H., F. Velásquez, P. Cereceda, et al.
2002 Fog Measurements at the Site “Falda Verde” North of Chañaral Compared with Other Fog Stations of Chile. *Atmospheric Research* 64(1–4). Elsevier: 273–284.

Lightfoot, Dale R.
1996 The Nature, History, and Distribution of Lithic Mulch Agriculture: An Ancient Technique of Dryland Agriculture. *The Agricultural History Review*. JSTOR: 206–222.

Olivier, J.
2002 Fog-Water Harvesting along the West Coast of South Africa: A Feasibility Study. *Water Sa* 28(4): 349–360.

Rajaram, Mithun, Xin Heng, Manasvikumar Oza, and Cheng Luo
2016 Enhancement of Fog-Collection Efficiency of a Raschel Mesh Using Surface Coatings and Local Geometric Changes. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 508. Elsevier: 218–229.

Schemenauer, Robert S., and Pilar Cereceda
1994a A Proposed Standard Fog Collector for Use in High-Elevation Regions. *Journal of Applied Meteorology* 33(11): 1313–1322.
1994b Fog Collection’s Role in Water Planning for Developing Countries. *In Natural Resources Forum* Pp. 91–100. Wiley Online Library.

Schemenauer, Robert S., Humberto Fuenzalida, and Pilar Cereceda
1988 A Neglected Water Resource: The

Camanchaca of South America. *Bulletin of the American Meteorological Society* 69(2). American Meteorological Society: 138–147.

Shigezawa, Naoki, Fuyu Ito, Yasushi Murakami, Shigeru Yamanaka, and Hideaki Morikawa
2016 Development of Combination Textile of Thin and Thick Fiber for Fog Collection Bioinspired by *Burkheya Purpurea*. *The Journal of The Textile Institute* 107(8). Taylor & Francis: 1014–1021.

PVDF Nanoliflerin Çözeltiden Üfleme Yöntemiyle Üretiminde Çözücülerin ve Hava Basıncının Etkisi

ÇALIŞIR, Mehmet Durmuş¹, KILIÇ, Ali², DEMİR, Ali²

¹Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi

²İstanbul Teknik Üniversitesi, Tekstil Teknolojileri ve Tasarımı Fakültesi

mehmetdurmus.calisir@erdogan.edu.tr

Mehmet D. CALISIR: 0000-0002-5916-9666

Ali DEMİR: 0000-0001-8898-9412

Ali KILIÇ: 0000-0001-5915-8732

AMAÇLAR

Bu çalışmada PVDF liflerin çözeltiden üfleme yöntemi (solution blowing, SB) ile üretiminde çözelti tiplerinin ve hava basıncının lif oluşumuna etkisi incelenmiş, minimum sayıda kusur (damlacık, lif demeti (bundle) vs.) içeren fibril yapılarının üretimi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Polyvinilidin florür (PVDF) termoplastik bir floropolimer olup, sahip olduğu yüksek esneklik, kimyasal saflık ve kararlılık ve kristal yapısına bağlı olarak göstermiş olduğu piezoelektrik özellikleri ile ön plana çıkmaktadır. PVDF nanofibril (NF) yapıları sensörler, transdüserler, enerji üretimi ve hava filtreleri gibi uygulama alanlarında kullanım bulmaktadır¹.

Nanofibril yapılarının üretiminde geleneksel olarak elektroçirme (elektrospinning, ES) yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntemde uygulanan elektrik alan kuvvetlerinin polimer çözeltisinin viskoelastik ve yüzey gerilimi kuvvetlerini yenmesi sonucunda lifler elde edilmektedir. Her ne kadar düzenli ve ince lif yapılarının üretimine olanak verse de yöntemin düşük üretim hızı ve elektrik alanının doğurduğu güvenlik problemleri yeni nanolif üretimi yöntemlerinin araştırılmasına yol açmıştır².

SB yöntemi yenilikçi bir yöntem olup, bu yöntemde polimer çözeltisi, eş eksenli olarak yüksek hızla akan havanın oluşturduğu kesme kuvvetlerinin etkisi ile lif formuna dönüşmektedir. Ortamda elektrik alanının olmayışı, ES'de bulunan elektrik alan ve çözelti iletkenliği gibi parametreleri iptal etmekte, onun yerine hava akış debisi (hava basıncı), havanın çözelti ile temas açısı gibi parametreleri ortaya çıkarmaktadır².

Lif üretim yöntemlerinde çözelti jetindeki polimer zincirinin dolaşıklık (entanglement) derecesi elde edilen fibril yapıdaki kusur miktarına direkt etki etmektedir. Dolaşıklık derecesi kullanılan polimerin moleküler ağırlığı, çözeltinin konsantrasyonu ve çözücü tipi ile kontrol edilebilmekte olup, dolaşıklık derecesi yüzey gerilim kuvvetlerinden yeteri kadar büyük olduğunda daha devamlı polimer jetleri elde edilir. Böylece toplayıcıda düzgün ve hatasız lif

toplanabilmektedir. Polimer jeti dolaşıklık derecesi çok düşük olduğunda toplayıcıda ıslak bir film ya da damlacıklı/boncuklu lifler olarak toplanacak veya çok yüksek olduğunda ise nozul ucunda donarak üretim sıkıntılarına yol açacaktır³.

Çözelti esaslı lif üretim metodlarında çözücü seçiminde i) seçilen çözücünün kullanılan polimeri tamamen çözmesi, ii) uygun kaynama noktasına (uygun buharlaşma hızına) sahip olması gerekmektedir. Tablo 1'de PVDF polimerinin ve bu çalışmada kullanılan çözücülerin Hansen çözünürlük parametreleri verilmiştir⁴. Genel olarak çözünürlük parametreleri birbirine yakın olan çözücü ve polimerlerin iyi çözüldüğü bilinmektedir. PVDF'in bu üç çözücü içinde iyi çözüldüğü bilinmekte olup, polar çözücülerin polar polimerleri daha iyi çözdüğünden polar bir molekül olan PVDF'in yüksek dipol momente sahip DMSO içinde daha iyi çözünmesi beklenmektedir⁵.

Buharlaşma hızının kaynama noktası ile ilişkili olduğu göz önüne alındığında düşük kaynama noktası sahip çözücüler nozul/iğne tıkanmalarına ve kusurlu lif yapılarına sebebiyet verirken, yüksek kaynama noktası sahip çözücüler ise polimer jetinin toplayıcı yüzeyine ıslak bir şekilde gitmesine neden olacaktır³.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada PVDF (Kynar, Flex 2800), dimetilformamid (DMF, Merck), dimetilasetaid (DMAc, Merck), dimetilsulfoksit (DMSO, Merck) kullanılmıştır. PVDF bu çözücülerde ağırlıkça %12 olacak şekilde 60 °C'de 12 saat boyunca karıştırılarak çözdürülmüş, oda sıcaklığında viskozite ölçümleri yapılmıştır.

Yöntem

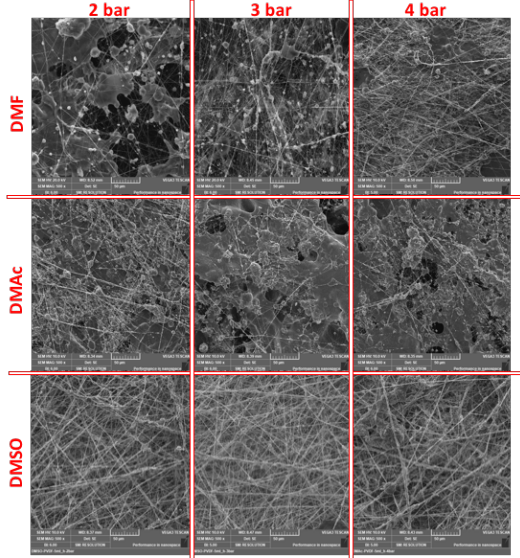
SB metodu ile 45 cm mesafesinden 5 ml/h besleme hızı ve farklı hava basınçları (2, 3, 4 bar) ile lif üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen lifler elektron mikroskobu (Tescan Vega 3) ile incelenmiş, lif çapları ölçümleri ImageJ programı kullanılarak ortalama 70 lif üzerinden yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Çözeltilerinin viskozite değerleri tablo 1’de verilmiştir. En viskoz çözelti DMSO kullanılarak elde edilmiştir. Polimer çözeltilerinde viskozitenin polimer-çözücü etkileşimlerinin bir sonucu olduğu ve etkileşim miktarı arttıkça çözeltilerin viskozitenin arttığı bilinmektedir⁶. Bu durumun yüksek viskoziteye sahip çözeltilerde çözücünün dolaşık zincirlerden oluşan polimer jeli etrafına yayılmasını sağladığı ve yüzey geriliminden daha az etkilenecek damlacık oluşturma eğilimini düşürdüğü söylenebilir.

Tablo 1. Hansen çözünürlük parametreleri⁵ (HSP, MPa^{1/2}) ve çözeltilerin viskozite (mPa.s) değerleri

	Ød	Øp	Øh	Ør	Viscosity
PVDF	17.2	12.5	9.2	23.2	
DMF	17.4	13.7	11.3	24.8	196.9
DMAc	16.8	11.5	10.2	22.7	262.8
DMSO	18.4	16.4	10.2	26.7	689.8

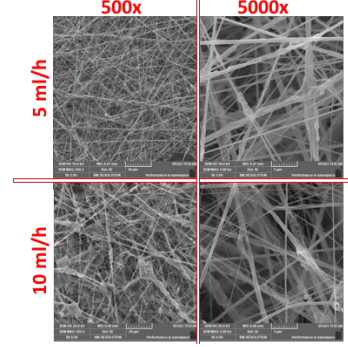


Şekil 1. Farklı çözeltilerden üretilmiş PVDF NF yapılarına ait 500x büyütmedeki SEM görüntüleri

SEM görüntüleri incelendiğinde (şekil 1) düşük hava basıncında PVDF/DMF çözeltisinden sağlıklı bir lif üretimi mümkün olmaz iken artan hava basıncı lif oluşumunu iyileştirmiştir. Artan hava basıncının polimer üzerine etkileyen kesme kuvvetlerini ve çözücünün buharlaşma hızını artırarak damlacık oluşumunun önüne geçtiği söylenebilir. PVDF/DMAc çözeltisi kullanılarak yapılan üretimlerin tümünde genel olarak toplayıcıya ıslak giden çözeltinin oluşturduğu polimer filmleri arasında dağılmış boncuklu lifler varken, artan hava basıncı lif oluşumunu negatif etkilemiştir. PVDF/DMSO çözeltisi kullanıldığında ise en kusursuz NF yapılarının üretildiği görülmektedir. Bu durum PVDF/DMSO çözeltisinin yüksek viskozitesinin bir sonucu olduğu söylenebilir.

Ancak artan hava basıncı bu örneklerde boncuk oluşumunu arttırmıştır.

PVDF/DMSO kullanılarak 3 barda ve 2 kat fazla besleme ile ayrı bir üretim yapılmış, burada NF yapılarındaki lif demetlenmesinin arttığı görülmüştür (şekil 2). Münferit liflerden yapılan ölçümlerde lif çapları 5 ml/sa için $205 \pm 9,3$ nm ve 10 ml/sa için $156 \pm 4,7$ olarak ölçülmüştür.



Şekil 2. Farklı besleme hızlarında ve 3 bar hava basıncında PVDF/DMSO çözeltisi kullanılarak üretilen NF yapılarına ait SEM görüntüleri

GENEL SONUÇLAR

Bu sonuçlara göre, PVDF liflerinin SB yöntemi ile üretilmesinde en iyi çözücünün DMSO, hava basıncının 3 bar ve besleme hızının 5 ml/sa olduğu söylenebilir. Ayrıca DMSO'nun toksik olan DMF ve DMAc'ya göre daha az zararlı olması çevre kirliliği ve insan sağlığı açısından bir diğer avantajdır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Çözeltilerin yüzey gerilimlerinin ve reolojik ölçümlerinin yapılması hava basıncı ile artan kesme kuvvetlerinin çözeltinin lif oluşturma kabiliyetine etkisini anlamaya yardımcı olacaktır.

KAYNAKLAR

1. Alhassan ZA, vd. Polyvinylidene Difluoride Piezoelectric Electrospun Nanofibers: Review in Synthesis, Fabrication, Characterizations, and Applications, J Nanomater. Hindawi; 2018.
2. Stojanovska E, vd. A review on non-electro nanofibre spinning techniques. RSC Advances. 2016;6(87):83783-801.
3. Haider A, vd. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. Arab J Chem. 2018;11(8):1165-88.
4. Bottino A, vd. Solubility parameters of poly(vinylidene fluoride). J Polym Sci Pol Phys. 1988;26(4):785-94.
5. Nishiyama T, vd. Effect of solvents on the crystal formation of poly(vinylidene fluoride) film prepared

by a spin-coating process. Polym J. 2017;49(3):319-25.
6. Oliveira J, vd. Effect of Solvent on the Physical and Morphological Properties of Poly(Lactic Acid) Nanofibers Obtained by Solution Blow Spinning. J Eng Fiber Fabr. 2014;9(4):155892501400900400.

An Optimization Study on Centrifugal Spinning via Polyamide 6 Solution

GUNGOR, Melike¹, KILIÇ, Ali¹

¹TEMAG Laboratory, Faculty of Textile Tech. and Design, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey
alikilic@itu.edu.tr

Melike GÜNGÖR Orcid No: 0000-0002-2124-3787

Ali KILIÇ Orcid No: 0000-0001-5915-8732

PURPOSE

Centrifugal spinning system is one of the nanofiber production methods. Since this method is new, there are still unexplored issues in system parameters. In this study, it was aimed to shed light on these issues by producing fiber with polyamide 6 (PA6) solution.

INTRODUCTION

Polyamide 6 is a crystalline polymer with 6 carbons in its main chain, formed by adding a diacid to one end and a diamine to the other end of the carbon chain [1]. It exhibits high mechanical balance strength and abrasion resistance. Also, it can withstand temperatures between 80-150°C for a long time [1]. In addition, due to its low cost and mechanical performance [2], [3] it is aimed to optimize the centrifuge spinning system by preparing a solution with polyamide 6 polymer, which is widely used in nanofiber production as well as in many areas. Centrifugal spinning method is a nano-micro fiber production system which is safe and has low production cost [4]. In the centrifugal spinning system, there is a two-needle nozzle that can rotate up to 10,000.00 rpm. The solution accumulates in the internal solution chamber of the nozzle. Thanks to the high rotation speeds, the solution coming out of the needle tip is elongated by the effect of centrifuge and friction forces [5], [6] and the solvent above it evaporates and is collected the form of fiber onto the vacuum collector. Due to its high rotation speed, it is possible to produce with viscous solutions with this system. Solution concentration, evaporation point of solvent, rotation speed of nozzle, nozzle-collector distance are the basic parameters for fiber production in centrifugal spinning [5], [7]. With this system, it is possible to obtain fibers that are homogeneous, aligned and without droplets [8], [9].

In this study, polyamide fibers were obtained by using different PA6 solution concentrations and needles with different needle diameters. Fiber morphology of each production was examined under scanning electron microscope and fiber diameters were measured. At the same time, the productions were examined by measuring the air permeability values of the PA6 fiber mats produced in 5 ml solution amounts.

EXPERIMENTAL

Material

The polyamide 6 polymer (BASF, B27) was mixed on the magnetic stirrer until a homogeneous solution was obtained at concentrations of 15, 20, 25wt.% in Acetic acid: Formic acid solvents in a ratio of 2: 1. Acetic acid (99.9% pure) is product of Tekkim and formic acid (98.9% pure) is product of Merck.

Method

Initially prepared PA6 solutions were produced using only 21 gg needles at different rotation speeds (4000, 6000, 8000

rpm). Thus, the effect of rotation speed and solution concentration on fiber diameter was investigated. Later, it was produced PA6 solution with 25wt.% solution concentration and by using needles of different diameters (21, 18, 16 gg) at different rotation speeds (4000, 6000, 8000) again. In these productions, the effects of needle diameter on production, fiber diameter and fiber morphology were examined.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The solution and production parameters used in production are as shown in table 1 and table 2.

Table 1. The table of the parameters of the productions

Samples Code	Solution Concentrations (wt.%)	Rotational speed of nozzle (rpm)	Needle size (gg)	Solution Feeding Rate (ml/sa)
CS 1	15	4000 6000 8000	21	20
CS 2	20		18	50
CS 3	25		16	100
CS 4	25			
CS 5	25			

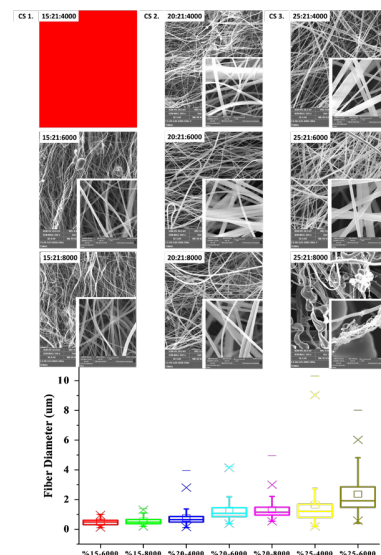


Figure 1. SEM images (scale 5 μ m and 2 μ m) and fiber diameter distribution graphics of PA6 fibers produced at different concentrations (15, 20, 25 wt.%) with a 21 gg needle

In the production with a needle with 21 gg needle, the most smooth fiber production was carried out with PA6 solution with 20wt.% solution concentration. The 15wt.% solution concentration could not be produced at 4000 rpm due to its low viscosity. Droplet fibers were formed at 6000 rpm. While the best fiber production was realized at 8000 rpm, the diameters of the fibers had the lowest diameter compared to the other productions. When the solution concentration was increased to 25wt.%, the viscosity increased considerably. Increased viscosity did not allow production at high rpm values. For this reason, smooth fiber formation was not observed at 8000 rpm.

Larger needle diameters enable production with higher concentrated solutions. For this reason, keeping the 25wt.% solution concentration constant, the same productions were repeated with needles of 18 gg and 16 gg and the morphology of the fibers formed was examined. In these productions, the most suitable fiber formation was observed in the productions made with 18 gg needle. When the fiber diameters are examined, as the nozzle rotation speed increases in the productions made for each needle, the fiber diameters increase a little. However, since diameter of the 16 gg needle is quite large for PA6 polymer in centrifugal spinning, fiber formation with increasing rpm could not be observed.

At the same time, all fibers produced were at the micron level. As the concentration increases, the fiber diameters increase.

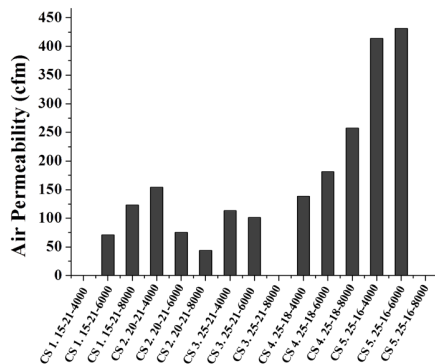


Figure 2. The graph of Air permeability values of the samples according to ASTM D737 standard

The air permeability values of the productions generally show values compatible with the fiber diameters. This situation is reversed in production using 20wt.% and 25wt.% concentrated solutions and 21 gg needle. In these productions, although the distribution of fiber diameter increases with increasing rpm, the obtained air permeability values decrease. The reason for this is that the most uniform and sufficient production without droplets is achieved with increasing rpm in the production with a 20wt.% concentration solution. In addition, even if the fibers that can be formed in made production with low concentration solution at low rpm, and with, high concentration solution, large needle diameter at low rpm are in the form of smooth fibers, the whole solution coming out of the needle cannot pass into fiber form. For this reason, the amount of fiber collected on the collector is low. This causes the air permeability values to increase.

CONCLUSION

According to this study, SEM images, fiber diameters and air permeability values were examined. Looking at the SEM images, it is seen that the fibers produced by centrifugal spinning are quite smooth, and when the fiber diameters are examined, the fiber diameters of the fibers produced with this system are at micron levels. Compared to other nanofiber production systems, it is possible to produce with needles of 22-16 gg in centrifuge spinning. Thicker fibers are obtained with increasing needle diameter. Air permeability values are high in productions with thick fiber diameter and low fiber amount.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

It is aimed to produce PA6 filter samples in centrifugal spinning with the production parameters (20wt.% PA6, 21 gg needle, 8000rpm) having the best fiber form.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The authors gratefully acknowledge AREKA Group LLC (www.arekananofiber.com) for donation of the Nanocentrino™.

REFERENCES

- [1] "Film Properties of Plastics and Elastomers - 4th Edition". <https://www.elsevier.com/books/film-properties-of-plastics-and-elastomers/mckeen/978-0-12-813292-0> (erişim Ağu. 12, 2020).
- [2] I. B. Page, *Polyamides as engineering thermoplastic materials*. Shawbury, Shrewsbury, Shropshire, U.K.: Rapra Technology Ltd., 2000.
- [3] "Modification of Air Filter Media with Nylon-6 Nanofibers - Lei Li, Margaret W. Frey, Thomas B. Green, 2006". <https://journals.sagepub.com/doi/abs/10.1177/15589250060100101> (erişim Ağu. 12, 2020).
- [4] X. Zhang ve Y. Lu, "Centrifugal Spinning: An Alternative Approach to Fabricate Nanofibers at High Speed and Low Cost", *Polymer Reviews*, c. 54, sy 4, ss. 677-701, Eki. 2014, doi: 10.1080/15583724.2014.935858.
- [5] E. Stojanovska, M. Kurtulus, A. Abdelgawad, Z. Candan, ve A. Kilic, "Developing lignin-based bio-nanofibers by centrifugal spinning technique", *International Journal of Biological Macromolecules*, c. 113, ss. 98-105, Tem. 2018, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2018.02.047.
- [6] E. Stojanovska vd., "A review on non-electro nanofibre spinning techniques", *RSC Adv.*, c. 6, sy 87, ss. 83783-83801, Eyl. 2016, doi: 10.1039/C6RA16986D.
- [7] G. Melike, M. D. Calisir, Y. Akgul, S. Selcuk, D. Ali, ve A. Kilic, "Submicron aerosol filtration performance of centrifugally spun nanofibrous polyvinylpyrrolidone media", *Journal of Industrial Textiles*, s. 1528083719865041, Tem. 2019, doi: 10.1177/1528083719865041.
- [8] N. A. S. Gundogdu, Y. Akgul, ve A. Kilic, "Optimization of centrifugally spun thermoplastic polyurethane nanofibers for air filtration applications", *Aerosol Science and Technology*, c. 52, sy 5, ss. 515-523, May. 2018, doi: 10.1080/02786826.2018.1433813.
- [9] M. D. Calisir ve A. Kilic, "A comparative study on SiO2 nanofiber production via two novel non-electrospinning methods: Centrifugal spinning vs solution blowing", *Materials Letters*, c. 258, s. 126751, Oca. 2020, doi: 10.1016/j.matlet.2019.126751.

CHAPTER / SESSION / OTURUM

3

Fibers & Polymers: Medical applications and tissue engineering

**Moderator: Hüseyin Avcı
Session Attendant: Büşra Ateş**

Fabrication of Antibacterial Orange Essential Oil–Loaded Gelatin Fibers

PARIN¹, Fatma Nur, YILDIRIM^{1,2}, Kenan, KAVÇAK³, Özge, KALEMTAŞ³, Ayşe, AYDIN^{4*}, Gülsüm

¹Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Polymer Materials Engineering, Bursa Technical University, Bursa, Turkey

²Bursa Technical University, Central Research Laboratory, Bursa, Turkey

³Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Metallurgical and Materials Engineering, Bursa Technical University, Bursa, Turkey

⁴Faculty of Science, Department of Biotechnology, Selcuk University, Konya, Turkey

gkalemtas@gmail.com

PURPOSE

Gelatin, a natural biomaterial, has a wide application area in various industries such as pharmaceutical, food, cosmetic and biomedical applications due to its attractive properties, namely biocompatibility, biodegradability, non-toxic properties, hydrophilic nature, non-immunogenicity, commercial availability, and cost-effectiveness. Recently gelatin nanofibers are popular materials for various applications. The incorporation of essential oils into the gelatin nanofibers enhances the properties of the gelatin-based structures. Depending on the type of used essential oil, it is possible to considerably enhance the fibers' antibacterial properties. Orange essential oil (OEO) was used to achieve the desired antibacterial activity. The current study is focused on the fabrication of fibrous antibacterial gelatin structures via the electrospinning method.

INTRODUCTION

Continuous fibers in various dimensions, from the submicron down to the nanometre diameter, can be produced using electrospinning. Electrospinning has the advantages of flexibility, versatility, and ease of fiber production. [1, 2] Polymers, metals, ceramics, and composite materials can be used to produce nanofibers using electrospinning directly or through post-spinning processes. [1, 3-8] Electrospinning provides design flexibility to produce multicomponent, porous, hollow, and core-sheath fibers from numerous materials. [3, 4, 9-13]

Nanofibers have attractive properties such as high specific surface areas (SSAs), highly porosity, low density, and small diameters, therefore, these materials are used as catalysts, as membranes for filtration

systems and energy storage, as agents for controlled drug delivery systems, as cell scaffold in tissue engineering and medical patches for pharmaceuticals applications and materials. [14-16]

Essential oils (EOs), aromatic oily liquids, are volatile substances achieved naturally from various plant parts such as fruits, flowers, buds, roots, herbs, seeds, twigs, wood, bark, and leaves. [17, 18] EOs are produced by plants as secondary metabolites, and represent antiviral, antibacterial, insecticidal, and antifungal properties. [18] Due to these attractive properties EOs are used in many industries such as pharmaceutical, cosmetic, perfumery, and fragrances. [19] In the current study OEO is used. OEO has antioxidant, germicidal, and anti-carcinogenic properties [20] and also OEO is an important antibacterial agent due to the d-limonene in its structure [21].

In this study, gelatin and OEO-loaded gelatin fibers were produced by the electrospinning method. SEM and FT-IR analysis were used to characterize the produced fibers. Antibacterial activity of the electrospun fibers were tested against the Gram (-) bacterium *E. coli* and the Gram (+) bacterium *S. aureus*.

EXPERIMENTAL

Material

In this study, gelatin from bovine skin (80 Bloom, type B) (Tito, Turkey) and glacial acetic acid (CH₃COOH) with 99.5 % purity (Sigma Aldrich ® Chemical Company) were used. The OEO was purchased from (Dermosoft, Turkey). Distilled water was used throughout the experiments.

Method

Fabrication of Fibers

Gelatin was dissolved in a binary-solvent solution system, pure water and acetic acid (7:3 w/w), to achieve a 25 % (w/w) gelatin solution by stirring for 2 hours at ambient conditions. Then, OEO was added into the gelatin solutions. The amount of the added OEO was 8 % (v/v) of the total solution. The electrospun gelatin fibers were fabricated by high voltage.

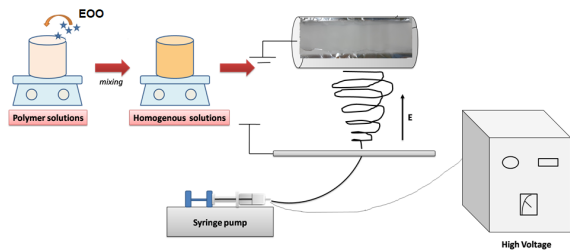


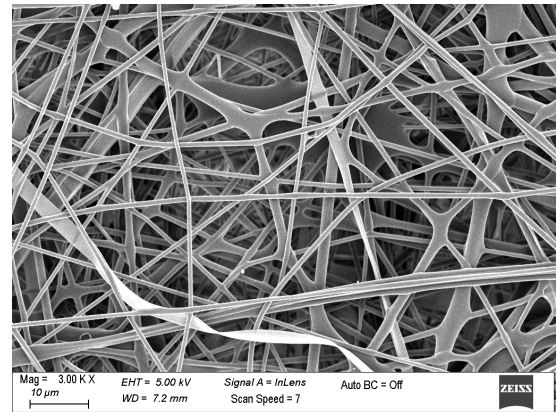
Figure 1. Schematic illustration of electrospinning method.

Antibacterial Activity

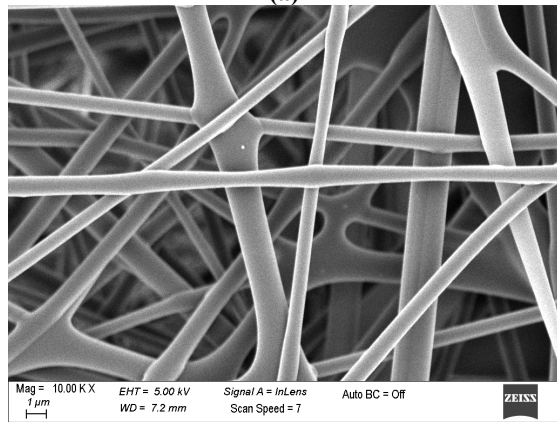
Antibacterial activity of the electrospun fibers were tested against the Gram (–) bacterium *E. coli* and the Gram (+) bacterium *S. aureus* using disc diffusion method. Single colonies of the bacteria were grown overnight in Nutrient Broth and then the cultures were diluted using 0.9% saline solution to obtain 10^7 – 10^8 CFU/mL. 100 μ L of the diluted bacterial cultures were spread onto Nutrient Agar. The fibers were cut into 1 cm diameter discs and put on the inoculated Nutrient Agar plates. The petri dishes were incubated at 37°C for 18 h and the transparent zones around the discs indicating antibacterial activity were observed.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

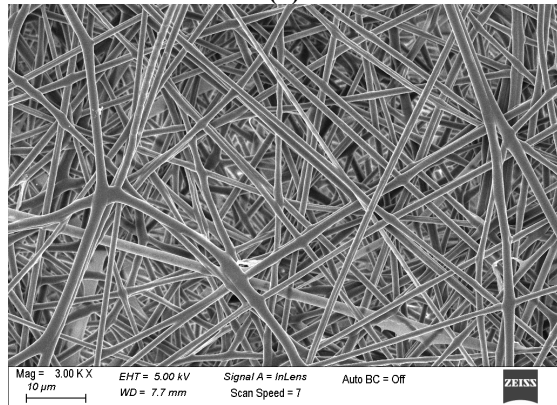
The morphological structure of gelatin and OEO-loaded gelatin fibers are presented in Fig. 3. The gelatin fibers showed a homogenous surface and bead-free web structure with an average fiber diameter of approximately less than 1000 nm. Incorporating OEO into the polymer solution leads to slightly thicker fiber morphology, and some parts of the fibers have a bone-like structure.



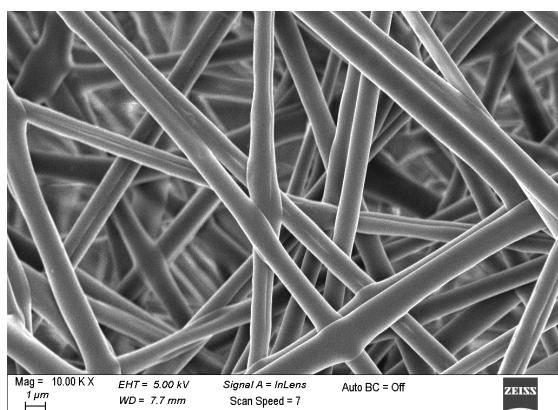
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 3. SEM micrographs of produced gelatin fibers. Neat gelatin fibers at (a) 3 kX and (b) 10 kX. OEO-loaded gelatin fibers at (c) 3 kX and (d) 10 kX.

The chemical structure of the produced fibers and OEO was characterized by FT-IR analysis to determine whether orange essential oil is involved in the gelatin fibers. The effect of the OEO agent is clearly observed in IR spectrums of the Gel-OEO fiber. The characteristic peaks of the neat gelatin were observed at the peak around 3273 cm^{-1} is related to the stretching vibration of N-H (amide II) and hydrogen bonding, and 2935 cm^{-1} and 2872 cm^{-1} proves $-\text{CH}_2$ stretching. A broad, strong peak at 1627 cm^{-1} and 1525 cm^{-1} corresponds to the stretching vibration of amide group [22, 23]. The OEO showed a characteristic peak at 1743 cm^{-1} which is identified as the stretch of the C=O bond due to the ester group [24]. The peak observed at 1644 cm^{-1} is related to vibrations of the C=C bonds occurring in the limonene and the peak at 3008 cm^{-1} is related to C-H stretching in the long C=C chain. The spectrum of OEO-loaded fibers, the peak at 2937 cm^{-1} , shifted to 2925 cm^{-1} , while 1525 cm^{-1} and 1032 cm^{-1} shifted to 1528 cm^{-1} and 1026 cm^{-1} , respectively. These slight changes are due to the physical interaction between OEO and the gelatin matrix.

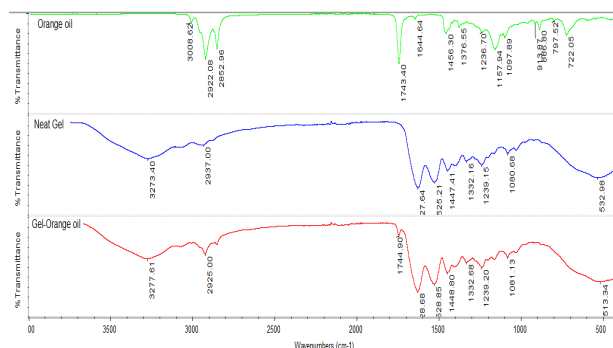


Figure 2. FTIR spectra of neat gelatin, OEO-loaded gelatin fiber, and OEO.

Antibacterial tests performed on the neat gelatin and OEO loaded gelatin fiber samples verified antibacterial effect of OEO loaded fibers against *S. aureus* (Fig. 4). No inhibitory activity was detected for neat gelatin fibers revealing that OEO is responsible for the antibacterial activity. Phenolic substances in essential oils are the main components conferring antimicrobial properties to these secondary metabolites. Citrus oils such as grapefruit, lime, bergamot, lemon and orange are reported to contain limonene, citral and linalool as the major components [25]. Orange oil contains d-limonene as its major antimicrobial agent and its antibacterial activity has also been observed by other authors [21, 26, 27].

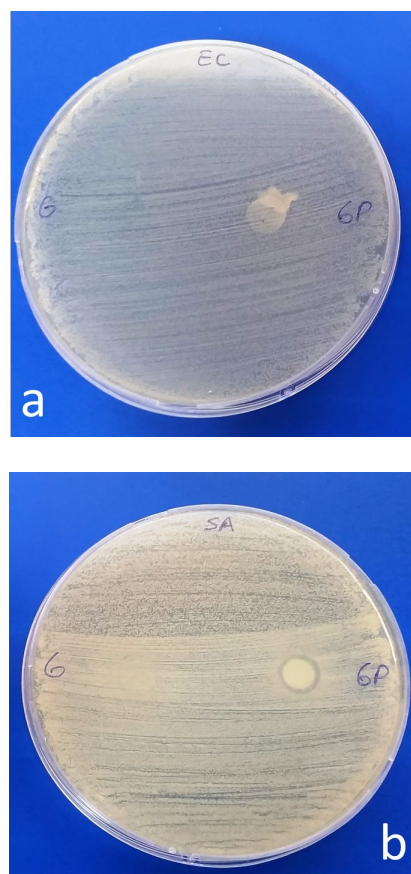


Figure 4. Antimicrobial activity of neat gelatin (G) and OEO loaded gelatin (GP) fibers. (a) Activity of fibers on *E. coli* and (b) activity of fibers on *S. aureus*. Neat gelatin fibers are transparent and non-visible on agar plates.

Although OEO loaded gelatin fibers were effective against *S. aureus*, no antibacterial activity was observed against *E. coli*. Gram (-) bacteria are

generally more resistant to antibacterial agents with respect to their Gram (+) counterparts. Essential oils exert their antimicrobial effect by attacking the phospholipid present in cell membranes which leads to increased permeability and leakage of cytoplasm, or by interacting with enzymes located on the cell wall [28]. Gram (-) bacteria have an external lipopolysaccharide wall surrounding the peptidoglycan cell wall. The lower antimicrobial activity of essential oils against Gram (-) bacteria is attributed to the cell wall lipopolysaccharides which may restrict diffusion of these compounds [29].

CONCLUSIONS

- Gelatin and OEO-loaded gelatin fibers were successfully fabricated by using the electrospinning method.
- FTIR analysis revealed that the orange oil was successfully incorporated into the gelatin fibers.
- SEM investigations revealed that the fiber diameters of OEO-loaded gelatin fibers are thicker than the neat sample.
- Antibacterial activity of OEO-loaded gelatin fiber samples showed antibacterial activity against *S. aureus*.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

- Electrospinning process conditions and fiber preparation solution composition can be adjusted to achieve better fiber surfaces and finer fibers.
- OEO loading ratio to the gelatin fibers can be optimized to achieve a better antibacterial activity.
- Antibacterial gelatin fibers loaded with OEO may be enriched with additives such as growth factors, pain relievers or hydroxyapatite and successfully used as a wound dress, or tissue scaffold.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge Bursa Technical University Central Research Laboratory (Bursa, Turkey) for the SEM analysis.

REFERENCES

[1] W.E. Teo, S. Ramakrishna, A review on electrospinning design and nanofibre assemblies, *Nanotechnology* 17(14) (2006) R89.
 [2] J. Doshi, D.H. Reneker, Electrospinning process and applications of electrospun fibers, *Journal of electrostatics* 35(2-3) (1995) 151-160.
 [3] A. Guo, M. Roso, M. Modesti, J. Liu, P. Colombo, Hierarchically structured polymer-derived ceramic

fibers by electrospinning and catalyst-assisted pyrolysis, *Journal of the European Ceramic Society* 34(2) (2014) 549-554.

[4] C. Xu, Z. Yu, K. Yuan, X. Jin, S. Shi, X. Wang, L. Zhu, G. Zhang, D. Xu, H. Jiang, Improved preparation of electrospun MgO ceramic fibers with mesoporous structure and the adsorption properties for lead and cadmium, *Ceramics International* 45(3) (2019) 3743-3753.
 [5] J.W. Rajala, H.U. Shin, D. Lolla, G.G. Chase, Core-shell electrospun hollow aluminum oxide ceramic fibers, *Fibers* 3(4) (2015) 450-462.
 [6] M. Bognitzki, M. Becker, M. Graeser, W. Massa, J.H. Wendorff, A. Schaper, D. Weber, A. Beyer, A. Götzhäuser, A. Greiner, Preparation of sub-micrometer copper fibers via electrospinning, *Advanced Materials* 18(18) (2006) 2384-2386.
 [7] C.-L. Zhang, B.-R. Lu, F.-H. Cao, Z.-Y. Wu, W. Zhang, H.-P. Cong, S.-H. Yu, Electrospun metal-organic framework nanoparticle fibers and their derived electrocatalysts for oxygen reduction reaction, *Nano Energy* 55 (2019) 226-233.
 [8] H. Wu, L. Hu, M.W. Rowell, D. Kong, J.J. Cha, J.R. McDonough, J. Zhu, Y. Yang, M.D. McGehee, Y. Cui, Electrospun metal nanofiber webs as high-performance transparent electrode, *Nano letters* 10(10) (2010) 4242-4248.
 [9] Y. Yang, T. Xia, W. Zhi, L. Wei, J. Weng, C. Zhang, X. Li, Promotion of skin regeneration in diabetic rats by electrospun core-sheath fibers loaded with basic fibroblast growth factor, *Biomaterials* 32(18) (2011) 4243-4254.
 [10] Y.-E. Miao, R. Wang, D. Chen, Z. Liu, T. Liu, Electrospun self-standing membrane of hierarchical SiO₂@ γ -AlOOH (Boehmite) core/sheath fibers for water remediation, *ACS applied materials & interfaces* 4(10) (2012) 5353-5359.
 [11] T.T.T. Nguyen, C. Ghosh, S.-G. Hwang, N. Chanunpanich, J.S. Park, Porous core/sheath composite nanofibers fabricated by coaxial electrospinning as a potential mat for drug release system, *International journal of pharmaceutics* 439(1-2) (2012) 296-306.
 [12] Y. Srivastava, I. Loscertales, M. Marquez, T. Thorsen, Electrospinning of hollow and core/sheath nanofibers using a microfluidic manifold, *Microfluidics and Nanofluidics* 4(3) (2008) 245-250.
 [13] N. Zandi, R. Lotfi, E. Tamjid, M.A. Shokrgozar, A. Simchi, Core-sheath gelatin based electrospun nanofibers for dual delivery release of biomolecules and therapeutics, *Materials Science and Engineering: C* 108 (2020) 110432.
 [14] W.E. Hauth, S.D. Stoddard, State of the art: alumina ceramics for energy applications, Los Alamos Scientific Lab., N. Mex.(USA), 1978.

- [15] M. Mirjalili, S. Zohoori, Review for application of electrospinning and electrospun nanofibers technology in textile industry, *Journal of Nanostructure in Chemistry* 6(3) (2016) 207-213.
- [16] H. Rodríguez-Tobías, G. Morales, D. Grande, Comprehensive review on electrospinning techniques as versatile approaches toward antimicrobial biopolymeric composite fibers, *Materials Science and Engineering: C* 101 (2019) 306-322.
- [17] B. Tohidi, M. Rahimmalek, H. Trindade, Review on essential oil, extracts composition, molecular and phytochemical properties of *Thymus* species in Iran, *Industrial Crops and Products* 134 (2019) 89-99.
- [18] S. Tariq, S. Wani, W. Rasool, K. Shafi, M.A. Bhat, A. Prabhakar, A.H. Shalla, M.A. Rather, A comprehensive review of the antibacterial, antifungal and antiviral potential of essential oils and their chemical constituents against drug-resistant microbial pathogens, *Microbial pathogenesis* 134 (2019) 103580.
- [19] M.K. Swamy, U.R. Sinniah, A comprehensive review on the phytochemical constituents and pharmacological activities of *Pogostemon cablin* Benth.: an aromatic medicinal plant of industrial importance, *Molecules* 20(5) (2015) 8521-8547.
- [20] M.A. Ferhat, B.Y. Meklati, J. Smadja, F. Chemat, An improved microwave Clevenger apparatus for distillation of essential oils from orange peel, *Journal of Chromatography A* 1112(1-2) (2006) 121-126.
- [21] C.F.d. Silva, F.S.M.d. Oliveira, V.F. Caetano, G.M. Vinhas, S.A. Cardoso, Orange essential oil as antimicrobial additives in poly (vinyl chloride) films, *Polímeros* 28(4) (2018) 332-338.
- [22] L. Ji, W. Qiao, Y. Zhang, H. Wu, S. Miao, Z. Cheng, Q. Gong, J. Liang, A. Zhu, A gelatin composite scaffold strengthened by drug-loaded halloysite nanotubes, *Materials Science and Engineering: C* 78 (2017) 362-369.
- [23] S. Haider, W.A. Al-Masry, N. Bukhari, M. Javid, Preparation of the chitosan containing nanofibers by electrospinning chitosan–gelatin complexes, *Polymer Engineering & Science* 50(9) (2010) 1887-1893.
- [24] H. Schulz, B. Schrader, R. Quilitzsch, B. Steuer, Quantitative analysis of various citrus oils by ATR/FT-IR and NIR-FT Raman spectroscopy, *Applied spectroscopy* 56(1) (2002) 117-124.
- [25] K. Fisher, C.A. Phillips, The effect of lemon, orange and bergamot essential oils and their components on the survival of *Campylobacter jejuni*, *Escherichia coli* O157, *Listeria monocytogenes*, *Bacillus cereus* and *Staphylococcus aureus* in vitro and in food systems, *Journal of Applied Microbiology* 101(6) (2006) 1232-1240.
- [26] C. Gerhardt, J.M. Wiest, G. Girolometto, M.A.S.d. Silva, S. Weschenfelder, Utilization of citrus by-products in food perspective: screening of antibacterial activity, *Brazilian Journal of Food Technology* 15(SPE) (2012) 11-17.
- [27] A. Millezi, N. Baptista, D. Caixeta, D. Rossoni, M. Cardoso, R. Piccoli, Chemical characterization and antibacterial activity of essential oils from medicinal and condiment plants against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*, *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais* 16(1) (2014) 18-24.
- [28] J. Gómez-Estaca, A.L. De Lacey, M. López-Caballero, M. Gómez-Guillén, P. Montero, Biodegradable gelatin–chitosan films incorporated with essential oils as antimicrobial agents for fish preservation, *Food microbiology* 27(7) (2010) 889-896.
- [29] S. Burt, Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review, *International journal of food microbiology* 94(3) (2004) 223-253.
1. PARIN, Fatma Nur (0000-0003-2048-2951)
 2. YILDIRIM, Kenan (0000-0002-1640-6035)
 3. KAVÇAK, Özge (0000-0002-3113-5085)
 4. KALEMTAŞ, Ayşe (0000-0001-7515-5427)
 5. AYDIN, Gülsüm (0000-0002-3868-8563)

Çevre Dostu Bazı Doğal Boyarmaddelerin Ekstraksiyonu İle Pamuklu Kumaşlar Üzerine Bazı Haslık Değerlerinin İncelenmesi

TURŞUCULAR, Ömer Fırat, 0000-0003-1162-0742¹

TEMESGEN, Alhayat Getu, 0000-0001-7841-2281²

ULCAY, Yusuf, 0000-0001-6685-8278³

¹Tekstil Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Bursa Uludağ Üniversitesi, Bursa, TÜRKİYE

omerfirattursucular@gmail.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada, bazı doğal kaynaklardan (Bitkisel, hayvansal ve mineral esaslı) elde edilen doğal boyarmaddelerin özütleri el ile öğütme tekniğiyle elde edilmiş ve % 100 saf pamuklu kumaşlara, kumaş boyama yöntemi uygulanarak bazı (Yıkama, ışık ve sürtme) haslık değerleri elde edilip analiz edilmiştir.

Doğal boyarmaddelerin; çeşitli konsantrasyonlarına bağlı olarak, TS EN ISO 105 C06 Yıkama haslığı testi, TS 1008 ISO 105 B02 Işık haslığı (Gri skala) testi ve TS EN ISO 105 X12 sürtme haslığı testi uygulanmıştır. Genel olarak ortaya çıkan sonuçlara göre; Yıkama haslıkları zayıf, ışık haslıkları iyi ve sürtme haslıkları ise orta değerlere sahip dereceler ve yorumlamalar gözlemlenmiştir. Bu sonuçlara çözüm önerisi olarak ise; haslık değerlerinin artırılabilmesi için doğal boyarmaddelerin tiplerinin çeşitlendirilmesi gerekliliği ve konsantrasyonlarının önemli olduğu ve artırılması gerektiği sonuçlarına varılmıştır.

Anahtar Kelimeler: Çevre dostu, doğal boyarmaddelerin türleri, Konsantrasyon etkisi, Haslık değerleri.

GİRİŞ

Adeel ‘ in çalışmasında ise¹; Genel olarak, boyama prosesinde doğal boyarmadde kaynakları olarak bahsi geçen doğal boyarmaddelerin 3 ana kaynaktan elde edildiği bildirilmiştir. Ekvator’da bulunduğundan dolayı Tropikal bir ülke olan Etiyopya’da, ılıman bitki örtüsü yaygın olarak görülmekte olduğu belirtilmiştir. Boyarmadde olarak kullanılacak 100 kadar bitki türüne sahip olduğu vurgulanmıştır. Sarı renkli boyarmadde kaynaklarına yapısında oldukça fazla bulunduran Adey Abeba ile yeşil renk bakımından en yaygın olan Neem bitkileri araştırmacılar tarafından daha fazla incelendiği belirtilmiştir.

Aminoddin ve Haji ‘ nin çalışmasında ise²; Grawa (Veronia amygdalina Del.), mango, soğan, neem vb. gibi boyarmadde içeren yapılar, hem boyarmadde hem de mordan (Stabilizatör) gibi davranabildiği

bildirilmiştir. Ayrıca renk skalasında sınırlama olmadığı belirtilmiştir. Bitki gövdesinde bu türden muazzam kromofor çeşitlerinin var olduğunun ancak sadece 100 çeşidinin ticari renk olarak önem kazanabildiği vurgulanmıştır. Genellikle kullanılan renklerin ise; sarı, kırmızı, kahverengi, mavi ve siyah olduğu vurgulanmıştır.

Sarah ‘ in çalışmasında ise³; Etiyopya’da hem hastalık tedavisi için geleneksel şifalı bitkiler olarak kullanılabilen hem de doğal olarak doğadan bulunabilen boyarmaddeye sahip Neem bitkisinin yapraklarından özütü elde edilmiş yeşil renkli boyarmaddeye, Grawa ve Datura Stramonium ’ya nazaran çok daha fonksiyonel ve daha fazla öneme sahip olduğundan dolayı Neem bitkisine odaklanıldığı belirtilmiştir.

Chanayath ‘ in çalışmasında ise⁴; Hayvansal esaslı doğal boyarmaddelerin; Cochineal, Kermes ve Lucca (Lac) gibi üç böceğin salgılarından elde edilebilmekte olduğu belirtilmiştir. Ayrıca diğer bazı hayvansal kaynaklı boyarmaddelerin ise daha büyük boyutlu hayvanlardan elde edilebildiği vurgu yapılmıştır. Örneğin: sarı boyarmaddenin, inek idrarından elde edilmekte olduğu bilgisi verilmiştir.

Chowdhari ‘ nin çalışmasında ise⁵; En yaygın kullanılan mineral, karakteristik renk tonuyla bilinen “Geru” olduğu vurgusu yapılmıştır. Kumaşlarda istenen renk tonlarını elde etmek için bitkisel veya böcek/hayvan boyarmaddeleriyle birlikte demir, kalay ve antimon oksitleri kullanıldığı bildirilmiştir. Ayrıca; Bakır ve demir sülfat gibi bileşik yapıdaki tuzların, boyama ve baskı proseslerinde yardımcı kimyasallar olarak kullanıldığı vurgusu gerçekleştirilmiştir.

Jothi ‘ nin çalışmasında ise⁶; Doğal boyarmaddelerin bazı avantajları olduğu bildirilmiştir. Avantajları şu şekildedir; Günümüz dünyasında, çevre dostu kabul edilebilir kimyasal yapılar olduğu, toksik olmayan,

alerjik olmayan ve cilt için tehlikesi bulunmayan kimyasal yapılara sahip oldukları, uygun mordanların kullanılmasıyla yüksek haslık değerleri elde edilebildiği ve bitki kaynaklarından boya ekstrakte edildikten sonra oluşan atığın biyolojik olarak parçalanabilirliği (Biyobozunabilirlik) dolayısıyla atık su arıtma işlemlerinin en az seviyeye indirebilmesine yardımcı kimyasal yapılar olduğu vurgulanmıştır. Ayrıca doğal boyarmaddelerin bazı dezavantajlarında olduğu bildirilmiştir. Dezavantajları ise şu şekildedir; Daha fazla boyarmadde tüketimi gerekliliğine, aynı renk tonunun yeniden üretilebilirliğinin kolay olmadığına ve zayıf-orta haslık değerlerine sahip olduğu bildirilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Adey Abeba (Sarı) (Adey abeba çiçeğinden), Neem (Yeşil) (Hint leylağı ağacının yapraklarından), İndigo (Koyu Lacivert) (Çivit otundan), Alizarin (Sarı/Yeşil) (Kökboya bitkisinden) ve Mineral (Toprak Siyahı) (Rengi siyaha dönük topraktan) doğal boyarmaddeler elde edilerek kullanılmıştır.

Yöntem

İlk aşama: Doğal boyarmaddelerin özütlerinin elde edilmesi; Çiçekler ve yapraklar, boyarmadde kaynakları olarak toplanmaktadır, saf su ile durulanmaktadır ve ardından kurutulmaktadır ve el ile öğütme tekniği sayesinde toz formu haline getirilerek kurutulmaktadır.

İkinci aşama: Boyama reçetesinin oluşturulması ve boyama prosesi; Daha sonra boyama banyosu reçetesindeki gereken miktarlarda doğal boyarmaddeler her ayrı çeşit konsantrasyondaki kumaş boyamalar için ayrı ayrı tartılmaktadır. (Doğal boyarmaddelerin konsantrasyonları; %1, %3 ve %6 konsantrasyonlarda) ve boyama reçetelerine bağlı olarak kumaş boyama prosesine alınmaktadır. 60 °C ' ye sıcaklık çıkarılmaktadır ve all - in one yöntemi ile tüm boyama reçetesindeki kimyasallar (Doğal boyarmaddeler, NaOH ve su) 1:20 flote oranı ile 30' dakika boyunca yalıtkan bir çubuk sayesinde karıştırılarak boyama prosesine tabi tutulmaktadır. Ardından; Sıcak su, sabun ve ardından soğuk suyla yıkanıp durulanmaktadır.

Üçüncü aşama: Boyama prosesleri gerçekleştirildikten sonra ise; TS EN ISO 105 C06 Yıkama haslığı testi, TS 1008 ISO 105 B02 Işık haslığı (Gri skala) testi ve TS EN ISO 105 X12 Sürtme haslığı testi uygulanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Tablo 1. Pamuklu kumaşlar üzerine farklı konsantrasyonlarda ve farklı doğal boyarmaddelerle boyama işlemi sonrası bazı haslık değerleri, dereceleri ve yorumları

Doğal Boyarmaddenin Adı	Konsantrasyon (%)	Yıkama Haslığı		Işık Haslığı		Sürtme Haslığı	
		Derece	Yorum	Derece	Yorum	Derece	Yorum
Adey Abeba	1	2	Zayıf	3	Orta	3	Orta
	3	2	Zayıf	3	Orta	3	Orta
	6	2	Zayıf	3	Orta	3	Orta
Neem	1	2	Zayıf	2	Zayıf	2	Zayıf
	3	2	Zayıf	2	Zayıf	2	Zayıf
	6	2	Zayıf	2	Zayıf	2	Zayıf
İndigo	1	2	Zayıf	4	İyi	2	Zayıf
	3	2	Zayıf	4	İyi	2	Zayıf
	6	2	Zayıf	4	İyi	2	Zayıf
Alizarin (Sarı/Yeşil)	1	2	Zayıf	4	İyi	3	Orta
	3	2	Zayıf	4	İyi	3	Orta
	6	2	Zayıf	4	İyi	3	Orta
Mineral (Toprak Siyahı)	1	3	Orta	5	Mükemmel	3	Orta
	3	3	Orta	5	Mükemmel	3	Orta
	6	3	Orta	5	Mükemmel	3	Orta

Yukarıdaki Tablo 1. incelendiğinde şu sonuçlara varılmaktadır ('Işık haslığı', gri skala ile ölçülmüştür):

- Adey Abeba boyarmaddesi ile yıkama haslığı derecesinin 2 olduğu ve bunun anlamının yıkama haslığının zayıf olduğu anlamına geldiği, ayrıca ışık ve sürtme haslıklarının derecelerinin 3 olduğu ve bunların anlamlarının ışık ve sürtme haslıklarının orta olduğu anlamına geldiği Tablo 1. ' den gözlemlenmektedir.

- Neem boyarmaddesi ile yıkama haslığı derecesinin 2 olduğu ve bunun anlamının zayıf olduğu anlamına geldiği, ayrıca ışık ve sürtme haslıklarının derecelerinin de 2 olduğu (Adey Abeba boyarmaddesine göre de düşük) gözlemlenip bunun sebebinin; Neem bitkisinin yapısında bulunan kromoforun daha fazla salınımına sebep olmakla beraber ısıtma işlemlerinin uygulandığı boyama prosesinin sahip olduğu parametrelerden (T, t, %c) v.b gibi gelebilecek etkenlere daha fazla maruz kaldıkça da renk açılacaktır. Bunların anlamlarının ışık ve sürtme haslıklarının da zayıf olduğu anlamına geldiği Tablo 1. ' den gözlemlenmektedir.

- Indigo boyarmaddesi ile yıkama ve sürtme haslık değerlerinin 2 olduğu ve bunun anlamının zayıf olduğu anlamına geldiği, ayrıca ışık haslığı derecesinin 4 olduğu ve bunun anlamının iyi olduğu anlamına geldiği Tablo 1. ' den gözlemlenmektedir.

- Alizarin (sarı+yeşil) boyarmaddesi ile yıkama haslığı derecesinin 2 olduğu ve bunun anlamının yıkama haslığının zayıf olduğu anlamına geldiği, ışık haslığı derecesinin 4 olduğu ve bunun anlamının iyi olduğu, ayrıca sürtme haslığını derecesinin ise 3 olduğu ve bunun anlamının ise orta olduğu anlamına geldiği Tablo 1. ' den gözlemlenmektedir.

Bu sonuçların sebeplerinin; doğal boyarmaddelerle boyama prosesindeki ısıtma işlemine karşı boyarmaddelerin sahip oldukları kimyasal yapılarında bulunan bağ çeşitlerinin ve bunun bir sonucu olarak bağ enerjilerinin farklılık sergilemesi, ayrıca sahip oldukları doğal kromoforun barındırdıkları renginden dolayı birbirinden farklı bağ enerjilerine ve dalgalılarına sahip olmaları gibi sebepler ile açıklanabilmektedir.

- Mineral siyahı (toprak siyahı) boyarmaddesi ile ışık haslığı derecesinin 5 olduğu ve bunun anlamının ışık haslığının mükemmel olduğu anlamına geldiği, ayrıca yıkama ve sürtme haslıklarının derecelerinin 3 olduğu ve bunların anlamlarının ışık ve sürtme haslıklarının orta olduğu anlamına geldiği Tablo 1. ' den

gözlemlenmektedir. Bu sonuçların sebeplerinin; ışık haslığında gözlemlenen 5 (mükemmel) derecesinin zamanın bir fonksiyonu olarak düşünüldüğünde çok iyi bir sonuç olduğu ve bu sonucun kimyasal yapısından kaynaklandığı düşünülmektedir. Kimyasal yapısındaki kromoforda bulundurduğu siyah renk sahip olduğu yüksek enerji ve düşük dalgalı boyu sebebiyle ışık haslığında 5 (mükemmel) derecesini ortaya çıkarmıştır.

- Beş doğal boyarmadde kaynağı arasında, tüm bitkisel boyarmaddelerin zayıf yıkama haslığına sahip olduğu, sadece mineral siyah boyarmaddenin orta yıkama haslığına sahip olduğu gözlemlenmiştir.

- İndigo ve Alizarin boyarmaddelerin, Adey abeba çiçek boyarmaddesi ve neem yaprağı boyarmaddesine göre daha iyi ışık haslığı değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

- Işık haslığı açısından en iyi dereceye (5) sahip Mineral boyarmaddesi; Alizarin ve Mineral boyarmaddeler ile kıyaslandığında (4) daha iyi ışık haslığı değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

- Mineral toprak boyarmaddesi; Sürtme haslıkları değerleri açısından diğer doğal boyarmaddelerle karşılaştırıldığında ortalama sürtme haslığı değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir.

- Tekstil ürünlerinin doğal boyarmaddelerle boyanması ekolojik açıdan önemli bir yere sahiptir. Çünkü bunlar hem boyarmadde hem de kumaş için büyük öneme sahiptir. Bundan dolayı kumaşları oluşturan ipliklerin içerisindeki elyaf ile boyarmadde çözülme-yen kompleks oluşturmaktadır.

GENEL SONUÇLAR

Yapılan çeşitli haslık testlerinin sonuçlarına göre; Konsantrasyonlardaki küçük değişimlere bağlı olarak yapılan kumaş boyama işlemleri doğal boyarmaddelerin kendi içerisinde etkili olmamış fakat doğal boyarmaddelerin birbirleri arasındaki durumlarda çeşitli haslık değerlerinin derecelendirilmelerinde ve yorumlanmalarında önemli etkiler meydana getirmiştir. Aynı zamanda boyama prosesine etki eden; boyarmadde ekstrakte işlemlerinin, doğal boyarmadde türlerinin ve konsantrasyon miktarlarının belirli bir kritik değere kadar artırılması (özellikle yıkama haslık değerlerinin iyileştirilebilmesi için) kısacası maksimum ekonomikliğı (Performans/maliyet) değeri için optimize edilmesinin zorunlu olduğu deneysel veriler sonucunda düşünülmektedir. Doğal boyarmaddelerin kimyasal yapısında bulundurduğu kromoforunun yanısıra yapısında başka kimyasal yapılarda bulundurmasından dolayı, boyama prosesinde istenilen renk tonu tam anlamıyla karşılanamamaktadır. (Affinite eksikliğine sebebiyet vermesinden dolayı). Bunun için daha fazla ön terbiye işlemlerinin yapılması gerekliliğı düşünülmektedir. Bu ön terbiye işlemlerinin eksikliğinden ötürü, soluk renk tonları elde edilmekte ve doğal boyarmaddeler ile boyama prosesi uygulanırken daha fazla boyarmadde tüketimine ihtiyaç duyulacağı düşünülmektedir.

Ayrıca sentetik kumaşların boyama proseslerinde kullanılan sıcaklık değerleri ile karşılaştırıldığında, daha düşük sıcaklıklarda kumaş boyama işlemlerini gerçekleştirebilmesi enerji tasarrufu açısından da büyük öneme sahip olduğu düşünülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Doğal boyarmadde kaynaklarının; ekonomik (Performans/maliyet), ekstrakte işlemlerinin kolay olacağı, Çıkan/giren madde miktarının yüksek olacağı, haslık değerlerinin daha yüksek çıkmasını sağlayacak kromofor yapılara sahip olacağı ve ılıman iklim koşullarında yetiştirilebilir olacağı çeşitli doğal boyarmadde kaynaklarının da düşünülerek gelecekte çeşitli teorik ve deneysel araştırmalar ile ortaya çıkartılıp bu alandaki gelişmelere ciddi katkılar koyacağı düşünülmektedir. Daha düşük sıcaklıklarda boyamalara uygun olduklarından dolayı enerji tasarrufu sağladıkları da ayrıca düşünülmektedir. boyama süresinin uzatılması ve böylelikle lifler ile boyarmaddelerin affinitesinin sağlanmasına süre tanınması gerekliliğinin oluştuğu düşünülmektedir. Ayrıca substantifliğı yüksek doğal boyarmadde kaynaklarında boyama prosesinde affiniteleri yükselteceğı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1]. Adeel, S., Ali, S., Bhatti, I. A. And Zsila, F. 2009. "Dyeing Of Cotton Fabric Using Pomegranate (Punica Granatum) Aqueous Extract". Asian J. Chem, 21 (5): 3493-3499.
- [2]. Aminoddin and Haji. 2010. "Functional Dyeing of Wool with Natural Dye Extracted from Berberis Vulgaris Wood and Rumex Hymenosepolus Root As Biomordant", Iran J. Chem. Chem. Eng, 29 (3): 55-60.
- [3]. Cage Sarah. Dyeing Of Wool and Other Natural Fibers with Natural Dyes. http://www.creativechemistry.org.uk/activities/documents/natural_yeing.pdf
Son erişim tarihi: 10 Aralık 2019.
- [4]. Chanayath, A. I., Sorasak L. and Suree P. 2002. "Pigment Extraction Techniques from the Leaves of Indigofera tinctoria Linn, Baphkacanthus Cusia Brem and Chemical Structure Analysis of their Major Chemical Components. CMU Journal, 1 (2): 149.
- [5]. Chowdhari, A. I., Molla, A. I., Sarker, M., Rana, A.A., Ray, S. K., Nur, H. P. and Karim, M. M. 2010. "Preparation of Edible Grade Dye and Pigments from Natural Source Bixa Orellanae Linn". International J. Basic And Applied Sciences, 10 (4): 7-15.
- [6]. Jothi, D. 2008. "Extraction of Natural Dyes from African Marigold Flower (Tagates Erectal) for Textile Coloration". Autex Journal, 8 (2): 49-53.
- [7]. TS EN ISO 105 C06 kodlu Yıkama haslığı testi standardı.
- [8]. TS 1008 ISO 105 B02 kodlu Işık haslığı testi standardı.
- [9]. TS EN ISO 105 X12 kodlu Sürtme haslığı testi standardı.

Extraction and Characterization of the First Textile Palm Fiber and Reinforcement: PalmFil

ELSEIFY, Lobna A.¹, MIDANI, Mohamad^{1,2}, HASSANIN, Ahmed^{2,3}, HAMOUDA, Tamer^{2,4}

¹ Department of Materials Engineering, German University in Cairo, Egypt, ² inTEXive Consulting, Egypt, ³ Textile Engineering Department, Alexandria University, Egypt, ⁴ Textile Research Division, National Research Center, Egypt

msmidani@ncsu.edu

PURPOSE

The main aim of the research work was to extract long fibrillated textile fiber and reinforcement from the midrib of date palm. The fiber was extracted using a combined alkaline-mechanical process. The effect of the different extraction conditions was studied by determining the fiber's physiochemical, morphological and mechanical properties. The extraction process succeeded in fibrillating the fiber vascular bundles to fine fibrils. It was found that the fibers density was up to 1.324 g/cm³ with a tensile strength up to 453 MPa. Additionally, the fibers were thermally stable up to 226 °C and had crystallinity index 58.4 %. After extraction, the cellulose purity reached 69%. Moreover, the impurities removal was dependent on the severity of the alkaline treatment. Date palm fibers have high potential in being used along with flax, sisal, hemp and jute fibers. The fibers are sustainable, biodegradable, economical, and have excellent properties. The extracted fibers can be used in a wide range of industries such as automotive industry, sporting goods, construction, and in packing.

INTRODUCTION

Date palm (*Phoenix Dactylifera* L.), is originally grown in the MENA region with a population of 140 million date palms generating every year 4.8 million tons byproducts of annual pruning. Date palm as a source of fibers is extremely underutilized. Fibers could be extracted from the tree midribs, spadix stems, and leaflets¹⁻³. Figure 1 shows the shape of the midribs and spadix stems.



Figure 1. Date palm midribs (left) and spadix stems (right)

PalmFil could be made into different textile forms; hackled tow, spun yarn, chopped fibers, woven and nonwoven mats as shown in Figure 2⁴.



Figure 2. Different textile forms of PalmFil fibers⁴

PalmFil have various applications. The fibers could be used in automotive, construction and building, packaging, and other application. None of the previous researches succeeded in effectively extracting textile fibers with sufficient length, fineness and cellulose purity, which can be spun into yarns and cordage and then converted into woven

1. MIDANI, Mohamad (0000-0002-7420-8838)
2. ELSEIFY, Lobna A. (0000-0001-9801-466X)
3. HASSANIN, Ahmed (0000-0003-4253-7829)
4. HAMOUDA, Tamer (0000-0003-3184-6212)

fabrics or nonwoven mats. Hence, PalmFil is the first successful long textile fiber and reinforcement to be extracted from date palms byproducts of pruning.

EXPERIMENTAL

Material

The Materials used are classified into 2 categories; date palm midribs and chemicals. The midribs were obtained from Egypt at the same time of the year from a female Barhi tree. The chemicals used are high purity sodium hydroxide (NaOH > 99%) and glacial acetic acid (CH₃COOH > 98%).

Method

PalmFil fibers were extracted by performing 4-step process; midribs preparation, alkaline treatment, mechanical separation then neutralization. The alkaline treatment used was varied between 27 different combinations of durations, concentrations, and temperature to determine the optimum extraction parameters. After extraction PalmFil fibers were characterized to determine their mechanical, morphological, chemical, and thermal properties. The mechanical properties were determined using single fiber tensile test. Scanning electron microscopy (SEM) was used to determine the fiber's morphological properties. As for the chemical properties, Fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR), and chemical composition test were used. Moreover, the fibers density and crystallinity were also determined. Finally, the thermal properties were determined using Thermogravimetric analysis (TGA).

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The results showed that date palm midrib fibers are composed of cellulosic vascular bundles attached together using lignin. Figure 3 shows the microstructure of PalmFil fibers. 4

Table 1 summarizes the properties of PalmFil fibers.

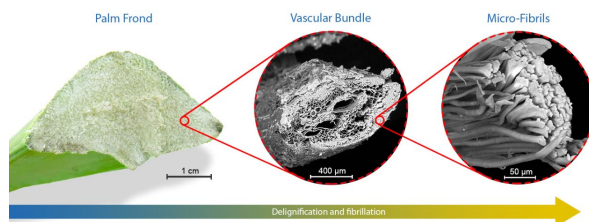


Figure 3. Microstructure of PalmFil fibers ⁴

1. MIDANI, Mohamad (0000-0002-7420-8838)
2. ELSEIFY, Lobna A. (0000-0001-9801-466X)
3. HASSANIN, Ahmed (0000-0003-4253-7829)
4. HAMOUDA, Tamer (0000-0003-3184-6212)

Table 1. Properties of PalmFil compared to other vegetable fibers

	ρ (g/cm ³)	d (μ m)	Cellulose (%)	σ (MPa)	E (GPa)
PalmFil	1.32	239	69.3	452	21
Sisal	1.33	8 - 200	47.6 - 78	100 - 800	9.4 - 28
Jute	1.46	25 - 200	61 - 75.5	200 - 800	10 - 55
Flax	1.4	40 - 600	70 - 75.2	345 - 900	27 - 80
Hemp	1.48	10 - 500	70 - 75.1	300 - 800	30 - 70

ρ : Density, d: Diameter, σ : Tensile strength, E: Young's modulus

CONCLUSIONS

The work in this research is the first successful attempt to effectively extract long fibrillated fibers from date palm midribs. The research succeeded in extracting the fibers using a combined alkaline-mechanical extraction process for the delignification and fibrillation. PalmFil creates value out of the large quantities of underutilized byproducts of the 140 million date palms, which are otherwise open field burned. It expands the palette of natural fibers and increases the biodiversity of fiber crops. Resulting in larger, more sustainable, and economical supply, which supports and encourages the industrial shift back to natural fibers.

LITERATURE

1. Elseify, L. A., Midani, M., Shihata, L. A. & El-Mously, H. Review on cellulosic fibers extracted from date palms (*Phoenix Dactylifera L.*) and their applications. *Cellulose* **6**, (2019).
2. El-Juhany, L. I. Degradation of date palm trees and date production in Arab countries: Causes and potential rehabilitation. *Aust. J. Basic Appl. Sci.* **4**, 3998–4010 (2010).
3. El-Mously, H. Palm Fibers for Reinforcement of Polymer Composites: Prospects and Challenges. in *The 1st Ain Shams International Conference On Environmental Engineering* (2005).
4. PalmFil. (2020). Available at: <http://www.palmfil.com/>. (Accessed: 29th August 2020)

Kemik Dokuda Kullanılan Akıllı Hidrojeller

ARMAN, Nazlı*¹, ULCAAY, Yusuf*¹

¹Uludağ Üniversitesi Tekstil Mühendisliği

nazliarman@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Doku mühendisliği alanında yapılan çalışmalarda, kök hücrenin dönüşeceği hücre tipinin, bulunduğu ortamın; morfolojik ve kimyasal yapısından etkilendiğinin keşfedilmesiyle, akıllı biyomalzemelerin önemi gün geçtikçe artmaktadır. Bu amaçla, gerçeğe yakın kemik doku iskelesinin üretilmesinde bioaktifseramik ve biyoaktifcama ek olarak akıllı biyomalzemelerin kullanıldığı çalışmalara ağırlık verilmektedir.²

GİRİŞ

Doku mühendisliğinde, farmakoloji, biyoloji, kimya ve mühendislik alanlarını kapsayan multidisipliner çalışmaların yapılmaya başlanmasıyla; mevcut dokunun onarımına yardımcı olma, hücre çoğalmasını destekleme gibi işlevleri yerine getirilebilmektedir.⁶ Kemik doku ile ilgili yapılan çalışmalar incelendiğinde; üretilen doku iskelesi üzerinde kemik hücrelerinin tutunup, çoğalabilmesini teşvik edecek ideal mekanik ve kimyasal özellikleri sahip biyopolimer çeşitleri ve bu malzemelerin kompozit yapıdaki formülizasyonlarına ağırlık verildiği görülmektedir. Günümüzde 3D boyutlu, steolitografi gibi üretim tekniklerinin gelişmesiye biyolojik doku iskelesinin morfolojik yapısına yakın doku iskeleleri üretilmektedir.⁴ Bu sayede freeze drying metoduna ek olarak daha kontrollü bir şekilde gözenekli formda kemik doku iskeleleri üretilmektedir.⁵ Kemik dokusunun fizyolojik yapısı incelendiğinde osteoblast, osteosit denilen destek hücreleri ile osteoklast kemiğin yeniden şekillenmesinden sorumlu hücrelerin çoğalmasında kemik morfogenetik proteini (BMP-2) gibi büyüme faktörü, dönüştürücü büyüme faktör β ailesi (TGF- β) önemli rol oynadığı gözlemlenmiştir.^{5,10} Hücreler arası siyalizasyon mekanizmasını taklit edebilmek adına akıllı biyomalzemelere olan ilgi gün geçtikçe artmaktadır.^{1,5}

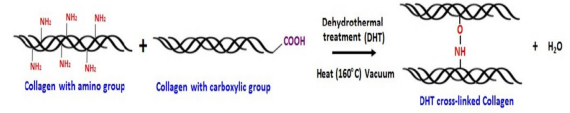
Akıllı biyomalzemeler kendi içerisinde sınıflara ayrılmaktadır, bunlar;

- 1-Akıllı hidrojeller: fiziksel çapraz bağlı, kimyasal çapraz bağlı
- 2-Akıllı nanopartiküller: Klik kimya,
- 3-Akıllı biyoyüzeyler
- 4-Akıllı nanofiberler
- 5-Akıllı biyokonjugatlar
- 6- Şekil hafızalı malzemeler⁹

1. ARMAN, Nazlı (ORCID iD: 0000-0002-6529-608X)
2. ULCAAY, Yusuf (ORCID iD: 0000-0001-6685-8278)

Fiziksel Çapraz Bağlı Akıllı Hidrojeller

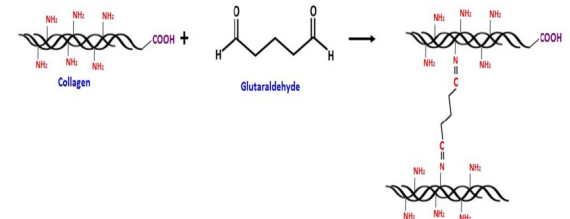
İyonik etkileşimle gerçekleşen fiziksel çapraz bağlanmaya, canlı hücrenin enkapsüle edilmesinde ve protein salınımında sıklıkla tercih edilen, kalsiyum iyonları ile çapraz bağlanabilen, aljinat örnek verilebilmektedir.⁹ Dehidrotermal ile fiziksel çapraz bağlanma yöntemi, yüksek sıcaklık ve vakum altında gerçekleştirilmektedir (Şekil 1. Bu yöntemin en büyük avantajı malzememin saflığını koruyarak vücut içerisinde gerçekleşecek immünolojik cevabın azaltılmasına ve hücresel aktivitenin artmasına yardımcı olmaktadır.^{4,6}



Şekil 1. Fiziksel çapraz bağlı hidrojelin mekanizması.⁶

Kimyasal Çapraz Bağlı Akıllı Hidrojeller

Kemik dokunun yapısında yüksek oranda bulunan kollajen yapının, stabilizasyonunu sağlamak amacıyla karboksimid (EDS), 1,4-bütandiol diglisidil eter, genipin, enzimatik (transglutaminaz) kimyasal çapraz bağlayıcı ajanlar kullanılmaktadır.⁶ Kimyasal çapraz bağlı jellerin sentezinde düşük molekül ağırlıklı monomerlerin çapraz bağlayıcı ajan kullanılarak radikalik polimerizasyon reaksiyona ile elde edilmektedir.⁸ Bifonksiyonel çapraz bağlayıcı ajan olan glutaraldehit, yapısındaki aldehit gruplarıyla lizin veya hidroksilisine bağlı amin grupları arasında kovalent bağ oluşumuna sebep olmaktadır (Şekil 2).



Şekil 2. Gulutaraldehitin çapraz bağlanma mekanizması.⁶

KAYNAKLAR

- 1.İnsal, B., Pişkin, İ., 2017. “Kemik Dokusunun Fizyolojisi”, Etlik Vet Mikrobiyal Dergisi, 28 (1), 28-32.
- 2.Jacob, J., More N., Kalia K., Kapusetti G., 2018. "Piezoelectric smart biomaterials for bone and cartilage tissue engineering", *Inflammation and Regeneration*, 38, 2, 2-11.
- 3.Jiang, M., Liu, R., Alexander, K., 2020. “Identification of osteogenic progenitor cell-targeted peptides that augment bone formation”, *Nature communication*, 11, 1-14.
4. Khan, F., Tanaka, M., 2017. "Designing Smart Biomaterials for Tissue Engineering", *International Journal of Molecular Science*, 19, 2-14.
5. Kowalski, P., Bhattacharya, C., Afewerki, S., Langer R., 2018. "Smart Biomaterials: Recent Advances and Futura Directions", *Biomaterials Science and Engineering*, 4, 3809-3817.
6. Krishnakumar, G.S., Sampath, S., Muthusamy, S., John, M.A., 2018. "Importance of crosslinking strategies in designing smart biomaterials for bone tissue engineering: A systematic review", *Materials Science & Engineering C*, 96, 941-954.
7. Matassi, F., Nistri, L., Diana, C.P., Innocenti, M., 2011, "New biomaterials for bone regeneration", *Clinical Cases in Mineral and Bone Metabolism*, 8, 21-24.
8. Ohashi, N., 2014. *Smart Biomaterials*. Japan: Springer
- 9.Almubarak, S., Nethercott, H., Freeberg, M., Beaudon, C., 2015. “Tissue engineering strategies for promoting vascularized bone regeneration”, *Bone*, 83, 197-209.
10. Zambuzzi, W.F, Paulo G.C, Gutemberg G.A., Granjeiro J.M, 2011. "Intracellular Signal Transduction as Factor in the Development of "Smart" Biomaterials for Bone Tissue Engineering", *Biotechnology and Bioengineering*, 108, 1246-1250.

1. ARMAN, Nazlı (ORCID iD: 0000-0002-6529-608X)
2. ULCAY, Yusuf (ORCID iD: 0000-0001-6685-8278)

Development of a Stratified Dermis on a Chip Platform for Drug Screening and Disease Modelling

KIZILKURTLU, Ahmet Akif¹, YEŞİLTAŞ, Gözde¹, ÖZTÜRK, Ayça Bal², AKPEK, Ali¹

¹ Gebze Technical University

² Istinye University

aliakpek@gtu.edu.tr

PURPOSE

The purpose of the experiment was proving that skin-on-a-chip systems can be new candidates of skin-based disease modelling studies and drug discovery-screening test instead of monolayer cell cultures, animal models, and even human trials in the end.

INTRODUCTION

In current technology, both two-dimensional cell cultures and animal models are being used as fundamental subjects not only in disease modelling but also in drug discovery processes⁶. In drug development, potentially effective drug candidate is identified; lead compounds are designed, modelled, developed, and optimized via utilizing *in silico* techniques. After that, preclinical testing is performed with compound libraries in order to detect which of the library member shows effectiveness against the specific target in question. In disease modelling, target disease is developed *in vitro* or *in vivo*. However, in two-dimensional cell culture, the technique is mostly insufficient in both disease modelling and drug discovery processes³. Because, in disease modelling, the target diseases are mostly present in three-dimensional structures. Moreover, the system requires vascular system in order to accurately mimic the origin of the disease, which is impossible in two-dimensional cell cultures. In drug discovery processes, it suffers from nearly same reasons. On the other hands, animal models are not suitable models in both disease modelling and drug discovery test⁵. Since the show different rates of absorption, distribution, metabolism, and excretion in their system; the cost and space of housing and feeding of this animal models are not to mention. In addition, there are also two relatively new techniques that are three-dimensional cell cultures and bioprinting apart from previous ones. However, they also suffer from vascularization system, which is crucial for constant transaction of nutrition, oxygen, and other trace molecules⁴. Therefore, today's technology needs more suitable and proper system in order to achieve more precise and accurate approach where microfluidic technology get involved into. Organ-on-a-chip technology is the most advanced multi-disciplinary scientific field that converges micro engineering, techniques of mathematical modelling,

biology, biochemistry, physiology, medicine, pharmacology fields to mimic living organs in terms of cell-cell interactions, extracellular matrix and extracellular environment, microarchitecture and biochemical functions². These microfluidic bioreactor systems allow analyzing organ or multi organ functions and interactions by using organ specific cell cultures and microliters of mediums. Thus, the systems make it possible to develop human organs in *in vitro* models in terms of healthy or diseased ones, investigate fundamental mechanisms of disease etiology and organogenesis, which provide model platform to drug efficiency, toxicity and discovery of active ingredient of medications. Obviously, the system is not only effective for implementations of conventional medicine, but also a novel candidate for personalized medicine. Because the systems can be mimicking the specific organs in terms of physiologically and biochemically, the desired diagnosis or treatment studies can be conducted on these systems¹.

EXPERIMENTAL

Material

In this study, Polymethyl Methacrylate plates, 8 bolts and 8 loafs, injection pipes, Mouse fibroblast cells (3T3), plastic petri dishes, injectors (50 ml), syringe pump (NE-1000) Sodium Alginate (E401), Gelatin Methacrylate (prepared) were used.

Method

GelMA was obtained by using protocol. 3D tissue scaffold was produced via mixing with sodium alginate and Irgacure and printed in 3D Bioprinter. Chip system was etched by using laser etching machine and integrated via using bolts and loafs. Mouse fibroblast cells were cultured on 3D scaffold via using cell culture protocol.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The main objectives of this study were proof-of-concept of the organs on a chip and making comparison between two different scaffolds contents. The organs on a chip platform was unique in terms of utilized material, shape, size, and integration ability

1. KIZILKURTLU, Ahmet Akif (0000-0001-8694-259X)
2. YEŞİLTAŞ, Gözde (0000-0003-4099-2959)
3. ÖZTÜRK, Ayça Bal (0000-0002-6502-528X)
4. AKPEK, Ali (0000-0003-2803-6585)

of its kind. The platform was developed as 10 layer that were composed of 4 smooth layer, 3 reaction chambers with inlet channels, and 3 reaction chambers with outlet channels. In total, the chip has had 3 different reaction chambers in it, which can mimic skin construction as hypodermis, dermis, and epidermis. The layers have been designed with bolts insertion. That was executed in order to provide easy to integrate and disintegrate, which offers easy and precise sterilization, interference during the experiment, and additive modification on the platform. The chip system has shown more stability in the preservation of the scaffold as a whole and some cells were observed on the surface of the PMMA chip. Furthermore, continuous feeding has provided more cell viability and colonization on organs on a chip platform. The chip system showed more success compared to Petri dish (Figure 1 and Figure 2, Figure 3, and Figure 4).

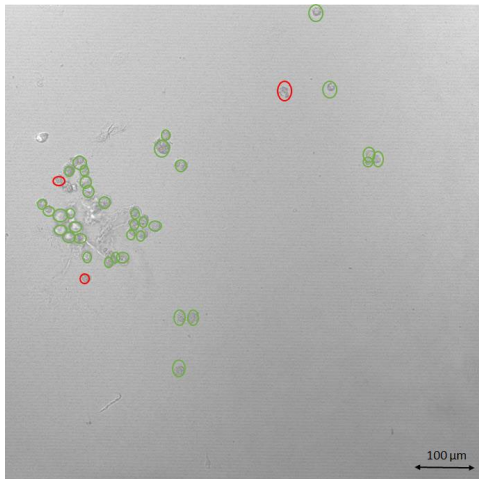


Figure 1, The image of alive-death cells in the chip system.

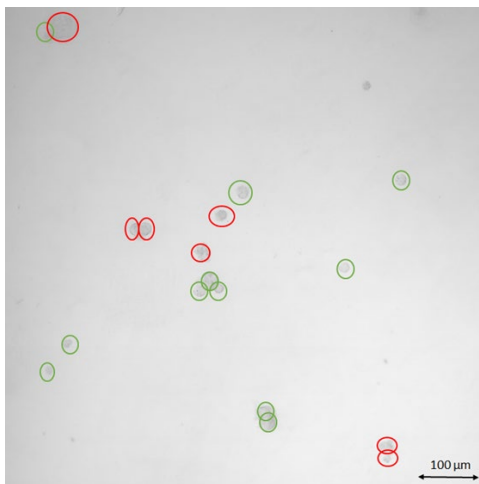


Figure 2, The image of alive-death cells in the Petri dish.

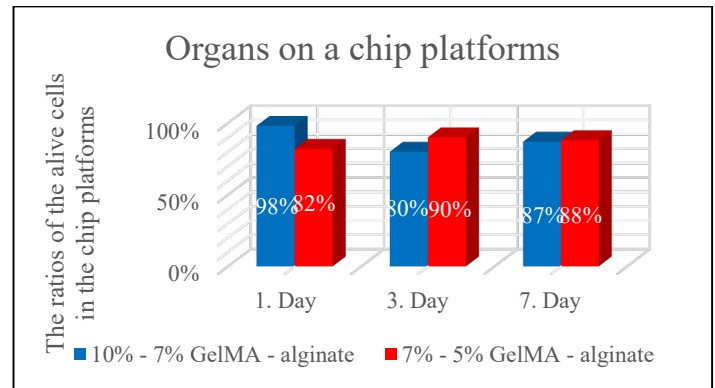


Figure 3, The alive cell ratios in the scaffolds (Chip system)

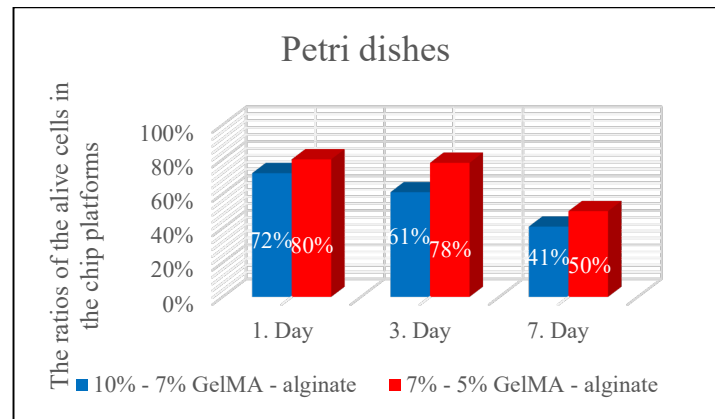


Figure 4, The alive cell ratios in the scaffolds (Petri dish)

CONCLUSIONS

The chip system showed more stability compared to Petri dish. Continuous medium feeding in the system provided higher cell viability and proliferation contrast to Petri dish. Some cells were observed as alive on PMMA chip, yet most of the alive cells were present on 3D tissue scaffold. The smallness of the chip system, easy to integrate-disintegrate ability, and three separate layers proved its success not only in cell viability and proliferation but also in ease of handling.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

In case the further and more detailed optimizations such as optimizing the cell chamber dimeter, width of the inlet and outlet channels, tighter integration of the layers and the flow rate of the medium from injection pump are done, much more successful organs on a chip platform may be realized. Then, the chip will present a great promise to use as a platform for drug delivery, drug toxicity, and drug effectivity

1. KIZILKURTLU, Ahmet Akif (0000-0001-8694-259X)
2. YEŞİLTAŞ , Gözde (0000-0003-4099-2959)
3. ÖZTÜRK, Ayça Bal (0000-0002-6502-528X)
4. AKPEK, Ali (0000-0003-2803-6585)

testing instead of animal models, cosmetics toxicity testing, disease modelling and most importantly personal oriented disease modelling.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This project was supported by TUBITAK project no: 217M756. We offer our gratitude for their supports.

LITERATURE

- [1] Ashammakhi, N. A., & Elzagheid, A. (2018). Organ-on-a-chip: new tool for personalized medicine. *Journal of Craniofacial Surgery*, 29(4), 823-824.
- [2] Bhise, N. S., Ribas, J., Manoharan, V., Zhang, Y. S., Polini, A., Massa, S., ... & Khademhosseini, A. (2014). Organ-on-a-chip platforms for studying drug delivery systems. *Journal of Controlled Release*, 190, 82-93.
- [3] Breslin, S., & O'Driscoll, L. (2013). Three-dimensional cell culture: the missing link in drug discovery. *Drug discovery today*, 18(5-6), 240-249.
- [4] Czerniak, R. (2001). Gender-based differences in pharmacokinetics in laboratory animal models. *International journal of toxicology*, 20(3), 161-163.
- [5] Freires, I. A., Sardi, J. D. C. O., de Castro, R. D., & Rosalen, P. L. (2017). Alternative animal and non-animal models for drug discovery and development: bonus or burden?. *Pharmaceutical research*, 34(4), 681-686.
- [6] Ruggeri, B. A., Camp, F., & Miknyoczki, S. (2014). Animal models of disease: pre-clinical animal models of cancer and their applications and utility in drug discovery. *Biochemical pharmacology*, 87(1), 150-161.

1. KIZILKURTLU, Ahmet Akif (0000-0001-8694-259X)
2. YEŞİLTAŞ , Güzde (0000-0003-4099-2959)
3. ÖZTÜRK, Ayça Bal (0000-0002-6502-528X)
4. AKPEK, Ali (0000-0003-2803-6585)

CHAPTER / SESSION / OTURUM

4

Fibers & Polymers: Energy applications and Wearables

**Moderator: Ayşe Çelik Bedelođlu
Session Attendant: Yasin Altın**

Personalized and Adjustable Electronic Pressure Clothing via Unconventional Engineering Solution

TOPTAS, Ali*^{1,2}, DEMIR, Ali*²

¹Karabuk University, Karabuk, Turkey

²ITU TEMAG Laboratory, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey

alitoptas@karabuk.edu.tr

PURPOSE

The aim of this study is to obtain customizable pressure suits by using shape memory nitinol wires and coating the textile surface with melt-blown thermoplastic polymers with the help of innovative engineering solutions.

INTRODUCTION

In parallel with the development of technology, people's living standards are also increasing. However, people's expectations from textile products are also increasing. Protection, performance and new functional features are among the features demanded from textile products. The most suitable material that we can integrate electronic systems into the body is the clothes [1]. Thanks to its features such as high surface area, uninterrupted communication capability and body shape, it is possible for us to receive continuous and accurate data [2].

Wearable technology is developed to find solutions to different problems in different parts of the body. Legwear is an important area of wearable technology. In addition to the use of conductive wires, it is also possible to use conductive polymers. It is possible to use conductive wires or polymers covered with insulating polymer without causing any harm to the body. It can be said that the smart socks Owlet, a project of Brigham Young University academic Jacob Colvin, started a new era in the health sector. The product used for babies enables monitoring of baby's values such as heart rhythm and body temperature via smart phones [3].

Legwear-related studies are generally the production of clothes that create pressure by using elastic materials in the foot and leg area. In the study of Lin et al., A study was conducted on the pressure distribution in the product using Laplace transformations to calculate the contact pressure at different points of the leg [4]. Physical and mechanical properties of textile products used in compression treatments for chronic venous insufficiency were investigated. However, he reported that there is still controversy as to whether compression is the most appropriate solution for clinical applications

[5]. In a study conducted on different age groups and volunteer pilots, it was stated that they reached the ideal treatment criteria [6]. Kline and colleagues developed a product to investigate compression levels under inflexible situations. The pressures obtained by comparing the product obtained with the commercial elastic socks were compared and it was observed that similar values were obtained [7].

With the innovative product idea, a wearable product with compression feature that can be used in different parts of the body, especially legs and feet, can be adjusted in the desired direction and at any time. The textile surface of the product, which has a 3D spacer knitted fabric structure, will be knitted with polyester and elastane yarns and knitted with nitinol wires of different thickness and density, and the edges will be integrated into the thickness fabric, and the ends will be melted. It is closed with ultrasonic sewing. Both sides of the structure obtained will be covered with melt-blown thermoplastic polyurethane fibers to prevent the nitinol wire from being visible and to protect it from external factors. Compaction technology will be developed with the product obtained.

DESIGN MATERIAL & METHOD

Material

It is foreseen to use 95% polyester and 5% elastane yarns to obtain 3D spacer knitted fabric. The nitinol wires to be placed between the 3D spacer knitted fabric will be selected with a thickness of 0.10 mm. Thermoplastic polyurethane (TPU) which has high elasticity in all directions, good coastal rigidity given modulus, high abrasion/chemical resistance, excellent mechanical/elastic properties, low stress relaxation and resistance, will be used for coating both sides of the fabric.

Method

There are many studies on the use of nitinol wires in different structures. Qu et al. reported a flexible fiber-shaped Al-NaOCl galvanic battery for smart textile applications [8]. In this work, the fiber-shaped batteries could be integrated into smart textiles as

1. TOPTAS, Ali (<https://orcid.org/0000-0002-1176-0844>)
2. DEMIR, Ali (<https://orcid.org/0000-0001-8898-9412>)

power accessories to light up an LED, drive a wireless mouse, and actuate a shape memory nitinol wire attached to a textile screen at Figure 1.

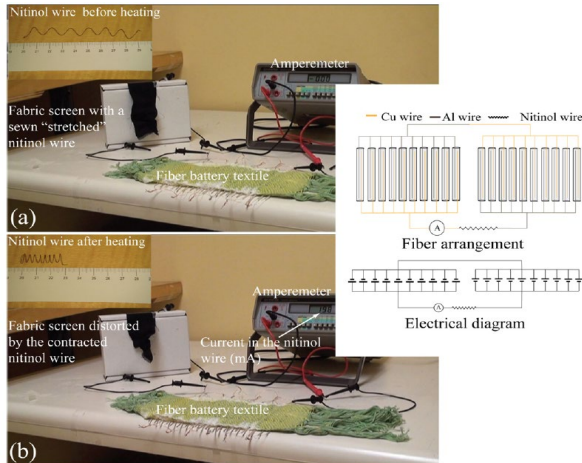


Figure 1: Nitinol wire in textile applications [8]

Another name for these wires called nitinol memory is "Shape Memory Cables". Using a heat source, you can give almost any shape you want. If you deform after giving the wire the shape you want, it can return to its original shape. This can also be called "shape memory alloys". As soon as the areas of the wire under stress reach the appropriate temperature, they can return to their pre-set shape thanks to their "super elasticity" ability [9]. It has a melting point of 1300 °C and a density of 6.45 g/cm³. Especially the stent used in vascular surgery is usually made of Nitinol as shown in Figure 2 [9].

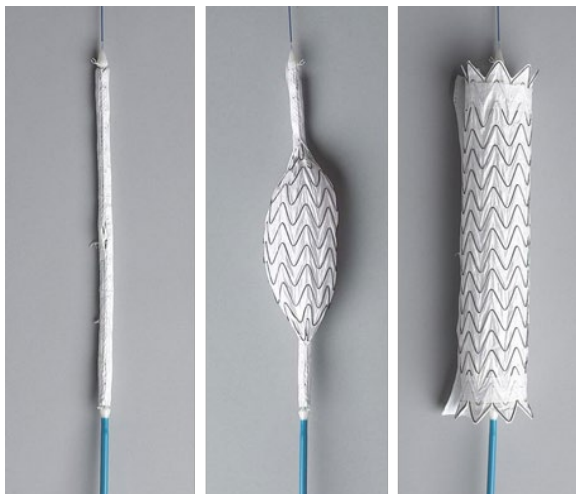


Figure 2. Nitinol wire in stent

The targeted user mass of the product is quite wide. In pilots to balance the change in blood pressure at high altitudes; For passengers traveling frequently and for a long time; since it is very easy to put on and take off, in patients with varicose veins; in healthy people to regulate blood pressure at any time during the day or when excessively immobile; in meeting the daily massage needs of patients connected to the immobile bed in case of venous insufficiency; can be used in patients with deep vein thrombosis and in similar situations.

With the realization of the idea of the product, people who have to use varicose socks can be worn and removed more easily and they can use a product whose pressure can be adjusted according to the degree of the disease. It will also be an alternative to similar products that can be worn on the arms or legs, which have a pressure effect for blood circulation in the body. It can also be used as a solution to the regular circulation of blood in the limbs due to the immobility that occurs in disability.

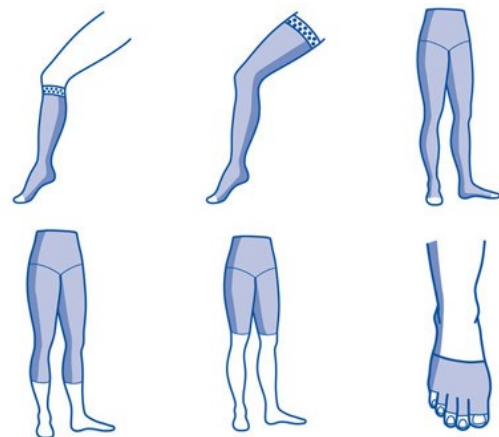


Figure 3. Pressure clothings [10]

In order to examine the temperature increases and shape changes of the nitinol wires to be placed between the 3D spacer fabric under the given current, the experiment setup in Figure 4 will be set up. The purpose of the experiment is to observe the behavior of the wire under the applied electric current. In this experiment, elongation and shortening will occur due to phase transformations in the nitinol wire structure that will be heated by electric current. Therefore, LVDT (Linear Variable Displacement Transducers) to measure the displacement of the wire consists of the force meter, thermocouple, power supply and data collector, where this data is processed and stored [11].

1. TOPTAS, Ali (<https://orcid.org/0000-0002-1176-0844>)
2. DEMIR, Ali (<https://orcid.org/0000-0001-8898-9412>)

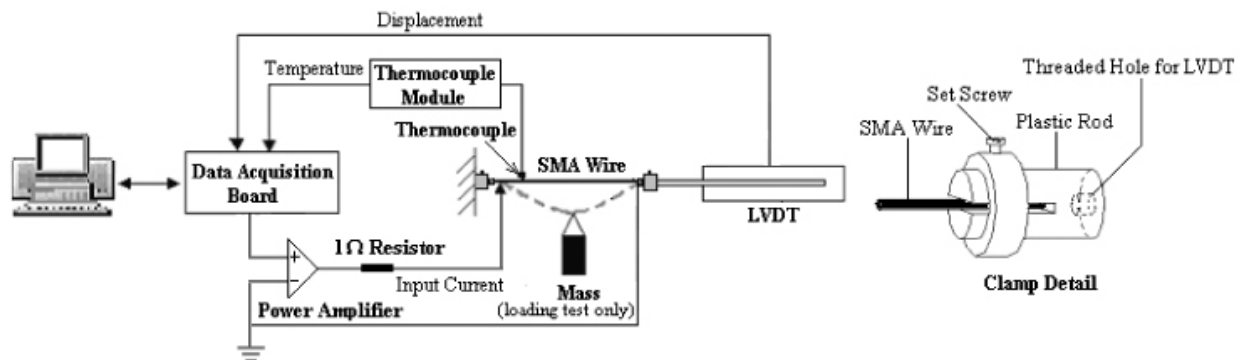


Figure 4. Experimental system for the resistance test and the loading test [11]

Nitinol wires will be placed between this 3D spacer fabric structure, and then the ends of the fabrics will be bonded with ultrasonic bonding. This fabric has a fabric structure that has the feature that nitinol wires can be placed comfortably and has a stretch feature. The part that touches the body will be obtained by accumulating power supply, which is an insulating polymer, on the 3D spacer knitted fabric by meltblown method. Thanks to the fabric obtained, the electrical current will be prevented from damaging the body.

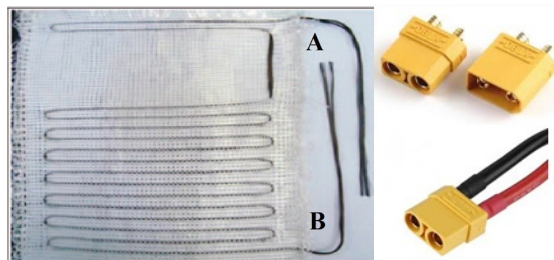


Figure 5. Placing nitinol wire into 3D spacer knitted fabric [12]

Nitinol wires are placed on the product in such a way as to form a circuit in Figure 5. The resulting structure is folded from end A to end B and stitched, resulting in a closed tubular system. The device is developed so that the two ends of the nitinol wire are inserted and removed from the battery as shown. The top of this device is also covered with a velcro adhesive device and is visible only when the battery is attached.

By changing the thickness, frequency and placement arrangement of the nitinol wires used in the product, pressures of desired size, desired region, varying according to the region can be obtained. Since the product only needs electric current when it is worn, it will not create any electric current, magnetic field and energy need.

DESIGN RESULTS AND DISCUSSIONS

1. TOPTAS, Ali (<https://orcid.org/0000-0002-1176-0844>)
2. DEMIR, Ali (<https://orcid.org/0000-0001-8898-9412>)

The product is worn on the arm and/or leg. The velcro part is opened and the cable on the control panel is attached to the product. According to the current / pressure table in the user manual of the product, the current can be adjusted according to the desired pressure. Nitinol wire, heated by the current passing through the circuit, shortened to its predetermined lengths and creates pressure due to compression in the product. After the desired pressure has been formed, the control panel leaves the product and remains on the limb for the specified time.

3D spacer knitted fabrics are a structure with binding threads between the upper and lower layers and their structures. After nitinol wires are placed between the 3D spacer knitted fabric, first of all, the edges of the fabric will be melted with ultrasonic joining in order to ensure that the wires are not visible, and the upper and lower layers are combined. The polymer chosen is suitable for this process as it is a thermoplastic polymer. In addition, this selection is faster and more economical than other joining processes such as electrospinning, solution blowing etc. because melt-blown system does not need the solvent for solving the polymer.

After the nitinol wires are placed on the 3D spacer knitted fabric, elastomer nonwoven surface will be made in order to provide ease of use, to prevent the electric current from being negatively affected by the body and to be able to move easily with the flexibility of the knitted fabric. TPU, which is an elastomer material on 3D spacer knitted fabric, is deposited by melt-blown method. The material will also have a breathable feature by covering both surfaces with fibers at nanoscale.

The development of technology causes changes in every aspect of our lives. Especially, electronic systems make our lives easier by placing them in the products we use. Thanks to the electronic and smart systems, the products we use not only have a single

function feature, but they have more than one feature or level. With this study, pressure gauge can be adjusted with the use of nitinol wires, which can change shape with temperature or electric current, so that pressure socks used especially in the leg area can not only be used with a single pressure value, but also in increasing or decreasing levels of the disease. As an innovative approach, ultrasonic joining and melt-blown method, where nanofibre surfaces are obtained, added value to the product.

NEXT TERM STUDIES

Research and especially applications on the use of shape memory materials in textile products are planned as next studies. Especially studies on the research and application of shape memory and conductive polymers will guide wearable technology.

THANK YOU / INFORMATION / SOURCE OF FUND

For the information and experiences, he has contributed to us in the formation of the subject and content of the paper, I would like to thank our teacher, Prof. Dr. Ali Demir.

REFERENCES

[1] Sağbaşı, E. A., Ballı, S., & Yıldız, T. (2016). Giyilebilir Akıllı Cihazlar: Dünü, Bugünü ve Geleceği. Akademik Bilişim.

[2] Li, Y., Zhang, X., & Ying, B. (2019). On textile biomedical engineering. Science China Technological Sciences, 1-13.

[3] Boyacıoğlu, K. (2015), "Global Ekonominin Yeni Trendi: Giyilebilir Teknoloji", <https://onedio.com/haber/global-ekonominin-yeni-trendi-giyilebilir-teknoloji-489982>, (15.06.2020).

[4] Lin, Y., Choi, K. F., Luximon, A., Yao, L., Hu, J. Y., & Li, Y. (2011). Finite element modeling of male leg and sportswear: contact pressure and clothing deformation. Textile research journal, 81(14), 1470-1476.

[5] Liu, R., Guo, X., Lao, T. T., & Little, T. (2017). A critical review on compression textiles for compression therapy: Textile-based compression interventions for chronic venous insufficiency. Textile research journal, 87(9), 1121-1141.

[6] Lee, G. A., Rajendran, S., & Anand, S. (2009). New single-layer compression bandage system for chronic venous leg ulcers. British Journal of Nursing, 18(Sup5), S4-S18.

[7] Kline, C. N., Macias, B. R., Kraus, E., Neuschwander, T. B., Angle, N., Bergan, J., & Hargens, A. R. (2008). Inelastic compression leggings produces gradient compression and significantly higher skin surface pressures compared with an elastic compression stocking. Vascular, 16(1), 25-30.

[8] Pelton, A. R., Duerig, T. W., & Stöckel, D. (2004). A guide to shape memory and superelasticity in Nitinol medical devices. Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies, 13(4), 218-221.

[9] BEDELOĞLU, A. Ç. (2011). SHAPE MEMORY ALLOYS AND APPLICATIONS ON TEXTILE MATERIALS. 2011 (Volume: 18), 83.

[10] JOBST Elvarex Renkleri. *VIP Med. Sağlık Ürün.*, <https://www.vipmedikal.com.tr/jobst-elvarex-renkleri/> Son erişim Tarihi: 11/08/2020

[11] Abel, E., Luo, H., Pridham, M., & Slade, A. (2004). Issues concerning the measurement of transformation temperatures of NiTi alloys. Smart materials and structures, 13(5), 1110.

[12] Abounaim, M. D., & Cherif, C. (2012). Flat-knitted innovative three-dimensional spacer fabrics: a competitive solution for lightweight composite applications. Textile Research Journal, 82(3), 288-298.

1. TOPTAS, Ali (<https://orcid.org/0000-0002-1176-0844>)
2. DEMİR, Ali (<https://orcid.org/0000-0001-8898-9412>)

DEPOSITION OF Cu-BTC ON TEXTILE FIBERS FOR SENSOR APPLICATION

ÇAKICIOĞLU-ÖZKAN, Fehime (ORCID#0000_0003_3991_7652)¹,
GÜNER, Cemal (ORCID#0000_0002_9652_3994)¹

¹ Izmir Institute of Technology, Chemical Engineering Department
fehimeozkan@iyte.edu.tr

PURPOSE

In this study copper based metal organic framework (Cu-BTC) is deposited on cotton fabrics by the layer by layer method (LBL). The sensing activity to humidity and NH₃ gas was tested.

INTRODUCTION

Metal-organic frameworks (MOFs) which are prepared in the form of one, two or three-dimensional networks using inorganic salts and organic linkers have recently gained considerable attention due to their large surface areas and ability to bear various functionalities. Due to these reasons, MOFs have a wide range of application areas such as gas storage, adsorption/separation, and catalysis. They could be prepared in some various forms such as beads, pellets and thus, a low-pressure drop and high performance could be obtained in the industrial applications. The complete usage of the inner surface of MOFs could be obtained by the deposition of MOFs on suitable substrates rather than the encapsulation of them decreases if encapsulated (Kuesgens et al, 2009). Recently MOFs are deposited on stainless steel fibers for the solid-phase microextraction of volatile and harmful benzene homologs (Kaskel et al. (2011) studied the immobilization of Cu-BTC (MOF-199) in polymers (polystyrene, polyvinylpyrrolidone, and polyacrylonitrile) by electrospinning to obtain composite fibers with MOF particles. Keskin and Sholl (2010) also reported that the addition of particles to a polymeric matrix represents an important method for enhancing the performance of these polymeric materials for potential applications in gas separation processes.

The aim of this study is to synthesize Cu-BTC on cotton fabric for sensing activities. In order to increase the carboxylic groups of cotton fabric carboxymethylation process is carried out.

EXPERIMENTAL

3.1. Materials

All chemicals are analytical grades. Copper (II) nitrate trihydrate (Cu(NO₃)₂·2.5H₂O), benzene-1,3,5-tricarboxylic acid (BTC), Ethanol (EtOH), N-dimethylformamide (DMF), sodium hydroxide (NaOH) and sodium chloroacetate were obtained from Emsure and Sigma Aldrich.

3.2. Methods: Cu-BTC Synthesis and Deposition On Cotton Fabric

For deposition of Cu-BTC the surface of the cotton fabric should be carboxymethylated to obtain anchoring points on the surface. The procedure proposed by Rubin et al. (2018) was used. Briefly the cotton fabric was added into 100 ml EtOH:H₂O (2:1) and NaOH (15 wt%) mixture and then stirred for 30 min. After that, the cotton fabric was removed and 11.6 g sodium chloroacetate was added into the solution. The cotton fabric was put into the solution again and stirred for 1 h. The cotton fabric was removed from the solution and immersed in H₂O for 30 min. Then, it was washed with H₂O and EtOH, respectively. The cotton fabric was firstly dried at the room temperature and then it was dried in the oven for 1 h at 60 °C

After carboxymethylation step, Cu-BTC was deposited according to Pinto et al. (2012) method. Briefly 860 mg Cu(NO₃)₂·2.5H₂O was mixed in a 12 ml of DMF:EtOH:H₂O (1:1:1) mixture and a piece of cotton fabric were put into the mixture. After stirring them for overnight 500 mg trimesic acid was dissolved in DMF:EtOH:H₂O (1:1:1) mixture and added to the mixture dropwise and kept stirring for 24 h. The Cu-BTC deposited cotton fabric was dried in air.

Cu-BTC deposition on the cotton fabric was also carried out by layer-by-layer (LBL) method. In the procedure, 1.078 g copper acetate was dissolved in 15 mL H₂O to obtain solution A. Then, to obtain solution B, 631 mg of BTC was dissolved in 15 mL of DMA, EtOH:H₂O (1:1:1). The cotton fabric was

first immersed in solution A for 5 min and then it was rinsed with water. The cotton fabric was immersed in the solution B for 5 min and then it was rinsed with water. This cycle was repeated for 5 times. After that, the cotton fabric was washed with EtOH to remove undeposited Cu-BTC particles. Finally, the cotton fabric was put into the EtOH solution and sonicated.

3.3. Characterization Studies

The surface morphology and the framework vibration of Cu-BTC deposited fabrics were analyzed via SEM analysis (FEI QUANTA 250 FEG) and AT-IR analysis in the wavenumber range of 650–4000 cm^{-1} (Pelkin Elmer–UATR Two). The crystalline structures of all samples were determined by X-ray diffractometer (Philips X'Pert) with CuK radiation. The scattering angle 2θ was changed from 5° to 63° with a step length of 0.002° .

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The surface of the cotton fabric was successfully covered also with Cu-BTC by third deposition method for all cycle numbers (Figure 1). According to the results, the optimum cycle number was chosen as 12 for the deposition method since the uniform Cu-BTC distribution and well-shaped Cu-BTC particles on the surface of cotton fabric were obviously seen.

ATR-IR spectrums and XRD patterns of Cu-BTC, raw cotton fabric and Cu-BTC deposited cotton fabric by different deposition methods are presented in Figure 2. The characteristic peaks of Cu-BTC, raw cotton, carboxymethylated cotton, and Cu-BTC deposited cotton specimens were observed at 728, 1371 and 1644 cm^{-1} . As seen from XRD patterns, cotton has a characteristic peak around 23° . Additionally, the place of this peak was drifted due to the interaction between the cotton surface and Cu-BTC.

After the deposition process, new peaks, referred to the characteristic peaks of Cu-BTC, were observed. The intensities of characteristic peaks of Cu-BTC was observed weakly since Cu-BTC was deposited on the cotton surface as a thin layer. Thus, it could be said that the deposition process was successfully achieved by the deposition method.

NH_3 sensing property of Cu-BTC deposited cotton fabric (by first method) was investigated and the results are shown in Figure 3.

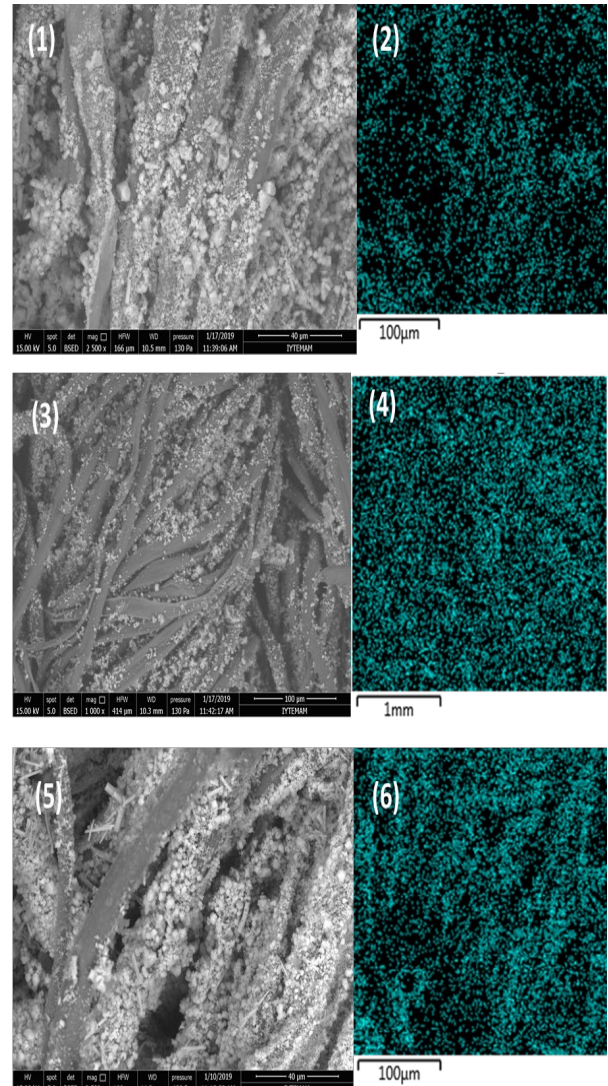


Figure 1. SEM images (1, 3, 5) and mapping analysis (2, 4, 6) of Cu-BTC deposited on cotton fabrics with 4, 8, 12 cycles, respectively.

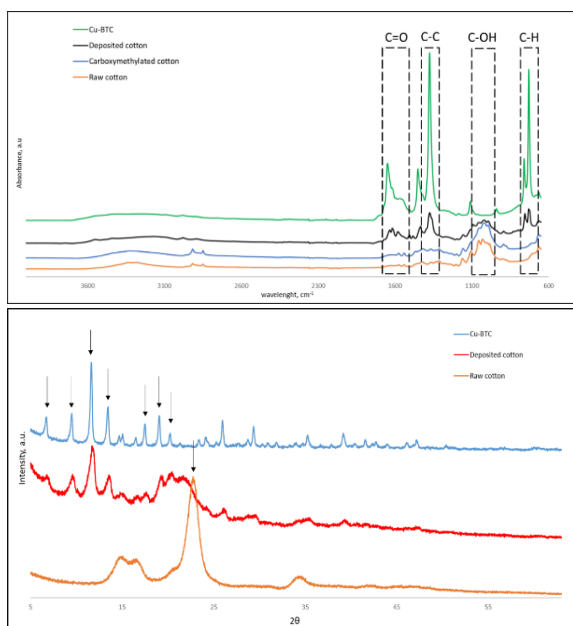


Figure 2. ATR-IR spectra and XRD patterns of Cu-BTC, raw cotton, fabric and Cu-BTC deposited cotton fabric..

After NH_3 exposure, Cu-BTC deposited cotton fabrics show a color change and their color turned to dark blue. Thus, they have NH_3 sensing property.

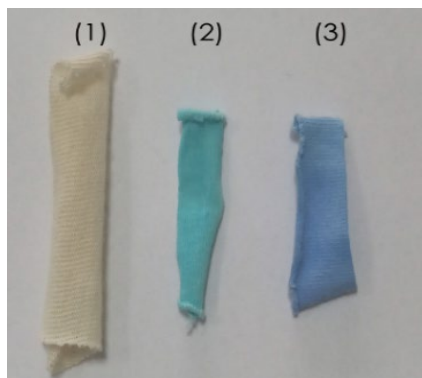


Figure 3. Color of raw cotton fabric(1), Cu-BTC deposited cotton fabric (2) and NH_3 exposed Cu-BTC deposited cotton fabric.

CONCLUSIONS

Cu-BTC was synthesized and deposited on the cotton fiber. The deposition of Cu-BTC on cotton fabric was successfully achieved for the deposition method with different number of 12 cycle for the method were chosen as optimum cycle numbers.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

In future work, Cu-BTC deposited Cotton will be used for sensing of NH_3 , H_2S and H_2O .

LITERATURE

- Kuesgens, P. Siegle, S. Kaskel, 2009. "Crystal Growth of the Metal-Organic Framework Cu-3(BTC)(2) on the Surface of pulp Fibers" *Advanced Engineering Materials*, 11(1-2), 93-95.
- Kaskel, S. 2010. "Metal Organic Framework compounds (MOFs)", *Chemie Engineering Technick*, 82(7), 01019-1023.
- Keskin, S. Sholl, D.S. 2010 "Selecting metal organic frameworks as enabling materials in materials in mixed matrix membranes for high efficiency natural gas purification", 3, 8, 879-891.
- Rubin, H. NeufeldnB. H. Reynolds, M., 2018. "Surface encpred Metal-Organic Framework-Cotton material for Tunable Antibacterial Copper Delivery, *ACS Applied Materials Interface*, 10 (17), 15189-15199.
- Pinto, M. Sierra, A., Hinestroza, J. 2012. "In situ synthesis os a Cu-BTC metal-organic framework (MOF199) onto cellulosic fibrous substrates: cotton.19(5), 1771-1779.

Silver Nanoparticle Decorated Graphene/Chitosan Composite for Piezoresistive Pressure Sensors

SADAK, Omer^{1,2}, CHEN, Qiyuan², HE, Kaiyu³, WANG, Qiang³, GUNASEKARAN, Sundaram²

¹Department of Electrical and Electronics Engineering, Ardahan University, Turkey, ²University of Wisconsin Madison Materials Science and Engineering, 53703, USA, ³Zhejiang Academy of Agricultural Sciences, Hangzhou 310021, China,

omersadak@ardahan.edu.tr, sadak@wisc.edu

PURPOSE

In this study, an aerogel made of electrochemically exfoliated graphene and chitosan was decorated with silver nanoparticles (AgNPs) for piezoresistive pressure sensor applications.

INTRODUCTION

Flexible and skin-mountable sensors have attracted tremendous attention due to its potential applications in human health monitoring, artificial intelligence and wearable electron devices. To detect slight pressure changes, pressure sensors become more and more essential. By conversing certain pressures to electrical signals, pressure sensors can monitor some human bodies' indexes such as pulse and blood pressure, which indicates health condition¹. Also, being attached onto clothes and even directly on skin, pressure sensors can provide real-time data of body activities². To realize the goals, a flexible, ultralight and high response speed pressure sensor, with abilities of monitoring pressure changes in different regimes, are required.

However, traditional metallic and semiconducting pressure sensors can only detect limited regimes with a relative low sensitivity³. Nanoscale materials, on the other hand, are considered as a leading solution for wearable pressure sensors⁴. In the past few years, pressure sensors with different nanoscale materials have been reported, including metal/metal oxide nanowires, conducting polymers, carbon nanotubes, and large arrays of pressure-sensitive pixels⁵. Among all, 3D-structured graphene, such as graphene aerogels, with unique properties such as low density, high electrical conductivity, porosity, and large surface area⁶, are considered as a promising base material for pressure sensors.

While due to the strong π - π stacking and van der Waals interactions, graphene sheets tend to form irreversible agglomerates instead of forming a sponge like material⁷. The agglomeration significantly decreases the surface area of graphene and has negative effect on its mechanical properties. To solve the problem, many

researchers introduced different materials to help construct and strengthen the 3D structure, including cellulose, PDMS, carbon nanotubes etc⁸.

Chitosan, as the production of the deacetylation of chitin, which is one of the most abundant and renewable natural polymers, becomes a rising star⁹. Recent years, aerogels based on chitosan with applications in energy storage, water treatment, antibiotics and etc. are widely reported. Thanks to its biocompatible and biodegradable, chitosan is a considerable base for flexible and skin-mountable pressure sensors¹⁰.

Herein, we report a novel flexible, pressure sensor based on silver nanoparticles decorated graphene and chitosan hybrid aerogels (AgNPs-GCA), which achieves high sensitivities and ultrafast response.

EXPERIMENTAL

Material

Graphite sheets were obtained from Graphitestore, Inc.(U.S.A.). Chitosan, glutaraldehyde and acetic acid were purchased from Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, U.S.A.). AgNO₃ was acquired from Acros chemicals (NJ, U.S.A.).

Method

First, electrochemically exfoliation of graphite was prepared in accordance with our previous paper⁶. The graphene suspension was concentrated by filtration before use. The graphene/chitosan (GCA) composite were prepared by as-synthesized graphene suspension with varying amount of chitosan (10mg/mL) to find optimal composition (graphene: chitosan ; 1:1, 1:0.8, 1:0.6, 1:0.4, 1: 0.2). The GCA mixture was stirred for 1 h and followed by ultra-sonicating for 10 min. at room temperature. Glutaraldehyde and acetic was added into solution for crosslinking between graphene and chitosan. The solution immediately turned into hydrogel and after free-drying process, GCA aerogel was formed. Using chemical reduction method, AgNPs were formed onto the surface of GCA composite. Briefly, GCA aerogel dipped into 100 ml

1. SADAK, Omer (0000-0001-6717-9672)
2. CHEN, Qiyuan
3. HE, Kaiyu (0000-0001-9626-4067)
4. WANG, Qiang (0000-0001-6436-1276)
5. GUNASEKARAN, Sundaram (0000-0001-6553-1273)

of AgNO_3 , (100 mM) at room temperature for 30 min., Then, GCA aerogel was dipped into NaBH_4 for 10 min. Following this, Samples was washed with DI water to remove any remaining chemicals and unbonded AgNPs. Finally, samples were dried at room temperature for 24h.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

AgNPs decorated GCA composite was synthesized as shown in Figure 1. The amount of graphene has a great influence on the shape and resilience of the aerogels, which also determine the sensitivity and mechanical properties of pressure sensors. It is also important to note after determining optimal composition of GCA for better mechanical properties, the electrical conductivity was very low due to chitosan which effect the sensitivity of pressure sensor. AgNPs was decorated to increase the conductivity while keeping GCA mechanically stable.

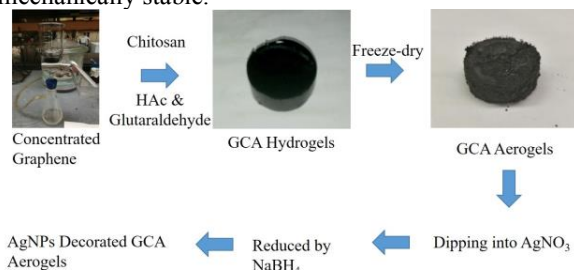


Figure 1. Synthesis scheme for AgNPs-GCA composite

After forming AgNPs-GCA, the composite materials was characterized via XPS to confirm the presence of metallic silver nanoparticles. XPS spectra of AgNPs-GCA is shown in Figure 2.

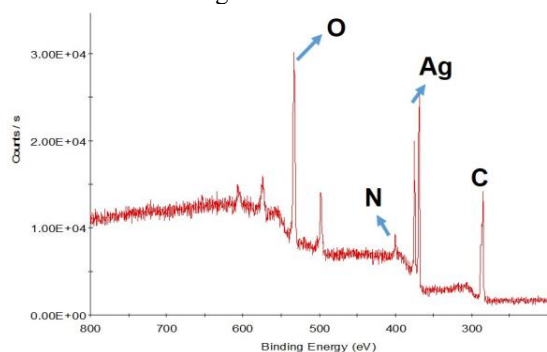


Figure 2. XPS spectra of AgNPs-GCA composite

AgNPs-GCA based piezoresistive pressure sensor was assembled by connecting two copper sheets onto top and bottom of the AgNPs-GCA. Then, as-assembled device was tested for 200 g of standard weigh as shown in Figure 3. The results shows that the sensor response

1. SADAK, Omer (0000-0001-6717-9672)
2. CHEN, Qiyuan
3. HE, Kaiyu (0000-0001-9626-4067)
4. WANG, Qiang (0000-0001-6436-1276)
5. GUNASEKARAN, Sundaram (0000-0001-6553-1273)

the pressure very quickly and when the weight is removed, it quickly returns to initial current.

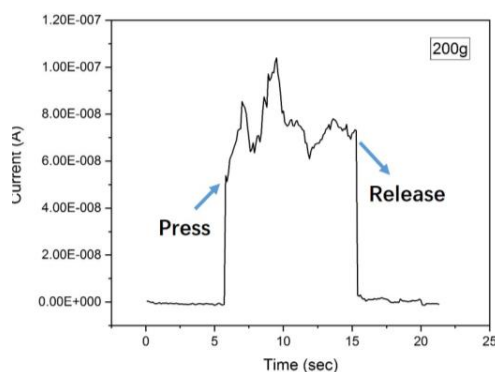


Figure 3. Pressure-dependent current recorded at 200g

CONCLUSIONS

In this study, we report a novel approach to use AgNPs decorated GCA composite in piezoresistive pressure sensor which achieves ultrafast response. Further studies are needed to investigate real-time responses and sensitivities under various pressure.

LITERATURE

1. Huang KH, Tan F, Wang TD, Yang YJ. A highly sensitive pressure-sensing array for blood pressure estimation assisted by machine-learning techniques. *Sensors (Switzerland)*.
2. Xu C, Yang Y, Gao W. Skin-Interfaced Sensors in Digital Medicine: from Materials to Applications. *Matter*.
3. Gu Y, Zhang T, Chen H, et al. Mini Review on Flexible and Wearable Electronics for Monitoring Human Health Information. *Nanoscale Res Lett*.
4. He J, Zhang Y, Zhou R, et al. Recent advances of wearable and flexible piezoresistivity pressure sensor devices and its future prospects. *J Mater*.
5. Chen W, Yan X. Progress in achieving high-performance piezoresistive and capacitive flexible pressure sensors: A review. *J Mater Sci Technol*.
6. Sadak O, Sundramoorthy AK, Gunasekaran S. Facile and green synthesis of highly conductive graphene paper. *Carbon N Y*. 2018;138.
7. Sadak O, Prathap MUA, Gunasekaran S. Facile fabrication of highly ordered polyaniline–exfoliated graphite composite

- for enhanced charge storage. *Carbon N Y*.
doi:10.1016/j.carbon.2018.12.062
8. Baig N, Saleh TA. Electrodes modified with 3D graphene composites: a review on methods for preparation, properties and sensing applications. *Microchim Acta*.
 9. Elieh-Ali-Komi D, Hamblin MR. Chitin and Chitosan: Production and Application of Versatile Biomedical Nanomaterials. *Int J Adv Res*.
 10. Liu H, Jian R, Chen H, et al. Application of biodegradable and biocompatible nanocomposites in electronics: Current status and future directions. *Nanomaterials*.

1. SADAK, Omer (0000-0001-6717-9672)
2. CHEN, Qiyuan
3. HE, Kaiyu (0000-0001-9626-4067)
4. WANG, Qiang (0000-0001-6436-1276)
5. GUNASEKARAN, Sundaram (0000-0001-6553-1273)

Investigation of Electrical Resistivity and Electromagnetic Shielding Properties of Barium Titanate Coated Fabrics

CELEN, Rumeysa, MANASOGLU, Gizem, ULCAY, Yusuf, KANIK, Mehmet
Textile Engineering Department, Bursa Uludag University
rumeysa@uludag.edu.tr

PURPOSE

In this study, it was aimed to investigate the electrical resistance and electromagnetic shielding effectiveness (EMSE) properties of barium titanate coated fabrics. For the first time, the singly effect of barium titanate on EMSE properties in fabric coating was investigated.

INTRODUCTION

Polymer coating on the textile material provides new properties of the fabric. The chemical compositions of polymer coatings are constantly developed and new types of polymer additives are increasingly introduced.¹ Most of the commercially available electromagnetic shielding fabrics are produced by coating technologies and have very homogeneous and closed structures thus exhibiting extremely high electromagnetic shielding capabilities.²

The perovskite structure of BaTiO₃ attracted significant attention due to its exceptional dielectric, piezoelectric, and electro-optic properties.³

There were some studies about electromagnetic shielding effectiveness and electrical properties of barium titanate added textiles and composites in the literature.⁴⁻⁶ These limited studies mostly focused on barium titanate added composites and film structures.⁷⁻⁹

In this study, polyester fabrics were coated with nano-sized barium titanate powder at 50 and 100 g/kg concentration rates. Physical tests (thickness, mass per unit area, add-on) and electrical measurements (surface resistivity, electromagnetic shielding efficiency) were performed and results were evaluated with related standards.

EXPERIMENTAL

Material

Pre-treated 100% polyester woven fabric was used in the experiments. Barium titanate (BaTiO₃) powder which was supplied from Grafen Chemical Industries Co. was used as filler material. Their properties were given in Table 1.

Table 1. Properties of fabric and barium titanate

	Property	Warp	West
Fabric	Yarn Type	Texturized polyester	
	Number of yarns/cm	30	18
	Fabric structure	Plain weave	
Barium titanate	Morphology	Spherical	
	Average particle size (nm)	100	
	Density (g/cm ³)	5.85	
	Purity (%)	99.9	

Method

Polyester woven fabrics were coated at 50 and 100 g/kg concentration rates of nano-sized barium titanate powder. Coatings were made according to knife over roll principle. Samples were dried at 100°C for 10 minutes and they were fixed at 160°C for 3 minutes on a laboratory type steamer (Rapid H-TS-3).

Thickness measurements of coated fabrics were made according to TS 7128 EN ISO 5084 standard with James Heal's R & B Cloth thickness tester. The measurement of the fabric weights (g/m²) was carried out in accordance with the TS 251 standard.

Surface resistance measurements of coated fabrics were made according to ASTM D 257 standard with Keithley 8009 Resistivity Test Fixture.

EMSE properties of coated fabrics were determined according to the ASTM D4935-10 standards by using a coaxial transmission line measurement technique in the frequency range of 15–3000 MHz.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Thickness, mass per unit area and add-on results of fabrics were shown in Table 2. As the concentration of the filler (the ratio of the solid content in the paste) increased, the thickness of the coating film also increased. Similarly, as the barium titanate concentration increased, the fabric mass per unit area and add-on values increased.

1. CELEN, Rumeysa (0000-0002-2972-8295)
2. MANASOGLU, Gizem (0000-0002-1504-8694)
3. ULCAY, Yusuf (0000-0001-6685-8278)
4. KANIK, Mehmet (0000-0003-2317-7282)

Table 2. Thickness, mass per unit area and add-on results

Samples	Thickness (mm)	Mass per unit area (g/m ²)	Add-on (g/m ²)
Uncoated fabric	0.34	169	-
BT50	0.42	287.3	118.3
BT100	0.49	341.5	172.5

Surface resistivity and EMSE results of fabrics were shown in Table 3. Surface resistivity values slightly decreased according to uncoated fabric. However, BT50 and BT100 coded fabrics had nearly same values. When the EMSE results examined, barium titanate had a positive effect on the shielding efficiency of coated fabrics, especially in 100 g/kg concentration. SE value increased by 22% from BT50 to BT100 sample. According to "The Functional Technical Textiles Standard"¹⁰ SE values of the coated fabrics were "good" at 15 MHz.

Table 3. Electrical resistance and EMSE results

Samples	Surface Resistivity (Ω / sq)	EMSE (dB) (f= 15 MHz)
Uncoated fabric	9.1×10^{10}	2.94
BT50	2.1×10^9	11.03
BT100	2.7×10^9	14.06

CONCLUSIONS

This paper investigates electrical properties of nano barium titanate coated polyester fabrics. Thickness, mass per unit are (g/m²), surface resistivity and EMSE measurements were performed.

According to uncoated fabric surface resistivity values were decreased with barium titanate coating. Barium titanate improved the EMSE properties of coated fabrics. Shielding efficiency increased with increasing barium titanate concentration.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

Electromagnetic shielding efficiency of barium titanate coated fabrics was achieved in a limited frequency range. Therefore, the combined use of barium titanate and different conductive polymers will be studied in future works.

LITERATURE

1. CELEN, Rumeysa (0000-0002-2972-8295)
2. MANASOGLU, Gizem (0000-0002-1504-8694)
3. ULCAY, Yusuf (0000-0001-6685-8278)
4. KANIK, Mehmet (0000-0003-2317-7282)

1. Kovacevic, S., Ujevic, D., Brnada, S. 2010. Coated Textile Materials, (P. D. Dubrovski Ed.), 241-254. Croatia: InTech.
2. Kilic, G., Ortlek, H.G., Saracoglu, G.Ö. 2007. "Electromagnetic pollution and textile barriers for protection from electromagnetic pollution", Journal of Textiles and Engineer, 14, 67.
3. Hao, S., Fu, D., Li, J., Wang, W., Shen, B.2011. "Preparation and characterization of Ag-doped BaTiO₃ conductive powders", International Journal of Inorganic Chemistry, 2011.
4. Celen, R., Ulcay, Y. 2019. "Investigating electromagnetic shielding effectiveness of knitted fabrics made by barium titanate/polyester bicomponent yarn", Journal of Engineered Fibers and Fabrics, 14, 1558925019837806.
5. Melvin, G.J.H., Ni, Q.Q., Wang, Z. 2017. "Performance of barium titanate@ carbon nanotube nanocomposite as an electromagnetic wave absorber", Physica Status Solidi (a), 214(2), 1600541.
6. Su, J., Zhang, J. 2016. "Preparation and properties of Barium titanate (BaTiO₃) reinforced high density polyethylene (HDPE) composites for electronic application", Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 27(5), 4344-4350.
7. Cai, M. Q., Yin, Z., Zhang, M.S. 2003. "First-principles study of optical properties of barium titanate", Applied Physics Letters, 83(14), 2805-2807.
8. Xiang, B., Zhang, J. 2018. "A new member of solar heat-reflective pigments: BaTiO₃ and its effect on the cooling properties of ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate copolymer)", Solar Energy Materials and Solar Cells, 180, 67-75.
9. Cai, W., Fu, C., Gao, J., Guo, Q., Deng, X., Zhang, C. 2011. "Preparation and optical properties of barium titanate thin films", Physica B: Condensed Matter, 406(19), 3583-3587.
10. Committee for Conformity Assessment of Accreditation and Certification on Functional and Technical Textiles. Specified Requirements of Electromagnetic Shielding Textiles (Standard No. FTTS-FA-003), Taipei/Taiwan (2005).

Süperkapasitörler için Grafen Esaslı Nanokompozit Hidrojel Geliştirilmesi ve Özelliklerinin İncelenmesi

DEMİR, Emre¹, ÜNSAL, Ömer Faruk², ALTIN, Yasin*¹, BEDELOĞLU, Ayşe**¹

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü ²Bursa Teknik Üniversitesi, İleri Teknolojiler-Malzeme Bilimi ve Mühendisliği ABD

yasin.altin@btu.edu.tr, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Esnek elektronikler günlük hayatımızda giderek yaygınlaştığından, güç kaynağı için yüksek performanslı, esnek katı hal süperkapasitörlere olan artan bir talep mevcuttur. Geniş yüzey alanı, yüksek elektriksel iletkenliği sebebi ile grafen hidrojel ve aerogeller süperkapasitör elektrodu olarak büyük ilgi çekmektedir. Bu çalışmada süperkapasitör elektrodu uygulamaları için hidrotermal indirgeme yöntemi ile grafen ve grafen/PANI hidrojellerin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Süperkapasitörler sahip oldukları yüksek enerji ve güç yoğunluğu sayesinde güç ve enerji yoğunluğu açısından konvansiyonel kapasitörler ile bataryalar arasındaki boşluğu dolduran enerji depolama teknolojileridir. Karbon bazlı malzemeler (aktif karbon, grafen, karbon nanotüp, karbon nanolif vb.), iletken polimerler ve metal oksitler süperkapasitörlerde elektrot malzemesi olarak kullanılmaktadır.

Son zamanlarda, grafen esaslı katı hal süperkapasitörlerle ilgili yapılan çalışmalarda yüksek spesifik kapasitans değerleri (118-204 F g⁻¹) elde edilmiştir¹⁻³. Bununla birlikte grafen levhaları bir araya gelerek aglomere olma eğilimi göstermektedir bu da katı hal elektrolitlerin elektrot malzemesinin tüm yüzeylerinin kullanılmasını engellemekte ve elektrotun kapasitif performansının daha düşük olmasına neden olmaktadır. Bu zorlukları gidermek için, farklı yapılarla, özellikle üç boyutlu (3D) grafene dayalı makroyapılar büyük ilgi görmüştür⁴⁻⁷. Çeşitli 3B grafen materyalleri arasında grafen hidrojel ve aerogelleri özellikle dikkat çekmektedir⁸⁻¹⁵. Bu benzersiz grafen jelleri, çok boyutlu elektron taşıma ve hızlı elektrolit iyonlarının difüzyonuna izin veren, yüksek spesifik yüzey alanlarına sahip birbirine bağlı gözenekli çerçevelerden oluşur.

Karbon atomunun allotroplarından bir tanesi olan grafen, çok iyi elektriksel, termal ve mekanik özelliklere sahip olması nedeniyle dikkatleri üzerine çeken ve son yıllarda, elektronik, enerji ve çevre uygulamaları başta olmak üzere pek çok açıdan kullanım alanı bulan tek atom inceliğindeki bir malzemedir¹⁶. Bu fiziksel, mekanik ve kimyasal özelliklerin birleşimi, grafene dayalı materyalleri,

1. DEMİR, Emre (0000-0002-4079-4218)
2. ÜNSAL, Ömer Faruk (0000-0001-8405-3676)
3. ALTIN, Yasin (0000-0002-8554-3025)
4. BEDELOĞLU, Ayşe (0000-0003-2960-5188)

elektrokimyasal enerji depolaması ve sürdürülebilir enerji üretimi, yani Li-ion piller, yakıt hücreleri, süperkapasitörler ve fotovoltaiik ve güneş pilleri için daha ilgi çekici hale getirmektedir¹⁷. Son yıllarda süperkapasitörlerle ilgili projelere ve çalışmalara yapılan yatırımın büyüklüğü de süperkapasitörlerin günümüzdeki önemini ortaya koymaktadır. Yapılan çalışmalarda süperkapasitör üretiminde kullanılacak malzeme çeşitleri sunularak metal temelli süperkapasitörlerin aksine çevreye zararlı madde atığı sunmayan yollar önerilmektedir. Bu noktada, iletken polimer kullanılarak süperkapasitörlerin geliştirilmesi son yıllarda büyük önem kazanmıştır.

Bu çalışma kapsamında süperkapasitörler için elektrot olarak kullanılma potansiyeli olan Grafen Hidrojel, Grafen/Polianilin Hidrojel (Grafen/PANI Hidrojel) üretilmiştir. Üretilen tüm hidrojellerin liyofilizatör yardımı ile kurutma yapılarak 3 boyutlu yapısının bozulmadan kurutulması sağlanmış ve morfolojik özellikleri incelenerek süperkapasitör elektrotu olarak potansiyel kullanımı tartışılmıştır

DENEYSEL

Malzeme

Grafit tozu (Fisher Chemical, UK), karbon nanotüp (Aldrich, USA), HCl (Sigma-Aldrich, Austria) H₂SO₄ (%95-97, Sigma-Aldrich, Germany), H₃PO₄ (%85-88, Sigma-Aldrich, Switzerland), HNO₃ (Sigma-Aldrich, Germany) H₂O₂ (%34.5-36.5, Sigma-Aldrich, Germany), Anilin (Sigma-Aldrich, Portugal), amonyum persülfat (Sigma, Japan), malzemeleri temin edilip ilave saflaştırma işlemi yapılmadan kullanılmıştır

Yöntem

Grafen Oksit Sentezi: Grafen oksitin üretiminde geliştirilmiş Hummer's metodu kullanılmıştır¹⁸. 1 gr grafit tozu, H₂SO₄/H₃PO₄ (120 ml/13,33 ml) karışımı içerisine eklenerek manyetik karıştırıcı ile karıştırılmış ve üzerine 6 gr KMnO₄ ilave edilerek yağ banyosu içerisinde 50 °C'de 12-24 saat boyunca reaksiyona bırakılmıştır. Reaksiyon sonunda karışım 150 ml buz banyosu üzerine dökülerek üzerine 1 ml %30'luk H₂O₂ ilave edilmiştir. Sonrasında karışım içerisindeki katı malzeme santrifüj ile ayrılıp sırası ile 2 defa saf su, metanol, etanol, %37'lik HCl ile

yıkılmış sonrasında ise pH 7'ye gelene kadar saf su ile yıkanmaya devam edilmiştir¹⁸.

Grafen Hidrojel Üretim Süresinin Optimizasyonu

İlk olarak 2 mg/ml konsantrasyonundaki grafen oksit solisyonu prop sonikatör yardımı ile sonike edildikten sonra 3 farklı cam tüp içerisine 20'şer ml ilave edildi. Sonrasında üzerlerine 2 M'lık askorbik asit çözeltisinden 1'er ml ilave edildi. 3 tüp sırası ile 2 saat, 6 saat ve 12 saat 180 °C de otoklav içerisinde bekletildi. Sonrasında elde edilen hidrojel 1M'lık H₂SO₄ içerisinde konularak grafen hidrojel içerisindeki safsızlıkların arındırılması sağlandı.



Şekil 1. Elde edilen grafen hidrojel resimleri.

Grafen/PANI Hidrojellerin Üretimi

1 M'lık HCl içerisinde 1,8825 mmol'lük 80 ml anilin çözeltisi hazırlanmış ve üretilen hidrojel çözelti içerisine daldırılmış ve anilin hidrojel için 2 saat bekletilmiştir. Sonrasında 20 ml 1M'lık HCl içerisindeki 1.6 mmol APS buz banyosundaki hidrojel içerisine damlatılarak çözelti 24 saat bekletilmiştir. Reaksiyon sonunda elde edilen Grafen/PANI Hidrojeller sırasıyla 1 M'lık H₂SO₄ çözeltisi ve su içerisinde bekletilerek safsızlıkların uzaklaştırılması sağlanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 2'de grafen oksit ve grafen hidrojin FT-IR spektrumları görülmektedir. Grafitin oksitlenmesi ile elde edilen grafen oksitin FT-IR spektrumlarında 3200 cm⁻¹ frekansında -OH piki, 1728 cm⁻¹'de C=O (karboksilik asit) piki görülmektedir. İndirgeme sonrasında fonksiyonel grupların uzaklaştırıldığı görülmektedir. Bu da indirgeme işleminin başarılı bir şekilde gerçekleştirildiğini göstermektedir.

Elde edilen hidrojelilerin gözeneklilik hesabı aşağıdaki örnekte gösterilmiştir.

$$V_{\text{hidrojel}} = 1,370 \text{ ml}; \quad d_{\text{grafen}} = 2,36 \text{ gr/ml} = 2360 \text{ mg/ml};$$

$$m_{\text{grafen}} = 29,07 \text{ mg}$$

$$V_{\text{grafen}} = m_{\text{grafen}}/d_{\text{grafen}}$$

$$V_{\text{grafen}} = (29,09 \text{ mg})/(2360 \text{ mg/ml}) = 0,01235627 \text{ ml}$$

$$\text{grafen} = 12,32627 \mu\text{l}$$

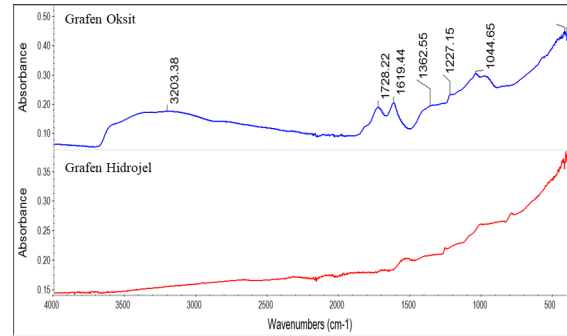
$$V_{\text{hidrojel}} = 1,370 \text{ ml} = 1370 \mu\text{l}$$

1. DEMİR, Emre (0000-0002-4079-4218)
2. ÜNSAL, Ömer Faruk (0000-0001-8405-3676)
3. ALTIN, Yasin (0000-0002-8554-3025)
4. BEDELOĞLU, Ayşe (0000-0003-2960-5188)

$$\% \text{ Porozite} = [(V_{\text{hidrojel}} - V_{\text{grafen}})/(V_{\text{hidrojel}})] * 100 = [(1370 \mu\text{l} - 12,32627 \mu\text{l})/1370 \mu\text{l}] * 100$$

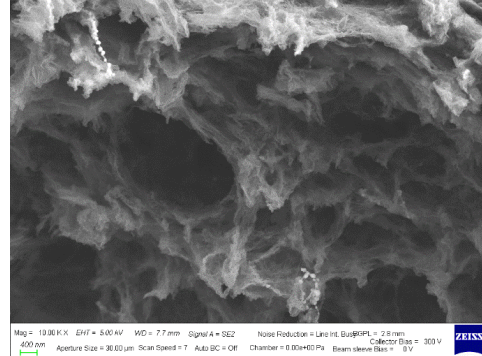
$$\% \text{ Porozite} = \% 99,10$$

Yapılan hesaplamalarda üretilen hidrojel gözenekliliklerinin %99 civarında olduğu hesaplanmıştır. Bu da üretilen hidrojelilerin hacimlerinin 100 katı kadar su absorblayabildiklerini göstermektedir.



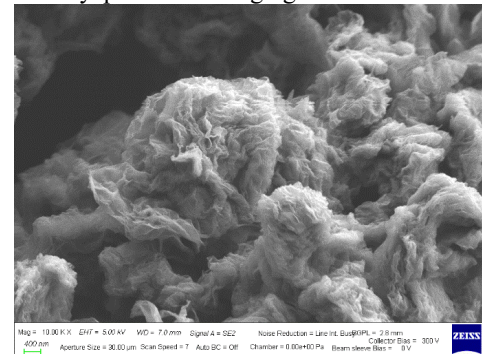
Şekil 2. Grafen oksit ve grafen hidrojel FT-IR spektrumu.

Grafen hidrojelilerin SEM görüntüleri Şekil 3'te görülmektedir. Çok yüksek gözenekliliğe sahip hidrojelilerin üretildiği tespit edilmiştir.



Şekil 3. Grafen Hidrojellerin SEM görüntüsü.

Şekil 4'te Grafen/PANI hidrojelilerin SEM görüntüsü görülmektedir. Bu numunede daha yumuşak yüzeylerin olduğu ve polimerizasyon sonrasında gözenekli yapının korunduğu görülmektedir.



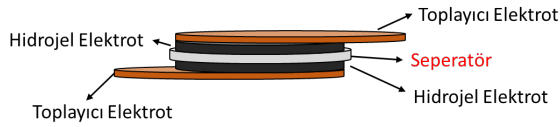
Şekil 4. Grafen/PANI hidrojel SEM görüntüsü.

GENEL SONUÇLAR

Grafen, Grafen/PANI hidrojeller hidrotermal indirgeme prosesi ile başarılı bir şekilde üretilmiştir. Yapılan SEM analizleri sonucunda hidrojellerin yaklaşık %99 gibi çok yüksek bir gözenekliliğe sahip olduğu görülmüştür. Yapılan FT-IR analizlerinde grafitin başarılı bir şekilde okside edildiği, hidrotermal indirgeme prosesi sonrasında ise grafen oksitin başarılı bir şekilde indirgenerek grafene dönüştürüldüğü görülmüştür. Elde edilen çok yüksek gözenekliliğe sahip bu hidrojellerin geniş yüzey alanına sahip olmanın önemli olduğu süperkapasitör elektrot uygulamalarda kullanılmak için önemli bir potansiyele sahip olduğu görülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleriki çalışmalarda elde edilen hidrojellerin Şekil 5'teki formda süperkapasitör elektrotu olarak kullanımı planlanmaktadır



Şekil 5. Süperkapasitör Tasarımı

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu proje Bursa Teknik Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından tarafından 171L17 proje numarası altında desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Choi, B. G., Hong, J., Hong, W. H., Hammond, P. T., & Park, H., 2011, "Facilitated ion transport in all-solid-state flexible supercapacitors". ACS nano, 5(9), 7205-7213.
2. El-Kady, M. F., Strong, V., et al., 2012, "Laser scribing of high-performance and flexible graphene-based electrochemical capacitors". Science, 335(6074), 1326-1330.
3. Wu, Z. S., Winter, A., et al., 2012, "Three-dimensional nitrogen and boron co-doped graphene for high-performance all-solid-state supercapacitors. Advanced Materials, 24(37), 5130-5135.
4. Xu, Y., & Shi, G., 2011, "Assembly of chemically modified graphene: methods and applications". Journal of Materials Chemistry, 21(10), 3311-3323.
5. Li, C., & Shi, G., 2012, "Three-dimensional graphene architectures". Nanoscale, 4(18), 5549-5563.
6. Jiang, H., Lee, P. S., et al., 2013, "3D carbon based nanostructures for advanced supercapacitors". Energy & Environmental Science, 6(1), 41-53.
7. Nardecchia, S., Carriazo, D., et al., 2013, "Three dimensional macroporous architectures and aerogels built of carbon nanotubes and/or graphene: synthesis

and applications". Chemical Society Reviews, 42(2), 794-830.

8. Xu, Y., Sheng, K., et al., 2010, "Self-assembled graphene hydrogel via a one-step hydrothermal process". ACS nano, 4(7), 4324-4330.

9. Xu, Y., Lin, Z., et al., 2013, "Flexible solid-state supercapacitors based on three-dimensional graphene hydrogel films". ACS nano, 7(5), 4042-4049.

10. Xu, Y., Huang, X., et al., 2013, "One-step strategy to graphene/Ni (OH) 2 composite hydrogels as advanced three-dimensional supercapacitor electrode materials". Nano research, 6(1), 65-76.

11. Zhao, Y., Liu, J., et al., 2013, "Highly compression-tolerant supercapacitor based on polypyrrole-mediated graphene foam electrodes". Advanced materials, 25(4), 591-595.

12. Sheng, K., Sun, Y., et al., 2012, "Ultrahigh-rate supercapacitors based on electrochemically reduced graphene oxide for ac line-filtering". Scientific reports, 2, 247.

13. Zhang, L., Zhang, F., et al., 2013, "Porous 3D graphene-based bulk materials with exceptional high surface area and excellent conductivity for supercapacitors". Scientific reports, 3, 1408.

14. Zhang, L., Yang, X., et al., 2013, "Controlling the effective surface area and pore size distribution of sp2 carbon materials and their impact on the capacitance performance of these materials". Journal of the American Chemical Society, 135(15), 5921-5929.

15. Wu, Z. S., Sun, Y., et al., 2012, "Three-dimensional graphene-based macro-and mesoporous frameworks for high-performance electrochemical capacitive energy storage". Journal of the American Chemical Society, 134(48), 19532-19535.

16. Singh, V., Joung, D., et al., 2011, "Graphene based materials: past, present and future". Progress in materials science, 56(8), 1178-1271.

17. Simon, P., & Gogotsi, Y., 2010, Materials for electrochemical capacitors. In Nanoscience and technology: a collection of reviews from Nature journals (pp. 320-329).

18. Marcano, D.C., et al., 2010, "Improved Synthesis of Graphene Oxide". ACS Nano. 4(8): p. 4806-4814.

1. DEMİR, Emre (0000-0002-4079-4218)
2. ÜNSAL, Ömer Faruk (0000-0001-8405-3676)
3. ALTIN, Yasin (0000-0002-8554-3025)
4. BEDELOĞLU, Ayşe (0000-0003-2960-5188)

CHAPTER / SESSION / OTURUM

5

Composites and Nanocomposites 1

Moderator: Mohammad Jawaid
Session Attendant: Ayten Nur Yüksel Yılmaz

Karbon ve Cam Elyafı Polikarbonat Polimerinin Konvansiyonel ve Mikro Gözenekli Yöntemlerle Kalıplanması

YILMAZ, Galip

Bayburt Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu
galipyilmaz@bayburt.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın temel içeriğini elektrostatik boşalma (ESD) güvenilir bir malzeme olan ve karbon tozu ilave edilmiş bir Polikarbonat (PC) termoplastiğinin enjeksiyonla kalıplanması oluşturmaktadır. Dayanıklılık için cam elyafı ilave edilmiş bu malzemenin farklı kalıplanma koşulları ve teknolojilerindeki performansını anlamak için doğru kalitede ürün geliştirilmesi temel amaçları olacaktır.

GİRİŞ

Diğer mühendislik polimerlerine kıyasla Polikarbonat (PC) temelli malzemeler özellikle mekanik dayanım konusunda öne çıkmaktadır¹. PC'nin özel bir kullanım alanı da elektronik malzeme üretim tesisinde kullanılan ekipmanlardır. Bu tip uygulamalarda aranan temel performans özelliklerinden bir tanesi elektrostatik boşalma (ESD) güvenilir bir malzeme olmasıdır. Bu sayede elektronik ürünlerin bozulmasına sebep olan ESD olayından kaçınılmış olunur².

Bir malzemenin ESD güvenilir olmasının temel parametrelerinden birisi o malzemenin bir miktar elektrik iletkenliğine sahip olmasıdır. Ancak hemen hemen bütün plastikler saf hallerinde güçlü bir yalıtkanlık gösterdiklerinden, ESD açısından güvenilir değildir².

Polimer temelli ESD güvenilir bir malzeme üretmenin en tipik yolu olan yüksek oranda karbon tozu eklemek ise genelde malzemenin mekanik özelliklerinden feragat etmeyi gerektirir³. Bu nedenle cam elyafı katarak bir dayanım elde edilmesi yoluna gidilmektedir. PC, karbon tozu (CB) ve cam elyafından (GF) oluşan bu tip malzemeler ise kalıplamada doğru üretim tekniklerinin kullanılması açısından saf polimerlere göre daha fazla hassasiyet gerektirmekte⁴.

Mikro gözenekli enjeksiyon kalıplanma tekniği (MIM) köpüklü ve düşük ağırlıklı parça üretmede kullanılan özel bir kalıplama teknolojisidir. Köpük üretimi için gerekli gaz, kimyasal eklentiler yerine doğrudan süperkritik akışkan (SCF) formunda erimiş polimerin içerisine basılır. Bu sayede özellikle bu çalışmada kullanıldığı gibi yoğun miktarda katı malzeme ile yüklü polimerlerin kalıplanmasını kolaylaştırabilir⁵.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada Lubrizol Advanced Materials Şirketinden elde edilen Carbo-Rite B-980 ticari isimli PC kullanıldı. Bu polimer dayanıklılık için cam elyafı (GF) ve ESD performans için karbon tozu (CP) ile güçlendirilmiş bir malzemedir.

Yöntem

Granül formundaki malzeme kalıplama öncesi vakum altında 125 °C'de 5 saat kurutuldu. Tablo 1 numune türlerinin işleme parametrelerini göstermektedir. Bu çalışmada 4 çeşit numune türü karşılaştırılmıştır. İlaveten SCF içeren MIM numuneleri, Solid (Katı) numunelere benzer işlem parametreleriyle kalıplanmıştır. Diğer iki numune için işleme parametreleri, daha iyi köpük morfolojisi (Opt-Cell) ve daha fazla ağırlık kaybı için, Low-Weight (Düşük Ağırlık) özel olarak ayarlanmıştır. Numuneler için parametre ayarlaması Okamoto'nun çalışması referans alınarak yapılmıştır⁵.

Tablo 1. Enjeksiyon kalıplama parametreleri

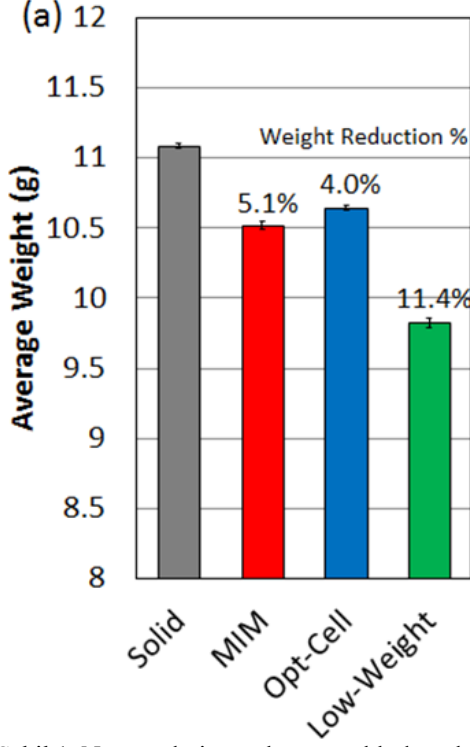
Parametre	Solid	MIM	Opt Cell	Low Wht
Enjeksiyon hızı (cm ³ /s)	30	30	50	40
Hacim (cm ³)	21	21	21	18
Ütuleme basıncı (MPa)	80	N/A	N/A	N/A
Ütuleme süresi (s)	8	N/A	N/A	N/A
Geri basınç (MPa)	0.2	5.0	5.0	5.0
Malzeme sıcaklık (°C)	300	300	285	310
Kalıp sıcaklık (°C)	80	80	60	90
Soğuma zamanı (s)	20	20	20	25
SCF (N ₂) yüzdesi (%)	N/A	0.50	0.55	0.61
Nominal ağırlık kaybı (%)	N/A	5	4	10

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1, dört numune grubunun, yani Solid, MIM, Opt-Cell ve Low-Weight ortalama parça ağırlığını göstermektedir. Ütuleme/bekletme aşamasının iptali ve gaz genişlemesinden dolayı köpüklü numuneler katı numunelerden tutarlı bir şekilde daha hafif elde edilmiştir. Hedeflenen ağırlık azaltmaları sırasıyla MIM için % 5.1, Opt-Cell için % 4.0 ve Low-Weight numuneler için % 11.4 olarak gerçekleşmiştir.

1. YILMAZ, Galip (<https://orcid.org/0000-0001-8128-3193>)

Ortalama ağırlıklar küçük standart sapmaları ile, Carbo-Rite B-980'in ağırlık azalmasının kolayca ve tutarlı bir şekilde ayarlanabileceğini göstermektedir.



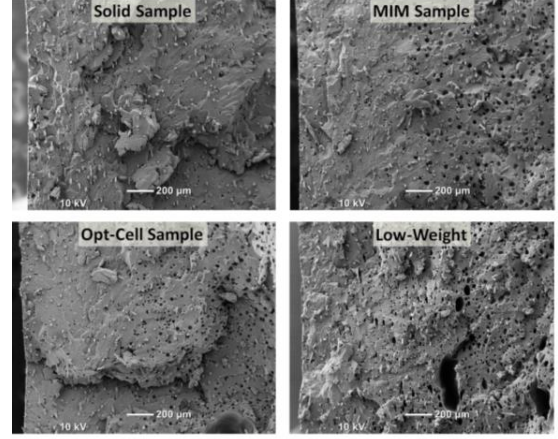
Şekil 1. Numunelerin ortalama ağırlık değerleri.

Şekil 2'de tüm numunelerin sıvı nitrojen altında kırılmış yüzeyinin SEM görüntüleri verilmiştir. Resimlerin sol tarafında parça yüzeyi net bir şekilde görülebilmektedir. Akış yönü sayfa içindedir. Cam elyaflar ve dışarı çekilen elyaflardan gelen tipik delikler, katı numunenin kırık yüzeyinde görülebilir. Bu fiber delikler, köpük numunelerindeki daha küçük boyutları ve derin boru şekilleriyle köpük kabarcıklarından ayırt edilebilir. Low-Weight numunenin resminde görülen derin yarıklar, köpük etkisiyle fazla ağırlık kaybında düzensiz bir yapının oluşmasında ve netice olarak düşük mekanik performans endişelerine yol açabilmektedir. Bir diğer yandan, olumlu bir sonuç olarak Opt-Cell numunesinin daha ince ve düzenli bir köpük morfolojisi oluşturduğu görülebilir.

GENEL SONUÇLAR

MIM yöntemiyle karbon tozları ve cam elyafları ile bir polikarbonat (PC) bileşiği olan Carbo-Rite B-980 kullanılarak geleneksel katı ve mikro hücreli enjeksiyon kalıplaması (MIM), farklı işlem koşulları ve gaz dozajlarıyla başarıyla gerçekleştirildi. Carbo Rite B-980'in oldukça homojen hücre yapısı sergilediğinden

fazla ağırlık kaybı hedeflenmeyen durumlarda köpük uygulamaları için uygun bir malzeme olduğu gösterildi.



Şekil 2. Numunelerin SEM resimleri. Akış yönü sayfa içine doğru. Parça yüzeyleri sol kenarda tutulmuştur.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Numunelerin mekanik özellikleri ve yüzey dirençlerinin ölçülmesi gerekmektedir. Özellikle değişik kalıplama parametreleri ve köpüklenme koşullarının bu değerlere etkisi araştırılmalıdır.

TEŞEKKÜR

Wisconsin Institute for Discovery (WID) araştırma kurumuna ve Prof. Turng'e bu çalışmadaki desteklerinden dolayı teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

1. Krupa, I., Novák, I., & Chodák, I. 2004. Electrically and thermally conductive polyethylene/graphite composites. *Synthetic Metals*, 145(2-3), 245
2. Okamoto, K. T. 2003. *Microcellular Processing*. Hanser yayınları
3. Osswald, T. A., Baur, E., Brinkmann, S., Oberbach, K., & Schmachtenberg, E. 2006. *International Plastics Handbook*.
4. Rosato, D. V., & Rosato, M. G. 2000. Injection molding handbook. In *Kluwer Academic*
5. Rosner, R. B. 2001. Conductive materials for bsd applications: an overview. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, 1(1), 9-16.

Effect of Carbon Fiber Content on Mechanical and Thermal Properties of Polyethylene Matrix Composites

AKGUL, Yasin (ORCID: 0000-0001-5643-5968)¹,
AHLATCI, Hayrettin (ORCID: 0000-0002-6766-4974)¹,
KILIC, Ali (ORCID: 0000-0001-5915-8732)²

¹ Department of Metallurgical and Materials Engineering, Karabuk University, Karabuk, Turkey,
² TEMAG Labs, Textile Technology and Design Faculty, Istanbul Tech University, Istanbul, Turkey
alikilic@itu.edu.tr

PURPOSE

In this study, the effect of carbon fiber content on the mechanical and thermal properties of polyethylene/carbon fiber composites was investigated. For this purpose, composites containing carbon fiber (CF) in different weight fractions (1%, 2.5%, 5%, 10%, 15%, 20%) were fabricated via extrusion compounding and injection molding. Tensile test, 3-point bending test, and impact test were performed to investigate the mechanical properties of composites. Thermal properties such as melting point and crystallinity of samples were examined with DSC analysis. Fracture surfaces of samples were observed using a scanning electron microscope (SEM).

INTRODUCTION

Polymer matrix composites (PMC) are of interest for many application areas such as automotive, aerospace, electronic systems, medical products, civil construction, chemical industries, etc. due to their high strength to weight ratio, good electrical insulation, ability to transfer load, and easy processing. PMC is formed by combining a more ductile matrix and harder reinforcement material. Thus, the new combined material can have superior mechanical properties compared to individual materials ¹.

Linear low-density polyethylene (LLDPE) is one of the most important thermoplastics due to its low density, good processability, and ability to produce mechanically tough and flexible products for a wide range of applications. However, poor mechanical properties of LLDPE limit its usage ².

Multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) are one of the widely used reinforcement materials for PMC. Tang et al. ³ increased the tensile strength of high-density polyethylene (HDPE) by 5.4%, 8.61%, and 12.92% with the addition of 1%, 3%, and 5% MWCNT, respectively. In another study, maleic anhydride was grafted to MWCNT and the addition of 1.5 wt% PE-g-MWCNTs to the polyethylene (PE) matrix increased the tensile strength of PE by nearly 33% without a decrease in percentage elongation value ⁴. Carbon black and graphene are other important carbon-based materials used as reinforcing materials in PMCs. The use of graphene as reinforcement increases tensile

strength, but this increment becomes even more apparent when the surface modification or functionalization is performed ⁵. Liu et al. ⁶ observed that when PE is reinforced with carbon black, tensile strength increased while impact strength decreased. Another reinforcement material used to increase the strength of polyethylene is natural fibers. Joseph et al. ⁷ investigated the viscoelastic properties of short sisal fiber reinforced low density (LDPE) composites. It was found that 30 wt% randomly oriented fiber composites had 60% more strength than pure LDPE. Natural fibers are also used with other fillers such as carbon fibers. Guo et al. improved the bending strength of PE by nearly 23% with the addition of carbon and pine cone fibers to the matrix ⁸.

To sum up, the strength of polyethylene can be improved by using a variety of fillers in the form of a particular or fiber. Carbon fibers are superior reinforcement for polymer matrix due to their specific properties such as light mass, high conductivity, high strength ⁹. However, there are a few studies on PE/CF composites ¹⁰⁻¹². In this study, the carbon fiber ratio was selected in a wide range (1-20 wt%) and mechanical properties of PE/CF composites were examined in detail by applying different tests.

EXPERIMENTAL

LLDPE granules with 17 MFI and 0.95 g/cm³ density (ASPUN™ 6834) and chopped carbon fibers (CF) with 6-12 mm length were purchased from Dow (USA) and Dow Akso (Turkey), respectively. LLDPE granules and SCFs were mixed using a twin-screw extruder. When the carbon reinforcement amount has been greater than 20 wt%, CF dispersed heterogeneously inside the sample. For this reason, the carbon fiber content in composite production was limited to 20%. Obtained compounds were fed to the injection molding machine. Samples were produced as shown in Figure 1.



Figure 1. Dog bone tensile test sample.

Melting points and melting enthalpies of samples were determined using the Hitachi DSC7000x differential scanning calorimeter (DSC) device.

Tensile test and 3-point bending test were conducted on Shimadzu tensile testing machine and 600 kN Zwick Roell at a crosshead speed of 5 mm/min and 2 mm/min, respectively. A Charpy impact test was performed to unnotched samples using a Zwick/Roell RKP 450 device. Fracture surfaces of samples were investigated using Zeiss Ultra plus SEM after gold coating.

RESULTS AND DISCUSSIONS

DSC Results

DSC-Temperature curves of samples were seen in Figure 2. It can be said that increasing carbon content did not change to melting points of composites, significantly. The melting points and crystallinity of all samples were seen in Table 1. The melting point of pure polyethylene is 126.5, while the melting points of composites range from 127.9 to 126.3 in good agreement with the findings of W. Thongruang et al ¹³.

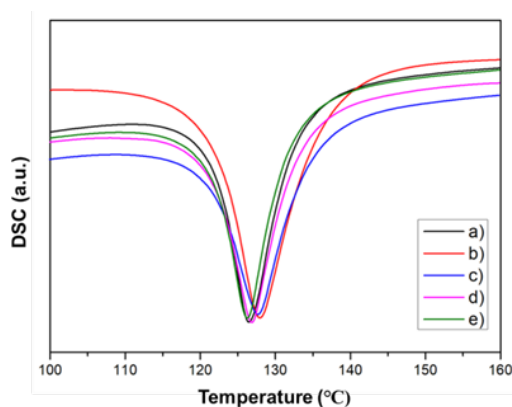


Figure 2. DSC-Temperature curves of a) PE, b) PE-5CF, c) PE-10CF d) PE-15CF e) PE-20CF samples.

On the other hand, the crystallinity of LLDPE composites decreased by up to 13% depending on the carbon fiber ratio. This is because the friction between fibers and polymer chains may hinder the mobility of the macromolecular chain ¹⁰.

Table 1. The melting points and crystallinity of samples

Sample	Melting Point (°C)	Crystallinity (%)
PE	126.5	73.2
PE-5CF	127.9	70.1
PE-10CF	127.8	67.8
PE-15CF	126.3	62.7
PE-20CF	126.1	60.5

Tensile Test Results

Stress-strain curves of PE and PE/CF composites were presented in Figure 3 and Figure 4. It can be said that as the carbon fiber content of composites increases, the strength of composites improves significantly. The tensile strength of PE-5CF, PE-15CF, PE-20CF samples are 26.65 MPa, 34.98 MPa, 40.58 MPa, respectively. Compared to pure PE, it was observed that 160% enhancement in tensile strength is achieved with the addition of 20 wt% CF. This can be explained by that CF as fillers have higher stiffness than the matrix so the presence of these fillers in the matrix leads to enhance the tensile strength of composites ¹⁰. Also, it might be attributed that while PE matrix was subjected to stress at lower CF content, it can only transfer stress to carbon fiber at higher CF content ¹².

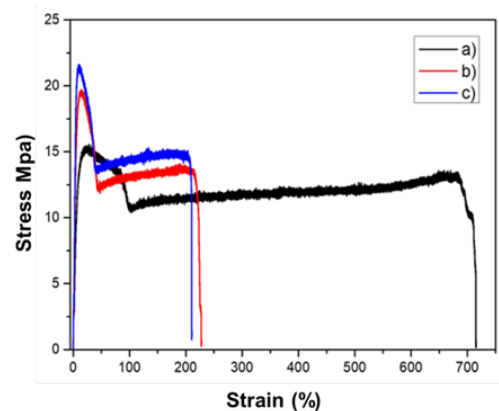


Figure 3. Stress-strain curves of a) PE, b) PE-1CF, c) PE-2.5CF.

The carbon fiber ratio improves the strength of composites while reducing percent elongation. Thus, it can be said that the ductility of composites adversely affected by the carbon fiber ratio. This can be attributed that the ductility of the HDPE matrix was offset by the high stiffness of CF ¹⁰.

Furthermore, composites exhibit a brittle fracture and show nonlinear deformation at higher stresses. A similar observation was reported for polypropylene/CF composites ¹⁴.

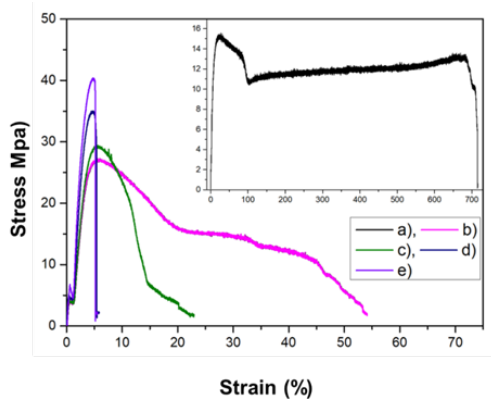


Figure 4. Stress-strain curves of a) PE, b) PE-5CF, c) PE-10CF d) PE-15CF e) PE-20CF.

3-Point Bending Test and Impact Test Results

The flexural strength and impact strength of samples with the change in carbon fiber contents were shown in Figure 5 and Figure 6, respectively. It was observed that the flexural strength of composites increases as the carbon fiber weight fraction increases.

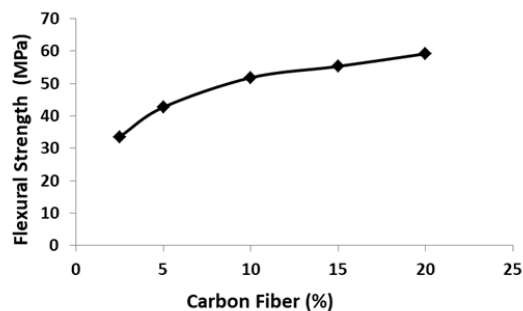


Figure 5. Flexural strength of samples with a change in carbon fiber contents.

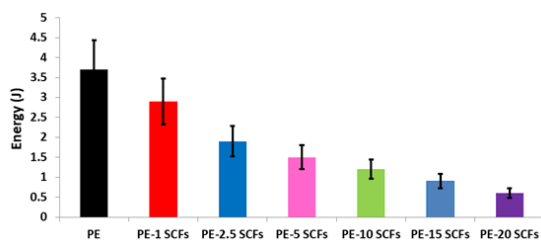


Figure 6. Impact strength of samples with a change in carbon fiber contents.

However, the impact strength of samples significantly reduced depending on the carbon fiber ratio. This can be explained by composites exhibit brittle behavior as the carbon fiber/matrix ratio increases. The obtained results are consistent with previous studies^{6,15}.

After the impact test, fracture surfaces of composites were investigated as shown in Figure 7. It was seen that deep cavities were formed due to the pull-out of carbon fibers. Thus, it can be said that there is poor interfacial bonding between fibers and matrix.

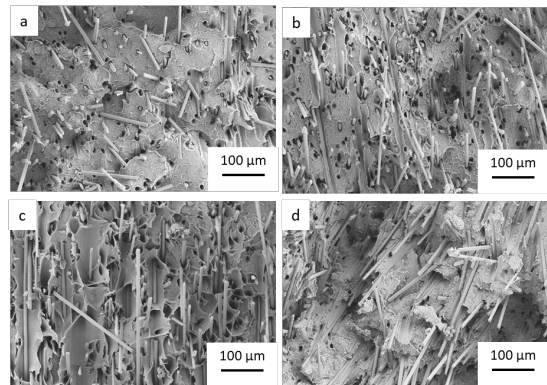


Figure 7. SEM images of fracture surfaces of samples, a) PE-5CF, b) PE-10CF c) PE-15CF d) PE-20CF.

CONCLUSIONS

LLDPE/CF composites were produced employing the extrusion compounding and injection molding techniques. The results show that when the CF content reached 20%, the tensile strength and flexural strength of CF/LLDPE were improved by 160% and 250% compared to the pure LLDPE. However, the impact strength of LLDPE decreased from 3.7 ± 0.76 J to 0.6 ± 0.18 J with the addition of 20% carbon fiber. On the other hand, the change in the amount of carbon fiber has not led to a remarkable change in the melting points of composites. Besides, the crystallinity of LLDPE composites decreased depending on the carbon fiber ratio. SEM images indicated that poor interfacial bonding occurred between fibers and matrix. To sum up, with CF reinforcement, the mechanical properties of PE were improved, but this improvement can be further enhanced if CF-PE interfacial interaction is increased.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

Maleic anhydride will be grafted into the polyethylene to improve the matrix-reinforcement interface.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors gratefully acknowledge the AREKA ADVANCED LLC. for financial support.

LITERATURE

- (1) Khanam, P. N.; AlMaadeed, M. A. A. Processing and Characterization of Polyethylene-Based Composites. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science* **2015**, *1* (2), 63–79.
- (2) Mahfuz, H.; Adnan, A.; Rangari, V. K.; Jeelani, S. Manufacturing and Characterization of Carbon Nanotube/Polyethylene Composites. *International Journal of Nanoscience* **2005**, *4* (01), 55–72.
- (3) Tang, W.; Santare, M. H.; Advani, S. G. Melt Processing and Mechanical Property Characterization of Multi-Walled Carbon Nanotube/High Density Polyethylene (MWNT/HDPE) Composite Films. *Carbon* **2003**, *41* (14), 2779–2785.
- (4) Yang, B.-X.; Pramoda, K. P.; Xu, G. Q.; Goh, S. H. Mechanical Reinforcement of Polyethylene Using Polyethylene-Grafted Multiwalled Carbon Nanotubes. *Advanced Functional Materials* **2007**, *17* (13), 2062–2069.
- (5) Kuila, T.; Bose, S.; Hong, C. E.; Uddin, M. E.; Khanra, P.; Kim, N. H.; Lee, J. H. Preparation of Functionalized Graphene/Linear Low Density Polyethylene Composites by a Solution Mixing Method. *Carbon* **2011**, *49* (3), 1033–1037.
- (6) Liu, F.; Qian, X.; Wu, X.; Guo, C.; Lei, Y.; Zhang, J. The Response of Carbon Black Filled High-Density Polyethylene to Microwave Processing. *Journal of Materials Processing Technology* **2010**, *210* (14), 1991–1996.
- (7) Joseph, K.; Thomas, S.; Pavithran, C. Viscoelastic Properties of Short-Sisal-Fiber-Filled Low-Density Polyethylene Composites: Effect of Fiber Length and Orientation. *Materials Letters* **1992**, *15* (3), 224–228.
- (8) Guo, Y.; Liu, D.; Chen, Y.; Zhang, T.; Zhu, S. Preparation and Properties of Carbon-Fiber-and Pine-Cone-Fiber-Reinforced High-Density Polyethylene Composites. *Journal of Applied Polymer Science* **2019**, *136* (14), 47304.
- (9) Akgul, Y.; Ahlatci, H.; Turan, M. E.; Erden, M. A.; Sun, Y.; Kilic, A. Influence of Carbon Fiber Content on Bio-Tribological Performances of High-Density Polyethylene. *Materials Research Express* **2019**, *6* (12), 125307.
- (10) Hu, C.; Liao, X.; Qin, Q.-H.; Wang, G. The Fabrication and Characterization of High Density Polyethylene Composites Reinforced by Carbon Nanotube Coated Carbon Fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2019**, *121*, 149–156.
- (11) Mironov, V. S.; Park, M.; Kim, J.; Lim, S. H.; Choe, C. R. Effect of Sizing Agent on the Properties of Carbon Fiber/Polyethylene Composite Film. *Journal of materials science letters* **2001**, *20* (13), 1211–1212.
- (12) Yu, Y. X.; He, B. L.; Li, L. Effect of Air Oxidation Treated Carbon Fiber on Mechanical Properties of Carbon Fiber Reinforced Polyethylene Resin Composite. In *Advanced Materials Research*; Trans Tech Publ, 2013; Vol. 791, pp 506–509.
- (13) Thongruang, W.; Balik, C. M.; Spontak, R. J. Volume-Exclusion Effects in Polyethylene Blends Filled with Carbon Black, Graphite, or Carbon Fiber. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* **2002**, *40* (10), 1013–1025.
- (14) Fu, S.-Y.; Lauke, B.; Mäder, E.; Yue, C.-Y.; Hu, X. Tensile Properties of Short-Glass-Fiber-and Short-Carbon-Fiber-Reinforced Polypropylene Composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2000**, *31* (10), 1117–1125.
- (15) Rezaei, F.; Yunus, R.; Ibrahim, N. A.; Mahdi, E. development of short-carbon-fiber-reinforced polypropylene composite for car bonnet. Development of Short-Carbon-Fiber-Reinforced Polypropylene Composite for Car Bonnet. *Polymer-Plastics Technology and Engineering* **2008**, *47* (4), 351–357.

Effect of Fiber Orientation on Mechanical Properties of Glass Fiber Reinforced Plastics under Static and Dynamic Loading

POLAT, Yusuf^{1,3,4}, AKGUL, Yasin², IMDAT, Kadir¹, EKICI, Bulent⁴, KILIC Ali^{1,5}

¹Istanbul Technical University, TEMAG Labs, Istanbul, Turkey

²Karabuk University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Karabuk, Turkey

³Erzurum Tech. University, Mechanical Engineering Department, Erzurum, Turkey

⁴Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

⁵Areka Group LLC, Istanbul, Turkey

ysfpolat1@gmail.com

PURPOSE

The effect of fiber orientation on tensile, impact (Charpy), and drop weight impact (DWI) properties of glass fiber reinforced epoxy composites was investigated. The fracture surface analysis of test samples was realized to understand the effect of load type on the failure mode of composite samples.

INTRODUCTION

The attention to glass fiber reinforced plastics (GFRP) is increasing day by day due to their unique properties like high specific strength, and high toughness^{1,2}. Because of its benefits, the GFRP market is expected to grow at a 6.4% CAGR from 2017 to 2022. And the market volume is expected to grow from USD 43.93 billion to USD 59.87 billion between 2017 and 2022³. The experience of GFRP and enhanced technology makes them find a large application area in industry⁴. Understanding the failure mode in composite materials is crucial for industrial applications to design composite parts accordingly.

In this study, the tensile test was done to understand the normal and shear behavior of composite samples. The normal stress values were obtained according to ASTM D3039 standard, while shear stress values were obtained according to ASTM D3518. Then, the fracture surface analysis was done after tensile and impact tests. The failure mode of composite samples was discussed.

EXPERIMENTAL

Material

A 200 g/m² 2/2 twill woven glass fiber fabric obtained from Omnis Kompozit LLC (Turkey) was used as a reinforcement material. And DTE 1300 / DTS 1300 epoxy system of Duratek (Turkey) was used as a resin for composite production.

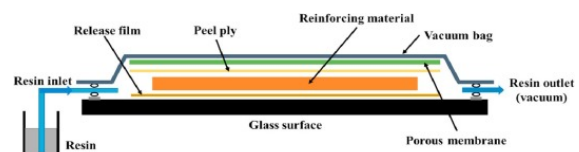


Figure 1. The schematic illustration of VARTM technique⁵.

Method

The vacuum-assisted resin transfer molding (VARTM) technique as shown in Figure 1 was used for composite laminate production. For laminate 10 layers of glass fiber fabric were stacked and covered with a vacuum bag. After that epoxy resin was impregnated by using a vacuum pump. After curing of the resin, test samples were cut via a waterjet machine to obtain both 0/90 and -45/+45 fiber orientation.

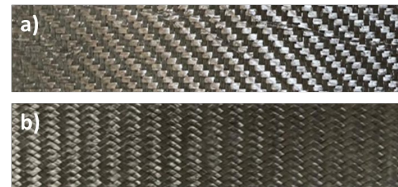


Figure 2. The composite samples a) 0/90, b) -45/+45 fiber orientation.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The fiber orientation of composite samples is seen in Figure 2. The tensile test was conducted according to ASTM D3039 standard. The stress-strain curve of the samples is shown in Figure 3. Results show that 0/90 sample has a maximum stress value nearly 412 MPa, while it is 138 MPa for -45/+45 sample. If we look in terms of elongation, the strain value is 0.72% and 4.28% for 0/90 and -45/+45 samples, respectively. The peak force and extension at break are given in Table 1.

1. POLAT, Yusuf (0000-0002-4807-7002)
2. AKGUL, Yasin (0000-0001-5643-5968)
3. IMDAT, Kadir (0000-0002-6829-9438)
4. EKICI, Bulent (0000-0001-8967-0649)
5. KILIC, Ali (0000-0001-5915-8732)

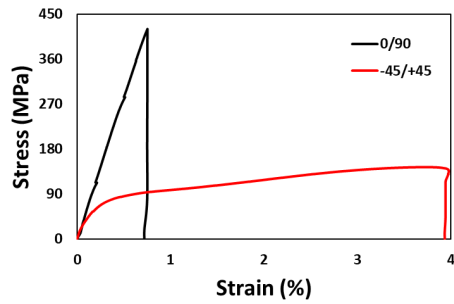


Figure 3. Stress-strain curves of 0/90, and -45/+45 samples.

Table 1. Tensile test results of composite samples.

Samples	Peak Force (kN)	Ext. at Break (mm)	Max. Stress (N/mm ²)	Max. Strain (%)
0/90	20.6±0.59	1.8±0.11	412±12	0.72±0.04
-45/+45	6.9±0.38	10.7±1.1	138±8	4.28±0.42

Figure 4 shows the fractured samples. The 0/90 sample was broken perpendicular to force direction, while the -45/+45 sample was broken nearly 45 °C in which glass fibers show maximum strength.

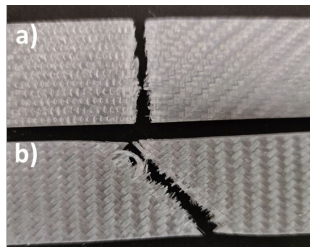


Figure 4. Fractured samples after tensile test of a) 0/90, and b) -45/+45 samples.

The Charpy impact test results are given in Table 2. According to the results, the total energy of -45/+45 sample is nearly 93% higher than the 0/90 sample. The reason behind that is the fiber breakage mechanism. The fibers of 0/90 samples are directly broken, while delamination occurs for -45/+45 samples as seen in Figure 5.

Table 2. Charpy impact test results of composite samples.

Samples	Peak Force (N)	Break Energy (J)	Total Energy (J)
0/90	805.5±31.8	1.21±0.13	1.32±0.02
-45/+45	575.5±3.6	1.28±0.22	2.55±0.04

The microcracks come together and after a while delamination occurs for composites. Here, during the

1. POLAT, Yusuf (0000-0002-4807-7002)
2. AKGUL, Yasin (0000-0001-5643-5968)
3. IMDAT, Kadir (0000-0002-6829-9438)
4. EKICI, Bulent (0000-0001-8967-0649)
5. KILIC, Ali (0000-0001-5915-8732)

impact test, the first delamination occurs, and then sample failure occurs. So, the total impact energy of -45/+45 sample is higher than the other one.

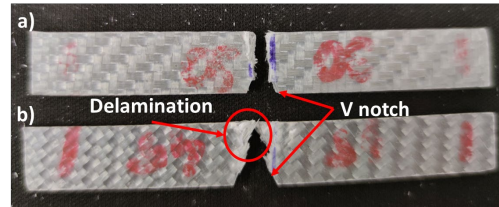


Figure 5. Fractured samples after impact test of a) 0/90, and b) -45/+45 samples.

CONCLUSIONS

The fiber orientation has a significant effect on the failure mode of composites. For the tensile test, the fiber orientation described the stress type. The -45/+45 sample showed the shear strength of the sample while the 0/90 sample showed the normal strength of the composite. Impact test results indicated the failure mode. Delamination mode was observed in -45/+45 sample, while direct fiber breakage was observed in the 0/90 sample. DWI results will be presented during the symposium.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

To improve this study, dynamic mechanical analysis (DMA) should be studied to see the storage modulus and loss modulus of composite samples up to 150 °C from room temperature.

REFERENCES

1. Wang, H. W.; Zhou, H. W.; Gui, L. L.; Ji, H. W.; Zhang, X. C. 2014. *Composites part B: engineering*, 56, 733.
2. Alexopoulos, N. D.; Bartholome, C.; Poulin, P.; Marioli-Riga, Z. 2010. *Composites Science and Technology*, 70, 260.
3. GFRP Composites Market by End-Use Industry, Resin Type, Manufacturing Process & Geography | COVID-19 Impact Analysis | MarketsandMarkets. https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/glass-fiber-reinforced-plastic-composites-market-142751329.html?gclid=Cj0KCQjwv7L6BRDxARIsAGj-34rS8aEn3mWKO-z1RGTbIIAOZ142SRJ2OBpwQ206n7uBLGE2w_E896EaAvFeEALw_wcB (accessed August 31, 2020).
4. Okutan, B.; Aslan, Z.; Karakuzu, R. 2001. *Composites Science and Technology*, 61, 1491.
5. Negawo, T. A.; Polat, Y.; Buyuknalcaci, F. N.; Kilic, A.; Saba, N.; Jawaid, M. 2019. *Composite Structures*, 207, 589.

Potential Application of Bio Resin in Green Composite

TEMESGEN, Alhayat G.* 0000-0001-7841-2281

TURŞUCULAR, Ömer F. 0000-0003-1162-0742

EREN, Recep. 0000-0001-9389-0281

AYKUT, Yakup. 0000-0002-5263-1985

*Department of Textile Engineering, Engineering Faculty, Bursa Uludag University, Bursa, TURKEY

Corresponding author: * mottaget@gmail.com

PURPOSE OF THE STUDY

For a long period of times, Petrochemical based matrices (resin) have been used as the most preferred matrix materials in most engineering and industrial applications during fabrication of composite structures. However an ever increasing and unlimited demands of human being have been innovated a new materials having similar application and equivalent mechanical performance. Moreover, the growing of environmental issue, increasing demand of new materials, the evolution of new technology and economic concerns have pushed researchers and manufacturers to find out alternative bio based resin materials to synthetic matrices. The basic aim of this research work was focused on the investigation and characterization of bio resin materials from granular of acacia and boswellia gum for the fabrication of green composite materials and enhancing their mechanical properties for light weight structural applications.

1. Introduction

Polymer which are biological degraded as well as compostable are categorized under a biopolymers materials. Biopolymers are either natural or manmade polymers. Generally, bio based polymers are obtained from three major sources such as cellulose, synthetic polymer and protein. The development and improving of the properties and performance of renewable bio polymers, especial in bio resin polymers manufacturing sectors needs a lot of research works [1, 2, 3]. But in recently time, there are so many research works were actively conducted to enhance the physic-mechanical performance and increase the production rate (massive production) of bio matrices with reasonable costs as shown in Table 1. Renewable matrices are manufactured by three major techniques:-

(i). by modifying natural existing resource like cellulose, the starch materials are modified into thermoplastic starch.

(ii). by polymerization of monomer obtained from bio based polymers like PLA.

(iii). Bio polymers are produced by genetic modification of plants or micro-organisms like PHA

Generally bio based matrices plays a very significant benefits for the development of chemical industries and gives a merits of minimization of global warming, waste materials disposal, reduce fuel consumption and additional income generate for poor people in agricultural areas(waste materials are sold and used as industrial raw materials[4,5,6].

Table 1. Classification of Renewable polymer materials based on their Source

Manufactured Bio polymers	Source of Natural bio-polymer	Natural bio polymer
PVA(polyvinyl acetate)	Animal source (Protein base)	Grains of proteins
		Gelatin of collagen
Poly amide	Plant source(Polysaccharides)	Casein of silk
		Cellulose and their derivatives
Polyvinyl alcohol	Another polymer sources	chitins
Poly ester		starches
Polyethylene oxide	Manmade sources(poly ester)	Rubber
		Cashew nut liquid
		Lignin
		Poly(hydroxyl alkanoate)s

Source: (Mitra 2014)

For this study two type of natural gums were used which were obtained from Acacia and Boswellia tree. Acacia Tortilis gum (called Girar gum in Amharic) is naturally extracted plant secretion gum obtained from acacia tree under the leguminous families, which are generally grown and native in Africa, especially in Sudan and Ethiopia[5,6]. The trees are commonly have size of 5 to 13 meter height, occasionally their high might reaches to 18 and 21 meter in. shrub or bush[6]. The chemical composition of acacia gums are a mixture of different complex hetero-polysaccharides compositions and size of constituents such as L-arabinose, 1-3-galactopyranosyl and glucuronic acid [6,7,8]. It contains around 97% of carbohydrate and 3% of protein [7,8]. Naturally, it has slightly acidic properties [7,8]. The composition of acacia gum was most is not affected by its climatic conditions, agricultural activities, age of the tree and processing like dying and spraying [6,7,8]. The gum is a viscous polysaccharide (bio-polymer) material used as a traditional binder and emulsifier agents by ancient Egyptians before the 2nd millennium BC. [7,8]. Recently the gums are widely used in most industrial application like Textile, Food and Cosmetic[7].

Boswellia or frankincense(called Etan gum in Amharic) is one the natural gum under Burseraceae family, which are mostly used as an incense in regional ceremony and traditional medical applications[6,7,8]. The gum is extracted from the boswellia tree, which is grown in the dry region of most India and Africa, Ethiopia, Sudan and Somalia [6,7]. Ethiopian frankincense is one the most properly type of tropical boswellia with aromatic nature. Boswellia has been used from 11th century by Persian as traditional medicine as antimicrobial materials. Acacia and Boswellia natural gum were collected, cleaned, prepared as bio-matrix and characterized. Viscometer and FTIR characterizations were used to analyze bio resin. SHIMADZU Strength Tester was used to analyze the tensile strength of bio resin by fabricating green composite materials.

2. MATERIALS AND METHODS

Granules of Acacia Tortilis and Boswellia were used as raw material for the preparation of bio resin material as shown in Figure 1a and 1b

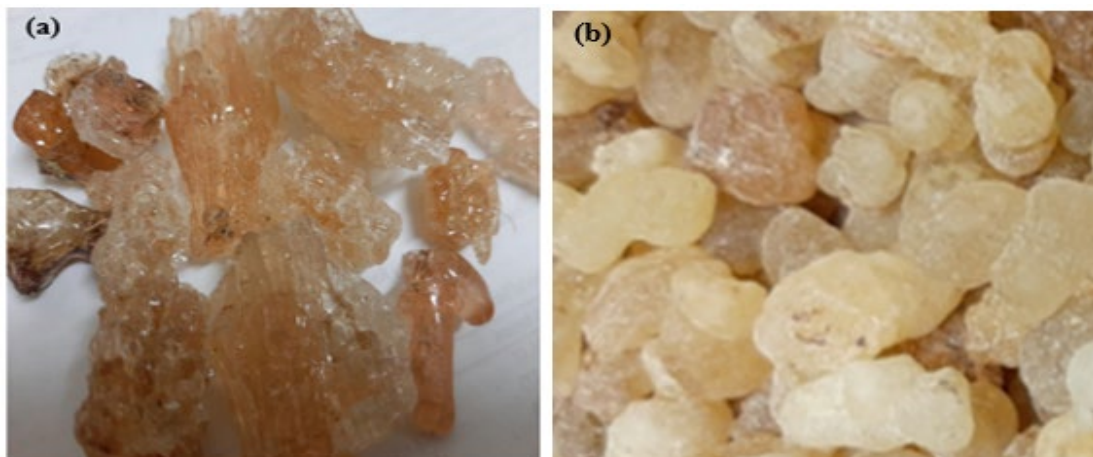


Figure 1: (a) Granules of Acacia Tortilis (b) Granules of Boswellia Gum

Preparation of Acacia and Boswellia gum's Bio Matrices

In this research work, green based matrices were prepared from the plant secretions gum of Acacia and Boswellia tree. Since these bio gums were directly used as a matrix materials for the manufacturing of green composite structures, the characterization of acacia and boswellia gums such as Moisture content (Memmert, Modell 100-800, FAO 1990), solubility

(T207om-93, ASTM D1110-84), viscosity (ASTM D 4603), Molecular weight (Mark 1938, Houwink 1940) and percentage of ash (ASTM D2584, D5630, ISO 3451) were a compulsory duties of this research work based on the international standard. The bio resin used for the fabrication of green composite structure was prepared from Acacia Tortilis and Boswellia Papyruses gums in Bursa Uludag University laboratory. The bio matrices were prepared with 1:20 material to liquor ratio of natural gums at a

temperature of 70 ± 2 °C for 1Hour as shown in Figure 2a and Figure 2b. The solution was continuously agitated for 5 minutes by SCIOGEX-0S40-S mixer with an interval of 20 minutes. Finally green composite material was made by using bio resin

prepared from acacia and boswellia gum for tensile strength test. SHIMADZU Strength Tester was used to analyze the tensile strength of bio resin by fabricating green composite materials.

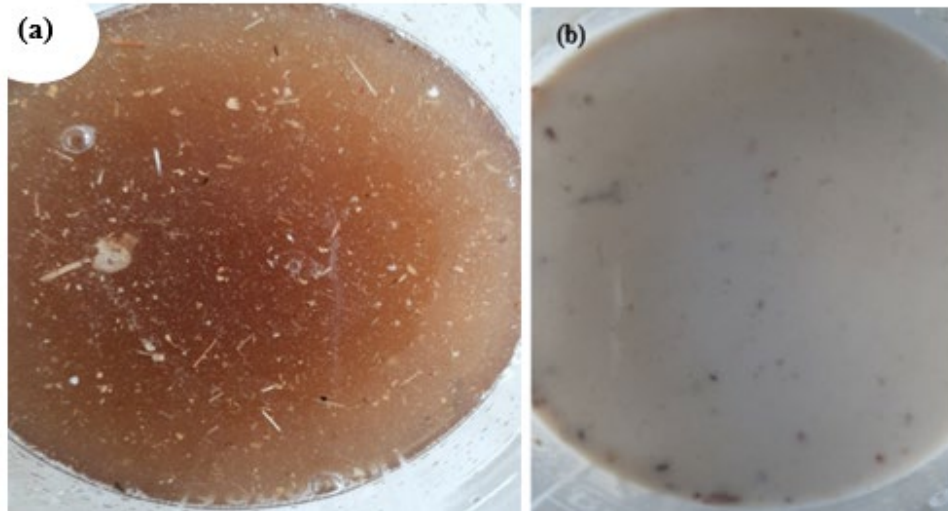


Figure 2. Bio-resin prepared from natural gum :(a) Acacia (b) Boswellia

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1. Physical Properties of Bio resins

Bio resin prepared from plant have a promising properties for the manufacturing of green composite materials in light weight application. The general properties of bio resin prepared from granules of acacia and boswellia gums were summarized by Table 2.

Table 2. General Properties of Bio Resin obtained from Acacia and Boswellia Gum

Property	Acacia Tortilis	Boswellia Papyruses
Moisture (%)	8.6	14.2
Ash (%)	0.7	0.734
Viscosity (cP)	1450.4	1236.6
Molecular Weight	157,400	153,000
Solubility (%)	46.75 @ 60 Mint (Cold water)	32.3 @ 60 Mint (Cold water)
	94.7 @ 60 Mint (Hot water)	56.5 @ 60 Mint (Hot water)

3.2. Composition of Acacia and Boswellia Gum (FTIR)

The FTIR spectra of acacia gum was shown in Figure 3. The graph revealed that, the O-H groups and the sugar (galactose and rhamnose) are observed at absorption band of 3300 cm^{-1} and 2927 cm^{-1}

respectively. The gums also shown the aromatic(C=Cstretch), aliphatic and amino acids with the wave length of $1300\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$. At the absorption band of 1260 cm^{-1} , C-O stretching alcohol was observed .

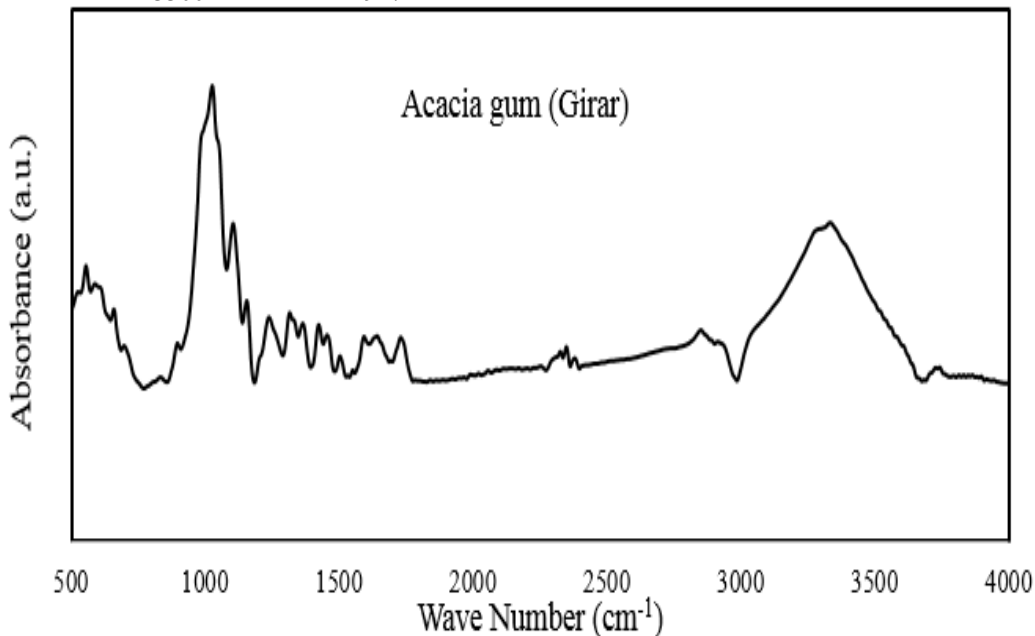


Figure 3. FTIR of Acacia Tortilis

The FTIR observation of Boswellia gum was revealed that, O-H stretching and C=O band was observed at 3440 cm^{-1} and 1650 cm^{-1} respectively. Likewise, the CH_3O and CH_3CO groups were observed at the peaks

of 1730 cm^{-1} and 1460 cm^{-1} respectively. The presence of ester group in bio gum was revealed at the peak of 1030 cm^{-1} as shown in Figure 4.

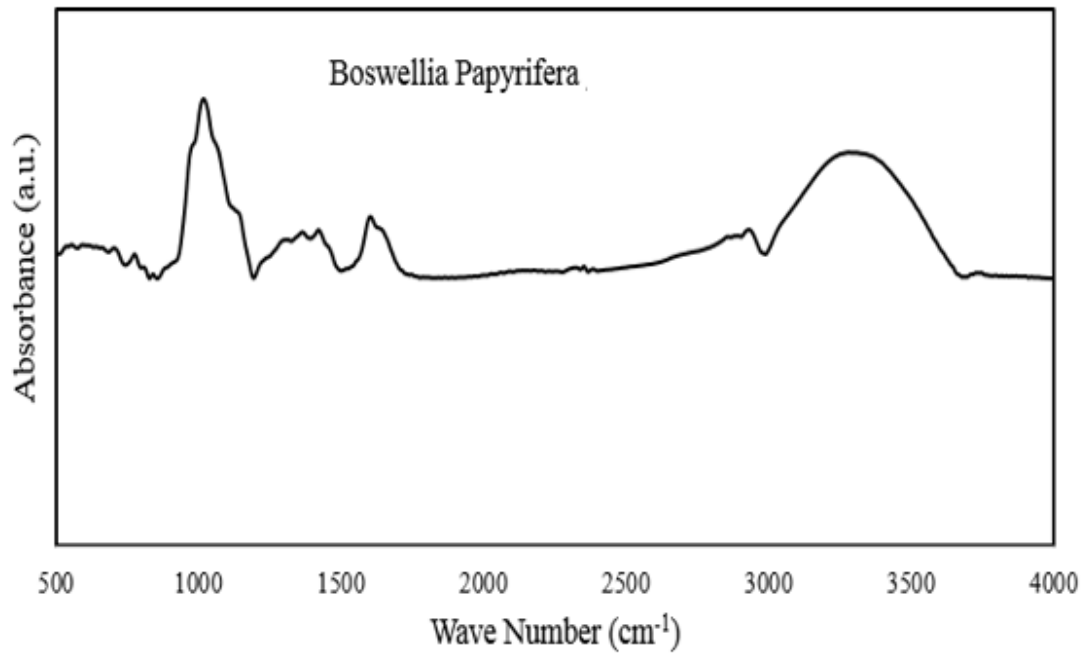


Figure 4. FTIR of Boswellia

3.3. Tensile Strength of Bio Resin

The mechanical performance of green composite materials are affected by the reinforcing materials such as fiber shape, size, composition, distribution and orientation as well as the mechanical properties of used matrix materials, the interaction between reinforcing fiber and matrix (nature of interphase) and their manufacturing methods. In this study was

focused only the mechanical performance of bio resin prepared from the granular of acacia and boswellia gum. According to the test result, the tensile strength of the fiber is not strong as synthetic matrix materials as shown in Figure 5. But this bio resin material was not used any hardening material during green composite fabrications from enset fibers. So, in addition to environmental advantage, this lab made bio resin materials have been minimized the time and cost of composite manufacturing.

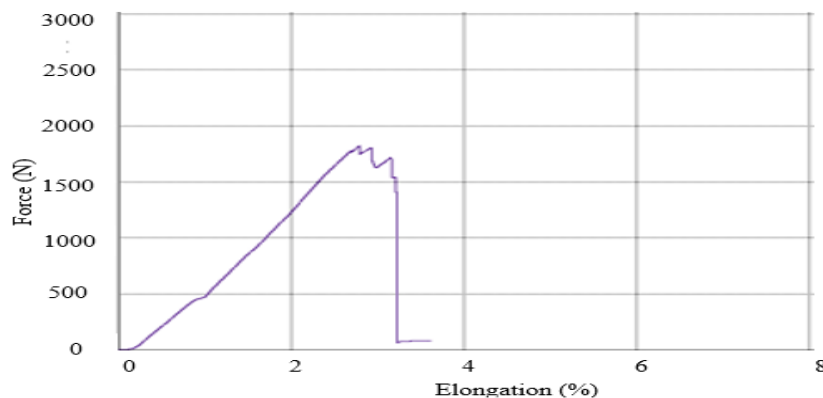


Figure 5. Single layer Enset Fiber Fabric Reinforced Green Composite (8 Warps per sample)

CONCLUSION

A natural gum, mostly, is any water-soluble or water-swelling plant secret and microorganisms that have the ability to form a viscosity or gelling to their dispersions. Natural gum obtained from Acacia and Boswellia is a colloidal polysaccharide that forms viscous bio resin when soaking in water and hardens on drying. These natural bio resins prepared from gums would be used in different industrial sectors such as in green composite, pharmacy, cosmetics, cloth finishing, emollients, adhesives and stabilizer.

FURTHER WORK

Future aim of this research will be focused on the effective utilization of bio resin materials obtained from trees as a new alternative natural bio matrix material for green composite manufacturing by detailed characterization of their physico-mechanical properties, designing a special preparation, processing and manufacturing methods of green composite by using this bio resin matrices to reduce global warming by reducing the consumption of petrochemical fibers.

ACKNOWLEDGMENTS

This research work was a part of Alhayat Getu TEMESGEN's PhD Thesis part done in Bursa Uludağ University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Department of Textile Engineering. The authors would like to express our deep gratitude and sincere thanks to Uludağ University, department of textile and physics lab assistance helped us directly or indirectly during our research work.

REFERENCES

- [1]. KORONIS G.A. 2016. Biodegradable Green Composites (S. Katia, Ed.), John Wiley & Sons, Inc. Published by John Wiley & Sons, Inc. <https://doi.org/10.1002/9781118911068.ch10>.
- [2]. MITRA B.C. 2014. Environment Friendly Composite Materials: Bio composite and Green Composites. Defence Science Journal, 64(3):, 244–261. <https://doi.org/10.14429/dsj.64.7323>
- [3]. YILDIZHAN Ş., ÇALIK A., ÖZCANLI H. S. 2018. Bio-composite materials: a short review of recent trends, mechanical and chemical properties, and applications. European Mechanical Science, 2(3):, 83–91. <https://doi.org/10.26701/ems.369005>
- [4]. SEEMA P. and ARUN G. 2015. Applications of Natural Polymer Gum Arabic. International Journal of Food Properties, 18:, 986–998. <https://doi.org/DOI:10.1080/10942912.2013.809541>.
- [5]. SHESAN O.J., STEPHEN A.C., CHIOMA A.G. 2019. Fiber-Matrix Relationship for Composites Preparation. Renewable and Sustainable Composites, 1–23. <https://doi.org/10.5772/intechopen.84753>.
- [6]. GASHUA, I. B. 2016. An Investigation of The Molecular Structure, Composition And Biophysical Properties Of Gum Arabic, University of Wolverhampton.
- [7]. MOUSSAIEFF, A. and MECHOULAM, R. 2009. Boswellia resin: from religious ceremonies to medical uses; a review of in-vitro, in-vivo and clinical trials. Journal of Pharmacy and Pharmacology, 61:, 1281–1293. <https://doi.org/DOI10.1211/jpp/61.10.0003>.
- [8]. GHOLAMPOUR A. and OZBAKKALOGLU T. 2020. A review of natural fiber composites: Properties, modification and processing techniques, characterization, applications. Journal of Materials Science, 1–64.

Seramik Takviyeli Epoksi Kompozit Üretimi

PARIN¹, Fatma Nur, YILDIRIM^{1,2}, Kenan ve KALEMTAŞ^{3*}, Ayşe

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

²Bursa Technical University, Central Research Laboratory, Bursa, Turkey

³Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye

ayse.kalemtas@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Monolitik malzemelerin her birinin doğası gereği önemli avantajları ve sınırlayıcı yanları bulunmaktadır. Malzemelerin özelliklerini geliştirmek ve mümkün olduğunca sınırlayıcı özelliklerini gidermek amacıyla kompozit yaklaşımıyla yeni malzemelerin üretilmesi en sık başvurulan çözümlerden biridir. Bu çalışmada seramik ve polimer malzemelerin önemli avantajlarından birlikte istifade etmek amacıyla alümina takviyeli epoksi matrisli kompozitlerin üretilmesi amaçlanmıştır. Klasik bir kompozit yaklaşımıyla alümina tozlarının epoksi içerisinde dağıtılmasıyla kompozit üretimi yerine özgün bir kompozit üretim yaklaşımı geliştirilmiştir. Özellikle yüksek sertlik, aşınma direnci ve basma mukavemeti elde etmek amacıyla öncelikle sol-jel yöntemiyle sodyum aljinat kullanılarak şekillendirilen alümina küreler 1400°C'de iki saat süreyle atmosfer koşullarında sinterlenerek yüksek oranda yoğun seramik küreler elde edilmiştir. Ardından da elde edilen alümina küreler ile epoksi matrisli kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir.

GİRİŞ

Epoksi uzun yıllardan beri ticari uygulamalarda yaygın bir kullanıma sahip polimer malzemelerden biri olup 1950 yıllarındaki ilk ticari uygulamalardan bu yana çeşitli yapıştırıcılar, döküm bileşikler, uzay-havacılık, yapı malzemeleri ve karoser gibi çeşitli mühendislik uygulamalarında kullanılmaktadır. [1, 2] Sahip olduğu iyi kimyasal dayanım, mükemmel mekanik özellikler, kolaylıkla modifiye edilebilirlik özelliği epoksi kullanımını çekici hale getirirken, düşük viskoziteli yapısı ve uçuculuğu uygun kür sıcaklıkları kadar üretimi kolaylaştırmayı da sağlamaktadır. [1, 3-9] Epoksinin özellikleri, aromatik gruplar içeren geniş monomer yelpazesi sayesinde yüksek camı geçiş

sıcaklığına sahip daha sert malzeme tasarımına imkan sağlama ve alifatik gruplara sahip monomerlerin sağladığı elastomer yapıya şekillenebilir olmasıdır. [1] Monomerlerin kimyasal fonksiyoneliyesi kadar molekül ağırlığı ve molekül ağırlık dağılımı da nihai ürün üzerinde özelliklerin daha iyi bir şekilde kontrol edilebilmesi için önemli değişkenlerdir. Bu kimyasal özellikler ve proses edilme esnekliği epoksiyi boyalar, koruyucu kaplamalar, yapıştırıcılar, elektronik aletler ve kompozitleri içeren bir dizi uygulamada ön plana çıkarmaktadır. [1] Epoksi reçinelerin çoğu sıkı üç boyutlu moleküler ağ yapıda olması sebebiyle, kırılğan yapıda ve çatlak ilerlemesine karşı zayıf direnç göstermektedir. [3]

Epoksi malzemeler uygulama alanının isterlerine bağlı olarak genellikle silika, alümina, mika ve talk gibi çeşitli seramik takviye malzemelerinin ilave edilmesiyle modifiye edilmektedir. [10-17] Epoksiye eklenen bu takviye edici ilaveler epoksinin kırılma tokluğunu [18, 19], elektrik ve ısı iletim özelliklerini geliştirmek [20, 21], reçine sertliğini [22], aşınma direncini [17] ve alev geciktirme özelliğini iyileştirmek [23] ve ısıl genleşme katsayısını düşürmek [24] gibi farklı amaçlarla kullanılmaktadır. Üretilen kompozit malzemeler havacılık, elektronik ambalajlama ve restoratif sağlık uygulamaları gibi pek çok farklı alanda kullanım imkanına sahiptir. [1, 3, 25, 26] Reçine çapraz bağlanma yoğunluğu, takviye malzemenin türü, kullanılan takviyenin tane boyut, boyut dağılımı ve miktarı gibi değişkenler kompozitin ısıl, elektrik ve mekanik özelliklerini önemli derecede etkilemektedir. Seramik esaslı takviyeler genellikle kompozitin elastik modülünün artmasına ve ısıl genleşme katsayısının düşmesine katkı sağlamaktadır. [3, 27]

Alümina ileri oksit seramik malzemeler içerisinde sahip olduğu yüksek kimyasal kararlılık, yüksek sertlik ve aşınma dayanımı, zehirli olmayışı ve yüksek

sıcaklık dayanımı gibi üstün özellikleri nedeniyle en yaygın kullanıma sahip seramiklerden biridir. [28, 29] Uygulama alanı biyomalzemedan elektronik altlığa, zırh uygulamalarından filtre uygulamalarına, triboloji uygulamalarından kesici uçlara çok geniş bir yelpazede yer almaktadır. [28-32] Bu çalışma kapsamında CC31 kaolen ilavesiyle yüksek yoğunluğa sahip alümina esaslı küreler üretilmiştir. Bu seramik kürelerin epoksi içerisine katılmasıyla geleneksel kompozit üretim yaklaşımından farklı bir şekilde yenilikçi bir epoksi kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir.

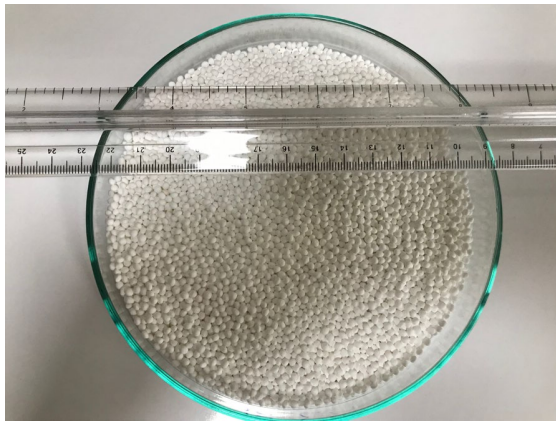
DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada alümina, CC31 kaolen, aljinat ve epoksi malzemeleri kullanılmıştır.

Yöntem

Saf su kullanılarak, %3 oranında sodyum aljinat içeren bir çözelti magnetik karıştırma yoluyla hazırlanmıştır. Alümina, CC31 kaolen ve sodyum aljinat çözeltisi içeren bileşim aksel değirmende öğütme işlemine tabi tutularak homojen bir bileşim hazırlanmıştır. Alümina küre üretiminde çapraz bağlama basamağında kullanılmak üzere ağırlıkça %1 oranında $CaCl_2$ içeren bir çözelti saf su kullanılarak, magnetik karıştırma yöntemiyle hazırlanmıştır. Hazırlanan çamur bir şırınga ve peristaltik pompa yardımıyla $CaCl_2$ içeren çözelti içerisine damlatılarak tasarlanan küre üretimi gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan küreler $10^\circ C$ /dakika ısıtma ve soğutma hızı uygulanarak $1400^\circ C$ 'de 2 saat süreyle sinterlenmiştir. Sinterleme sonrası alümina seramik kürelere ait temsili bir görsel Şekil 1'de sunulmaktadır. Küresel şekle sahip alüminaların ortalama tane boyutu 2-3 mm'dir.



Şekil 1. Alümina kürelerin sinterleme sonrası makroskobik görünümü

Alümina küreler sinterleme sonrasında toz haline getirilerek faz analizi Bruker marka D8 model X-ışını kırınım (XRD) cihazı ile $Cu-K\alpha$ radyasyonu ($\lambda=1,5406\text{\AA}$) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Alümina kürelerin içyapısı ise Carl Zeiss/Gemini 300 taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. SEM analizi kürelerin kırık yüzeyinden gerçekleştirilmiştir.

Alümina küreler epoksi reçine içerisine gömülerek başarılı bir şekilde alümina küre takviyeli epoksi kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın ilerleyen aşamalarında mekanik testlerin yanı sıra diğer test ve analizlerin de gerçekleştirilmesi hedeflenmektedir. Üretilen alümina küre takviyeli epoksi numunelere ait temsili görsel Şekil 2'de sunulmaktadır. Görüldüğü üzere oldukça homojen ve yüksek seramik hacim kesrine sahip epoksi kompozit üretimi başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.



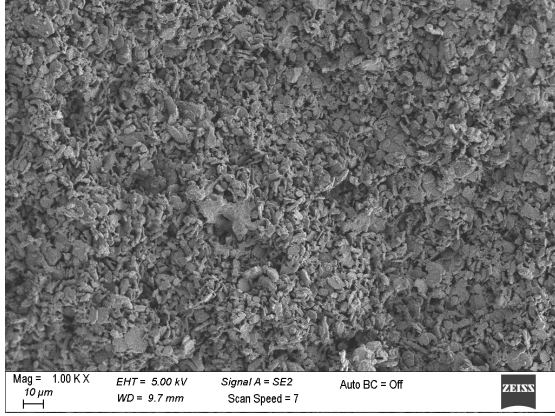
Şekil 2. Üretilen alümina küre takviyeli epoksi kompozite ait temsili makroskobik görünüm

DENEYSEL SONUÇLAR TARTIŞMA

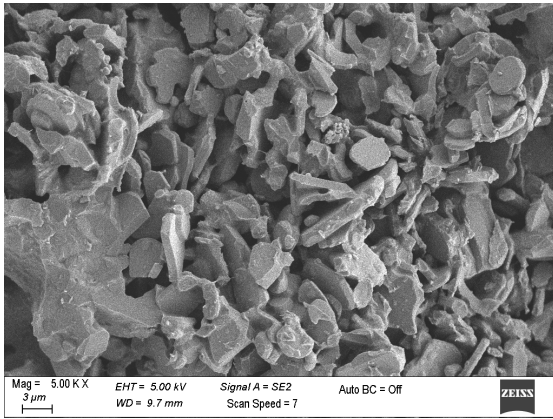
Alümina yüksek ergime sıcaklığına ($2050^\circ C$) sahip bir seramik malzeme olduğu için katı hal sinterleme yöntemiyle yoğunlaştırılabilmesi için yüksek sıcaklık ve/veya yüksek basınç uygulanması ya da nano metre boyutunda tozlarla çalışılması gerekmektedir. Tüm bu durumlarda da üretim maliyeti artmaktadır. Bu nedenle de gerçekleştirilen bu çalışmada mikron metre tane boyutuna sahip alüminanın sinterlenmesini kolaylaştırmak amacıyla sisteme CC31 kaolen ilavesi yapılmıştır. Kaolen alüminaya oranla oldukça ekonomik bir seramik olmasının yanısıra yüksek sıcaklıklarda müllit fazının oluşmasını sağlayarak mekanik özelliklerin geliştirilmesine de katkı sağlayabilecek bir malzemedir.

Sinterleme sonucunda elde edilen alümina kürelerin kırık yüzey SEM görüntüleri Şekil 3'de

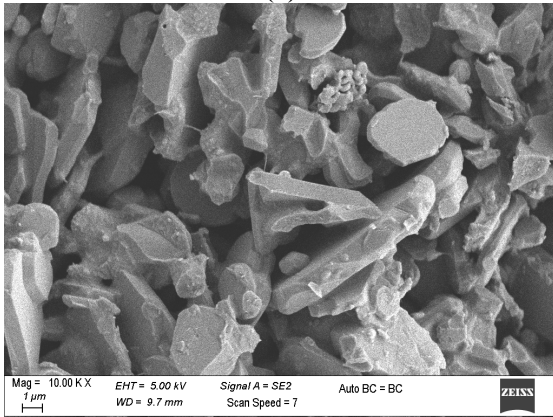
sunulmaktadır. Mikroyapılardan açıkça görüldüğü üzere kullanılan kaolen ilavesi sayesinde alümina taneleri arasında iyi bir bağlanma sağlanmış ve nispeten yüksek bir yoğunlaşma oranına ulaşılmıştır.



(a)



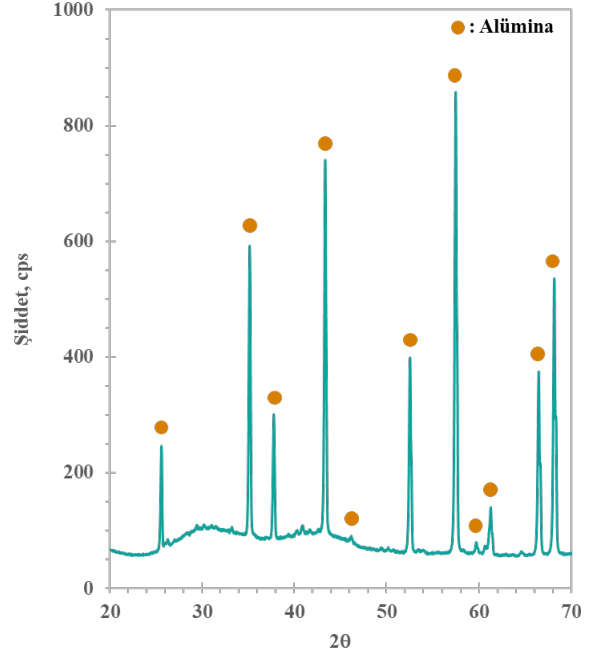
(b)



(c)

Şekil 3. Alümina seramik kürelerin sinterleme sonrası (a) 1kX, (b) 5 kX ve (c) 10 kX büyütmedeki taramalı elektron mikroskobu görüntüleri.

Toz haline getirilen alümina seramik kürelerin XRD ile faz analizi sonucunda yapıda alümina dışında bir fazın bulunmadığı tespit edilmiştir (Şekil 4).



Şekil 4. Alümina seramik kürelerin sinterleme sonrası XRD ile faz analizi sonucu.

GENEL SONUÇLAR

- Bu çalışmada sol-jel yöntemi kullanılarak, 2–3 mm boyutlarında alümina küreler başarılı bir şekilde ve nispeten ekonomik bir yöntem ile üretilmiştir.
- Bileşimde CC31 kaolen takviyesi kullanılarak göreceli olarak düşük bir sıcaklıkta (1400°C) alümina küreler nispeten yüksek oranda yoğunlaşma sağlanacak şekilde sinterlenmiştir.
- Üretilen alümina kürelerde faz bileşiminde sadece alüminanın bulunduğu belirlenmiştir. Kaolenin yüksek sıcaklıklarda müllit fazını oluşturduğu bilinmektedir. Ancak bu çalışmada müllit fazının varlığı XRD ile tespit edilememiştir. Bileşimde düşük oranda kaolen kullanılmış olmasından dolayı sinterleme sürecinde oluşan/oluşması muhtemel olan müllit fazının da düşük miktarda oluşması nedeniyle XRD ile belirlenememiş olabileceği düşünülmektedir.
- Alümina küre takviyeli epoksi kompozitler başarılı bir şekilde üretilmiştir. Seramik toz yerine küre kullanımıyla yüksek seramik içeriğine sahip kompozitlerin geliştirilebileceği ve takviye

fazının daha homojen bir şekilde dağıtılabileceği bu çalışma ile ortaya konulmuştur.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

- Bu bildiriye sunulan sonuçlar gerçekleştirilen ilk deneysel çalışmalara ait olup deneysel çalışmalar henüz yeni başlatılmıştır.
- Alümina kürelerin farklı bileşim, boyut ve yoğunluk oranlarında üretilmesiyle yeni kompozit serilerinin üretimi gerçekleştirilecektir.
- Üretilen kompozitlerin mekanik, ısıl ve yapısal özellikleri detaylı olarak incelenecektir.
- Böylece yeni bir yaklaşımla geliştirilmiş olan bu kompozitlerin havacılık, savunma sanayisi ve otomotiv endüstrisi gibi ülkemiz için lokomotif konumunda olan uygulamalarda kullanım potansiyelinin incelenmesi planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmada yer alan SEM ve XRD analizleri Bursa Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Sundukları destek için merkez yönetim ve uzmanlarına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] L.M. McGrath, R.S. Parnas, S.H. King, J.L. Schroeder, D.A. Fischer, J.L. Lenhart, Investigation of the thermal, mechanical, and fracture properties of alumina-epoxy composites, *Polymer* 49(4) (2008) 999-1014.
- [2] H. Lee, K. Neville, *Handbook of Epoxy Resins*, McGraw-Hill, New York, 1967.
- [3] L.-C. Tang, H. Zhang, S. Sprenger, L. Ye, Z. Zhang, Fracture mechanisms of epoxy-based ternary composites filled with rigid-soft particles, *Composites Science and Technology* 72(5) (2012) 558-565.
- [4] H.-J. Sue, Craze-like damage in a core-shell rubber-modified epoxy system, *Journal of materials science* 27(11) (1992) 3098-3107.
- [5] R. Bagheri, R.A. Pearson, Role of particle cavitation in rubber-toughened epoxies: 1. Microvoid toughening, *Polymer* 37(20) (1996) 4529-4538.
- [6] J. Kong, R. Ning, Y. Tang, Study on modification of epoxy resins with acrylate liquid rubber containing pendant epoxy groups, *Journal of materials science* 41(5) (2006) 1639-1641.
- [7] J. Ma, M.S. Mo, X.S. Du, S.R. Dai, I. Luck, Study of epoxy toughened by in situ formed rubber nanoparticles, *Journal of applied polymer science* 110(1) (2008) 304-312.

- [8] R. Thomas, D. Yumei, H. Yuelong, Y. Le, P. Moldenaers, Y. Weimin, T. Czigan, S. Thomas, Miscibility, morphology, thermal, and mechanical properties of a DGEBA based epoxy resin toughened with a liquid rubber, *Polymer* 49(1) (2008) 278-294.
- [9] Q.-H. Le, H.-C. Kuan, J.-B. Dai, I. Zaman, L. Luong, J. Ma, Structure-property relations of 55 nm particle-toughened epoxy, *Polymer* 51(21) (2010) 4867-4879.
- [10] Y. Nakamura, M. Yamaguchi, M. Okubo, T. Matsumoto, Effects of particle size on mechanical and impact properties of epoxy resin filled with spherical silica, *Journal of applied polymer science* 45(7) (1992) 1281-1289.
- [11] M. Okazaki, M. Murota, Y. Kawaguchi, N. Tsubokawa, Curing of epoxy resin by ultrafine silica modified by grafting of hyperbranched polyamidoamine using dendrimer synthesis methodology, *Journal of applied polymer science* 80(4) (2001) 573-579.
- [12] P. Terzioglu, Y. Altin, A. Kalem, A.C. Bedeloglu, Graphene oxide and zinc oxide decorated chitosan nanocomposite biofilms for packaging applications, *Journal of Polymer Engineering* 40(2) (2020) 152-157.
- [13] R. Zee, Y. Huang, J. Chen, B. Jang, Properties and processing characteristics of dielectric-filled epoxy resins, *Polymer composites* 10(4) (1989) 205-214.
- [14] D. Arayasantiparb, S. McKnight, M. Libera, Epoxy infiltration into nanoporous aluminum oxide, *The Journal of Adhesion* 76(4) (2001) 353-370.
- [15] J.V. Milewski, H.S. Katz, *Handbook of reinforcements for plastics*, (1987).
- [16] S. Maiti, K. Sharma, Studies on polypropylene composites filled with talc particles, *Journal of materials science* 27(17) (1992) 4605-4613.
- [17] B. Wetzell, F. Hauptert, M.Q. Zhang, Epoxy nanocomposites with high mechanical and tribological performance, *Composites Science and Technology* 63(14) (2003) 2055-2067.
- [18] R.F. Landel, L.E. Nielsen, *Mechanical properties of polymers and composites*, CRC press 1993.
- [19] R. Rother, *Particulate-filled polymer composites*, iSmithers Rapra Publishing 2003.
- [20] Y.P. Mamunya, V. Davydenko, P. Pissis, E. Lebedev, Electrical and thermal conductivity of polymers filled with metal powders, *European polymer journal* 38(9) (2002) 1887-1897.
- [21] C. Wong, R.S. Bollampally, Thermal conductivity, elastic modulus, and coefficient of thermal expansion of polymer composites filled with ceramic particles for electronic packaging, *Journal of applied polymer science* 74(14) (1999) 3396-3403.

- [22] R. Rother, Mineral fillers in thermoplastics: filler manufacture and characterisation, Mineral Fillers in Thermoplastics I, Springer1999, pp. 67-107.
- [23] A. Kausar, I. Rafique, Z. Anwar, B. Muhammad, Recent developments in different types of flame retardants and effect on fire retardancy of epoxy composite, Polymer-Plastics Technology and Engineering 55(14) (2016) 1512-1535.
- [24] Z. Zhang, C. Wong, Double-layer no-flow underfill materials and process, IEEE transactions on advanced packaging 26(2) (2003) 199-205.
- [25] R.L. Sakaguchi, J.M. Powers, Craig's restorative dental materials-e-book, Elsevier Health Sciences2012.
- [26] J.G. Stannard, Materials in dentistry, Denali Pub1988.
- [27] S. Sankaran, M. Chanda, Chemical toughening of epoxies. II. Mechanical, thermal, and microscopic studies of epoxies toughened with hydroxyl-terminated poly (butadiene-co-acrylonitrile), Journal of applied polymer science 39(8) (1990) 1635-1647.
- [28] A. Okada, Automotive and industrial applications of structural ceramics in Japan, Journal of the European Ceramic Society 28(5) (2008) 1097-1104.
- [29] A. Abyzov, Aluminum Oxide and Alumina Ceramics (review). Part 1. Properties of Al₂O₃ and Commercial Production of Dispersed Al₂O₃, Refractories and Industrial Ceramics 60(1) (2019) 24-32.
- [30] E.C. Hammel, O.-R. Ighodaro, O. Okoli, Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review, Ceramics International 40(10) (2014) 15351-15370.
- [31] A.J. Ruys, Alumina Ceramics: Biomedical and Clinical Applications, Woodhead Publishing2018.
- [32] W.E. Hauth, S.D. Stoddard, State of the art: alumina ceramics for energy applications, Los Alamos Scientific Lab., N. Mex.(USA), 1978.

1. PARIN, Fatma Nur (0000-0003-2048-2951)
2. YILDIRIM, Kenan (0000-0002-1640-6035)
3. KALEMTAŞ, Ayşe (0000-0001-7515-5427)

Characterization of Thermoplastic Polyurethane/ Polystyrene Composite Nanofibers: Improvement of surface area and porosity

PELİN ALTAY¹, NESLİHAN KARACA², AYŞEN ÖNEN³, NURAY UÇAR¹,
MURAT BAYDOĞAN⁴

¹Faculty of Textile Technologies and Design, Department of Textile Engineering,
Istanbul Technical University, Gumussuyu, Istanbul, Turkey

²Graduate School of Science Engineering and Technology, Chemistry Department, Istanbul
Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey

³Faculty of Sciences and Letters, Chemistry Department, Istanbul Technical University, Maslak,
Istanbul, Turkey

⁴ Faculty of Chemical and Metallurgical Engineering, Department of Metallurgy and Materials
Engineering, Istanbul Technical University, Maslak, Istanbul, Turkey

pelinaltay@itu.edu.tr

PURPOSE

Thermoplastic polyurethane (TPU) nanofibers are used in many biomedical applications such as wound dressing, artificial vessel, cell cultivation etc. High surface area and high porosity of nanofiber are highly desired properties for biomedical applications such as cell cultivation. In this study, as an alternative to 100% TPU nanofibers, 75% thermoplastic polyurethane (TPU)-25% polystyrene nanofiber (PS) was produced and characterized by FTIR, SEM, pycnometer density analysis, as well as BET surface area and % porosity analyzes. It has been seen that BET surface area in composite nanofibers increased from 0.12 cm²/gr to 16.1 cm² / gr and the pore volume increased from 0.00940 cm³/gr to 0.06823 cm³/gr and porosity increased from 66% to 94.5% with the addition of PS into TPU solution

Keywords: Thermoplastic polyurethane, polystyrene, TPU/PS composite nanofiber, porosity, surface area

INTRODUCTION

Thermoplastic polyurethane (TPU) is a linear segmented block copolymer composed of soft and hard segments. Thermoplastic polyurethane is a biocompatible and degradable synthetic polymer required for biomedical applications because of its excellent elastomechanical and biological properties.

Apart from biodegradability, biocompatibility and mechanical properties, porosity and specific surface area are of great importance for biomedical applications. Especially for cell cultivation, porosity and optimal pore size for cell migration and high surface area for cell attachment are essential factors [1-2]. With this aim, differently from the current literature reported, polystyrene was incorporated into TPU solution and TPU/PS composite nanofibers with increased surface area and porosity were produced, which may have the potential to be used in biomedical applications such as cell cultivation, etc. The obtained composite nanofibers were characterized by FTIR, SEM, density analysis, BET surface area and % porosity analyzes.

EXPERIMENT

Material

Thermoplastic polyurethane (TPU, Ravathane R130A85, Ravago, Mw \approx 130 000g/mol), polystyrene (PS, Sabic, d:1.05g/cm³), N,N dimethylformamide (DMF), tetrahydrofuran (THF) were used to produce composite nanofibers.

Method

Electrospinning process

10 wt. % TPU (w/w) was dissolved in a 1:5 (w/w) solution of THF/DMF and dispersed for 5 hours at 30

ORCID iDs:

Pelin ALTAY: 0000-0001-7888-9477

Ayşen ÖNEN: 0000-0002-7169-608X

Nuray UÇAR: 0000-0002-4989-3271

Murat BAYDOĞAN: 0000-0002-3683-8476

°C to prepare 100% TPU nanofibers. For the production of TPU/PS composite nanofibers, 10 wt. % PS (w/w) solution was prepared by dissolving PS in 1:5 (w/w) THF/DMF solvent system. Obtained PS solution was mixed with 10 wt. % TPU solution at a 1:3 ratio by weight. Electrospinning process was carried out at 10 kV, 2 ml/h feed rate and 15 cm tip-to-distance.

Characterization

The FTIR (Fourier Transform Infrared) spectroscopy analysis of fibers was obtained with Nicolet iS10 FTIR by using 400-4000 cm^{-1} wavelength at a resolution of 4 cm^{-1} at ambient temperature. SEM analysis was carried out using Tescan Vega-3 scanning electron microscope. Viscosities of 10 wt.% TPU, 10 wt.% PS and these two solution mixtures (60% TPU solution + 40% PS solution) were measured by Fungilab viscosimeter at 100 rpm using an R3 spindle. Density of fibers was determined using Micromeritics™ AccuPyc II 1340 Pycnometer. Porosity of the fibers was calculated using the related equation as reported by Deuber et. al 2016 [3]. BET analysis was performed by micromeritics - tristar ii 3020 surface area and porosity analyser.

Results and Discussion

Viscosity measurement

Viscosity results are given in Table 1. As can be seen in Table 1, the viscosities of 10% TPU and 10% PS solutions are close to each other (partially PS is slightly more viscose), and it was observed that the viscosity decreases when these two solutions are mixed.

Table 1. Viscosities of the prepared solutions

Prepared solutions	Viscosity (cP)
10%TPU (TPU/THF/DMF) (w/w) solution	7700-7769
10% PS (PS/THF) (w/w) solution	7995-8004
10% TPU (TPU/THF/DMF) (w/w) + %10 PS (PS/THF) (w/w) solution	980-1000

Density measurement

As can be seen in Table 2, the density decreased from 1.27 to 1.26 gr/cm^3 with presence of PS, due to its lower density than TPU.

Table 2. Densities of the nanofibers

Sample	Density (g/cm^3)
Reference TPU nanofiber	1.2724
TPU/PS nanofiber	1.2610

FTIR characterization

FTIR spectra of the samples were shown in Figure 1 and Figure 2, respectively. In Figure 1 and Figure 2, absorption bands at around 3330 cm^{-1} (-N-H stretching), 1529 cm^{-1} (-N-H deformation), and 1700 cm^{-1} (-C=O) are attributed to the urethane structure. In addition, the peaks at around 2900 cm^{-1} may be attributed to the asymmetric and symmetric stretching vibrations of -CH bonds for both TPU and PS. The absorption peak at 1451 cm^{-1} are due to the stretching vibration of the C-C bonds in the benzene ring of PS [4-5].

Figure 1. FTIR spectra of TPU nanofibers

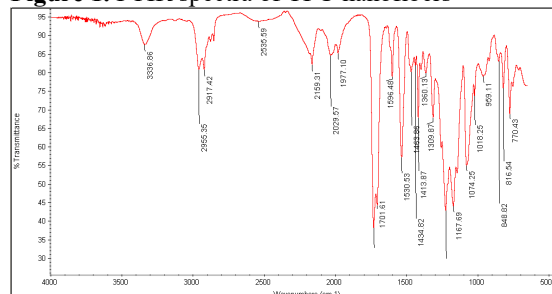
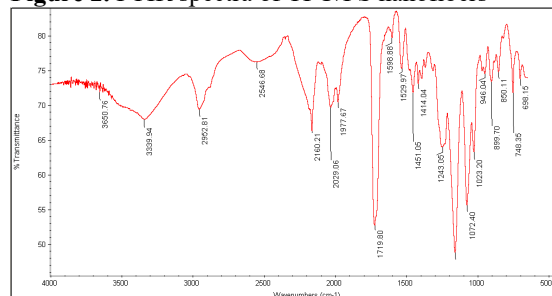


Figure 2. FTIR spectra of TPU/PS nanofibers



Morphological characterization

SEM images and nanofiber diameters are given in Figure 3 and Table 3, respectively. The same amount of TPU was used both in the reference (100% TPU nanofiber) and in the TPU/PS composite nanofiber. Although the solution of TPU/PS has lower viscosity, the fiber diameter of TPU/PS nanofiber increased due to the incorporation of PS (TPU reference was 378 nm, TPU/PS 820 nm), on the other hand, as can be seen in SEM images, beads were formed due to the presence of PS. These beads may be due to lower viscosity effect when the PS is added into TPU solution (Table 1).

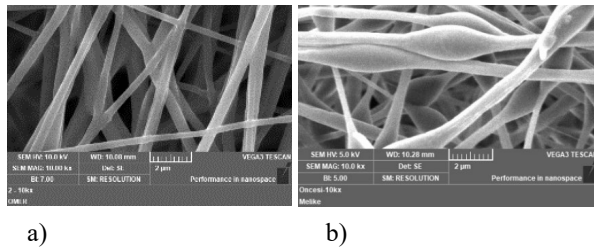


Figure 3. SEM images of produced nanofibers a) 100% TPU reference nanofiber b) TPU/PS composite nanofiber

Table 3. Nanofiber diameter

Sample	Diameter (\pm Std Dev) (nm)
100% TPU (reference)	378 (\pm 0.11)
TPU/PS composite nanofiber	820 (\pm 0.43)

BET Characterization

BET analysis results are shown in Table 4. As can be seen from Table 4, with the incorporation of PS, the surface area of the nanofiber and the pore volume increased, which may be due to the beads seen in the SEM images.

Table 4. BET results

Sample	BET surface area (m ² /g)	Pore volume (cm ³ /g)
100% TPU (reference)	0.1205	0.00940
TPU/PS composite nanofiber	16.1	0.06823

Porosity determination

Porosity was calculated using the method as reported by Deuber et. al [3]. Porosity percentage was found to be 66% for 100% TPU reference fibers while 94.5% for TPU/PS nanofibers.

Conclusion

In this study, as an alternative to 100% TPU nanofibers, 75% TPU-25% PS nanofiber was produced and characterized by FTIR, pycnometer density analysis, morphological analysis with SEM, as well as BET surface area and % porosity analyzes. It has been seen that although the viscosity decreased with the addition of PS into TPU solution, TPU/PS composite nanofibers have larger diameter due to the presence of PS. On the other hand, beads formation was observed with the addition of PS. BET surface area in composite nanofibers increased from 0.12 cm²/gr to 16.1 cm² / gr and the pore volume increased from 0.00940 cm³/gr to

0.06823 cm³/gr with the addition of PS. Porosity increased to 94.5% with the addition of PS, while the porosity of 100% TPU nanofibers was around 66%.

Acknowledgment

We would like to thank to TUBITAK for support under the project 218M766

References

- [1] Karageorgiou V, Kaplan D. Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. *Biomaterials*. 2005; 26:5474–5491.
- [2] A. F. Osman, *Biomedical Thermoplastic Polyurethane Nanocomposite: StructureProperties Relationship*. PhD Thesis, University of Queensland, Australia (2013).
- [3] Deuber F, Mousavi S, Hofer M, Adlhart C, Tailoring pore structure of ultralight electrospun sponges by solid templating. *ChemistrySelect*. 2016;1:5595-5598.
- [4] Uyar T, Havelund R, Hacıoğlu J, Zhou X, Besenbacher F, Kingshott P. The formation and characterization cyclodextrin functionalized polystyrene nanofibers produced by electrospinning. *Nanotechnology* 2009; 20: 125605.
- [5] Basturk E, Madakbas S, Kahraman MV. Improved thermal stability and wettability behavior of thermoplastic polyurethane/barium metaborate composites. *Materials research* 2016; 19(2): 434-439.

6

Composites and Nanocomposites 2

**Moderator: Yusuf Ulcay
Session Attendant: Fatma Demirci**

ABSTRACT: Insights Into Alginate-Acrylamide Tough Hydrogel Formation and Bonding

Nuruzzaman Noor. *The Hong Kong Polytechnic University, Institute of Textiles and Clothing.*

ORCID: 0000-0003-1897-1529

Hydrogels are a popular class of biomaterial that find use across a number of commercial applications (e.g.; contact lenses, drug delivery, prophylactics). In recent years, *tough hydrogels* have drawn interest due to their exceptional mechanical properties, e.g.; a simultaneous exhibition of strength, toughness and resilience. These remarkable properties arise from an interplay of numerous contributory chemical and physical bonding interactions. The specific type of bonding contribution(s) impacts the resultant mechanical properties of the gel. Therefore, it is desirable to explore and understand the mechanisms of cross-linking interactions so as to tailor and improve the various physico-chemical properties to a specific use, e.g.; for physiological load-bearing applications. This project explores the interactions occurring in an alginate-acrylamide double network tough hydrogel, for a dynamically forming gel, in a time-resolved manner. A myriad of complementary techniques (e.g.; spectroscopic methods (Raman, FTIR, UV-vis, fluorescence) amongst others), were used to explore the evolving system. In this work, we will provide preliminary mechanistic insights and structure-property relationships of compositionally evolving hydrogel structures. Results indicate different types of cross-linking phenomena are favoured at different stages of reaction. This foundational information will aid future work into tough hydrogel formation, manipulation and broader application development.

Food tray by using vacuum bagging technique

Sairizal, MISRI, Mohammad ASIM, Mohammad, JAWAID* (ORCID: 0000-0001-5348-5740)

Laboratory of Biocomposite Technology, Institute of tropical forestry and forest products (INTROP), Universiti Putra Malaysia, Serdang, 43400 UPM, Selangor, Malaysia

*jawaid@upm.edu.my

PURPOSE

To develop a food tray by using a vacuum bagging technique is to initiate low cost production at small scale in villages.

INTRODUCTION

Natural fibre reinforced with composites have received high consideration from researchers and industries to develop eco-friendly products. Nowadays, the most commonly used agricultural by-products or agricultural waste materials as reinforcement includes most of the cereal stalks, rice husks, bagasse, coconut fibres, corn cobs, nutshells and other wastes might alleviate the defined shortage¹. Natural fibres such as coir fibres (CF) and pineapple leaf fibres (PALF) are interesting reinforcement in a composite system due to their specific properties such as low density, lightweight and non-abrasiveness during processing. In addition, they are low cost, renewable, biodegradable and abundantly available².

Kenaf is also grown commonly in Malaysia as an industrial crop, has attracted wide research interest and has been used to develop eco-friendly materials for the automobile industries, sports industries, food packaging, and furniture³. Kenaf fiber (KF) reinforced composites have come into the researchers'

focus in search of high-performance composites, due to their better mechanical strength and thermal stability⁴. Epoxy resin is synthetic polymer which is hazardous to environment, but it is very difficult to remove it completely but it can be reduced by using natural fibre as reinforced material. By reinforcing natural fibres usage of synthetic polymer can be reduced up to 50%.

This partially biodegradable tray can replace existing kitchen utensils such as food tray, plates etc. and have markets such as tray used in Hyper and Supermarket in Malaysia.

The focus of this research is to develop cheap setup for composite to boost up economy for local market by providing a technique which can reduce up to 50% usage of plastics.

EXPERIMENTAL

Material

Material used for reinforcement in this work is kenaf fibre woven mat. In this reinforcement using 20g kenaf fibre mat and 200g resin. The epoxy infusion resin

needs to be mixed at a ratio of 100 parts resin to 50 parts hardener.

Method

A good quality mold is required for vacuum infusion. The mold should be waxed which helps in removal of product.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Selection of reinforcement materials is important with each laminate, and also depend on the weave style of mat that affect the flow rate, process revealed in figure 1. Kenaf mat was used as reinforced materials shown in figure 2.

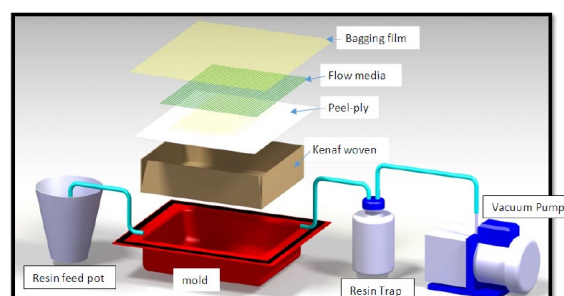


Figure 1. Comparison of the crystallinity of PP and PET fibres

Mat was cut according to require size of molding while ensure to cut the fabric large enough that it can extends beyond the all the edges and will possible to trim extra part after infusion.



Figure 2. kenaf woven fibre with mold
Further, need a Peel-ply as a second layer of the infusion and is a removable barrier that is peeled off the finished part, leaving a relatively consistent surface that is also ideal for bonding. Peel-ply made

from nylon and the thickness is 0.85mm. Next step is infusion mesh (also known as 'flow media') is used to ensure that the resin can flow from the resin feed line homogeneously.

Connect one end to polymer and other end of the vacuum pump to one of the push fittings on the resin trap. This process using vacuum pump model AST 92 and the flow specification is 6.5 cfm and ultimate vacuum is 0.066mbar with 0.5 horsepower. In the middle of the pump and mold there should be a resin trapping bottle which can hold excess amount of resin. After the process the mold need to be cure for 24 hrs and then remove from the mold shown in figure 3.



Figure 3. natural fibre reinforced polymer composite tray from vacuum bagging

CONCLUSIONS

This product has lower density with higher strength, this product can be produced without having injection molding. This product is presentable in market.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

There are several products can be produced by using this technique, we just need variety of mould. It can promote locally available natural fibre and can help farmer to enter in market with products.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

Universiti Putra Malaysia

REFERERNCES

1. R. Siakeng, M. Jawaid, M. Asim, N. Saba, M. Sanjay, S. Siengchin, H. Fouad. *eXPRESS Polymer Letters* 2020, 14.
2. M. Nasir, D. Khali, M. Jawaid, P. Tahir, R. Siakeng, M. Asim, T. Khan. *Construction and Building Materials* 2019, 211, 502-516.
3. M. Bambach. *Thin-Walled Structures* 2017, 119, 103-113.

4. M. Asim, M. Jawaid, M. T. Paridah, N. Saba, M. Nasir, R. M. Shahroze. *Polymer Composites* 2019, 40, 3814-3822.

Morphological, thermal properties of petiole date palm fibers and its dynamic mechanical properties as a reinforcement of polymer composites

ABDERRAZEK Merzoug^{1,4*}, BACHIR Bouhamida¹, ZOUAOUI Sereir¹, ABDERREZAK Bezazi², ZEKI Candan³, Ali Kiliç⁴

¹Laboratoire de Structures de Composites et Matériaux innovants, Faculté de Génie Mécanique, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran, BP 1505 El M'naouer, USTO, Oran, Algeria.

²Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), Université 08 Mai 1945, B.P. 401 Guelma 24000, Algeria.

³Thermal Analysis Laboratory” & “Nanotechnology Laboratory”, Istanbul University Cerrahpasa, Turkey

⁴TEMAG Labs, Faculty of Textile Technology and Design, Istanbul Technical University, Turkey
Abderrazek.merzoug@univ-usto.dz

PURPOSE

In these recent years, the advanced structural applications are interested highly by using of natural fibers as a reinforcement of polymer composites. The aim of this study was the valorization and evaluation the performance of petiole date palm fiber (PDPF) reinforced venylester resin composite. In the first part, an investigation on the morphology, dimension and thermal stability of PDPF fibre subjected to alkaline treatment (5% of NaOH) for different immersing time (24h, 48h and 72h) using SEM and thermogravimetric (TGA) analysis. Next, four groups of hybrid composites (PDPF/Glass fiber) were prepared using vacuum resin transfer molding process (VRTM). Morphology, flexural properties and dynamic mechanical analysis (DMA) test of hybrid composites were carried out. The morphology of PDP fiber analysis showed that the removing of impurities and waxes is proportional with the treatment time, up to 48h the fibers wall had broken gradually. Beside, the thermal stability have known enhancement (by 50°C) after alkaline treatment. After the fabrication of hybrid composites, the SEM has shown good interfacial of components especially between glass fiber/matrix. The hybrid Composite HC03 has shown good properties as compared to that HC01 (improved by 70%). The results reveal a good behavior of PDPF/GF composite comparatively to other biocomposite in literature.

keywords : PDPF, resin transfer molding, thermal stability, dynamic mechanical analysis

INTRODUCTION

Choice of sustainable material is a vital process in construction and structural engineering. Metal, ceramic and composite materials are widely materials useful in many fields. Due to the easiness manufacturing, lightweight, prices and performances the composite materials take a big attention in industry [1]. The employment of carbon fiber and glass fiber are significantly higher owing to their versatile behavior (mechanical and physical). In contrast, these petrochemical fibers used are influences on the environment dramatically and involves various health hazards.

Nowadays, many researches are working on using of bio-friendly (lingo-cellulosic) materials as a reinforcement of thermoset and thermoplastic matrices [2-4]. Hemp, flax, jute and sisal fibers are the natural fibers whose start already using in some industry application, due to their less high mechanical properties, low density, low curing/hardening temperature and as well as economical benefit of industries [5]. Known as, the hydrophilic nature of ecological fibers leads to poor adhesion with resins. Therefore, the combination of both components gives high water absorption and micro-cracking on structure under variation of temperature. Interfacial (fiber/matrix) plays an important role on the composite performance, biological and chemical processes are proposed to improve the surface of natural fibers. V.Fiore et al [6] studied the effect of alkali treatment on kenaf fiber reinforced epoxy matrix. Using the scanning electronic microscopy they found that treated fiber was enhanced after 48h of treatment comparatively to untreated fibers.

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)

BACHIR Bouhamida (ORCID iD : 0000-0001-7266-236X)

ZOUAOUI Sereir (ORCID iD : 0000-0002-4563-2082)

ABDERREZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)

ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)

ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

Beside, an improvement by 30% of flexural properties using treated fiber comparatively to that untreated. Tolera et al [7], investigated the effect of hydroxyl sodium concentration effects on ensete fiber under tensile loading, they found a limited proportionality between the enhancement of surface morphology of fiber and concentration of NaOH. Up to 5% of concentration the tensile properties was decreased dramatically.

The low thermal stability of lingo-cellulosic fibers limit some manufacturing processes, and limits the use of the composite to low temperature application. The low thermal stability increases the possibility of rigid chemical component (cellulose), mostly the temperature of decomposition is about 200°C.

In order to balance between good mechanical properties and less impact environmental, various researchers have tried to incorporate between natural fiber and synthetic fibers (hybrid structure). Heitor Luiz et al [8], investigated the mechanical properties of glass/curaua composites. Flexural strength and modulus, impact strength was proportional to the weight fraction of glass fiber content. In addition, the Cole–Cole plots were obtained and found to follow the same trend regardless of the glass content, whereas peak height and peak width at half-height were maximum for the all-glass composite. Similar work on mechanical and dynamic mechanical properties of sisal/glass hybrid composites reported increase in storage and loss modulus with hybridization of sisal/polyester with glass fiber [9].

In this work, the Petiole date palm fibers (PDPF) was selected for production of novel composite materials, due to their high availability as agro-waste, relatively inexpensive, lightness and similar properties like other natural fiber. several research have studied the reinforcing of thermoplastic and thermoset matrices by palm fiber, no data have been reported for the thermal and mechanical properties of PDPF/GF reinforced vinylester matrix (VE) can be found. The aim of this study was thermal and mechanical investigation on treatment of PDP fiber and its composite. SEM, Thermogravimetric (TGA) analysis and dynamic mechanical analysis were carried out. Next, The PDPF had treated using 5% of NaOH concentration for different period (24h-27h) in room temperature.

EXPERIMENTAL

Material

- *Date palm fibers (DPF)*

Phoenix dactylifera or date palm tree is a closely connected to human life. It is grown in arid and semi-arid region of the world (north of Africa and Middle East...etc). Algeria is in the first ranking of date palm trees potential in Africa followed by Egypt. More than 18 million trees are distributed on whole Algeria. Every picking season, large quantities of date palm wood parts (rachis, grapes, leaves and petiole) are accumulated in agricultural land without exploration. The fibers exanimate in this work were taken from Biskra province in south of Algeria. The PDP fibers were achieved after four steps, where in the beginning we have immersed the petiole wood in water bath for 72h in room temperature (fig.1). After that period, the petiole wood will be in soft stat and allow us to extract the fibers easily by hand. To improve the surface morphology of fibers, an alkali treatment of 5% NaOH concentration for 48h was applied. Next, we have washed the fibers using the distilled water until the PH will be equal to 7.



Figure 1. Date palm fibers preparation, a. PDPFiber after extraction, b. PDPFiber after treatment

- *Glass fiber and matrix*

E-glass fiber roving tissue was obtained in roving form from Dostkimya (Istanbul, Turkey). Its areal density was 49 g/m². Vinyl ester resin (Poliya 702), methyl ethyl ketone peroxide (MEK-P) and cobalt naphthenate 6% were choosed as matrix, where bought from Dost Kimya Tuzla, Istanbul, Turkey.

- *Composite preparation process*

After washing the PDP fibers, the length fibers dimension were taken between 60 and 120 mm to prepare nonwoven (mat) of 600 g/m² as an areal density. Four hybrid composite based on PDPF/glass

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)
BACHIR Bouhamida (ORCID iD :0000-0001-7266-236X)
ZOUAOUI Sereir (ORCID iD :0000-0002-4563-2082)
ABDERREZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)
ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)
ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

woven fabric were prepared (HC01, HC02, HC03 and HC04 table 1). Where, the glass fabric was adopted on the top and the bottom of DPFibres.

Table1. Configuration of hybrid composites

Hybrid Composite	PDP Fiber (wt %)	Glass Fiber (wt %)	Matrix (wt %)
HC01	30	0	70
HC02	20	10	70
HC03	10	20	70
HC04	0	30	70

The vacuum resin transfer assistant (VARTM) process was used for the preparation of composites hybrid. All samples were fabricated over a cleaned glass plate. Polyurethane release film was placed on the top of the glass surface for easier removing of the final composite. To ensure the resin flow across the samples and established an even mold, two spiral pipes were then placed on the top edges of top layer for inlet and outlet resin, the first was connected to the resin bucket and the other connect to vacuum pump. After, peel ply and perforated film were added on the top surfaces of the hybrid composite, respectively. In order to prepare the resin mixture and injected inside, the infusion system was working well. Samples were set to consolidate for 24 hours.

Methods

- Scanning electronic morphology

The morphology of treated and untreated fibers was examined using scanning electronic microscope (SEM) TESCAN VEGA3 located in Temag lab, Istanbul technical university, Turkey. Where, the magnification was used at (300x to 2Kx). The fibers were coated with gold before subjecting it to SEM

- Thermogravimetric analysis

Thermogravimetric analysis was carried out using a Mettler Toledo TGA/DSC 3+ star system under a dynamic nitrogen atmosphere heating from room temperature (25 °C) to 600°C at a heating rate of 10 °C/min. Weight changes of the fiber sample weighing approximately 6 mg were measured.

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)
 BACHIR Bouhamida (ORCID iD :0000-0001-7266-236X)
 ZOUAOUI Sereir (ORCID iD :0000-0002-4563-2082)
 ABDERRAZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)
 ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)
 ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

- Dynamic mechanical analysis

DMA instrument (Hitachi, Japan) located in the laboratory of «Thermal Analysis Laboratory and Nanotechnology Laboratory» at Istanbul-Cerrahpasa university was used to evaluate the properties of hybrid composite specimens. The average typical dimensions of the hybrid specimens were 50x10x (3-0.5) mm³. The tests were performed under isochronal conditions at 1 Hz, and each sample was heated from 30 to +200 °C at a heating rate of 5 °C/min. Cole-Cole curve was presented.

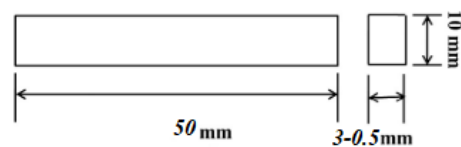


Figure 3. Schematization of DMA samples

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

- Surface morphology analysis (SEM)

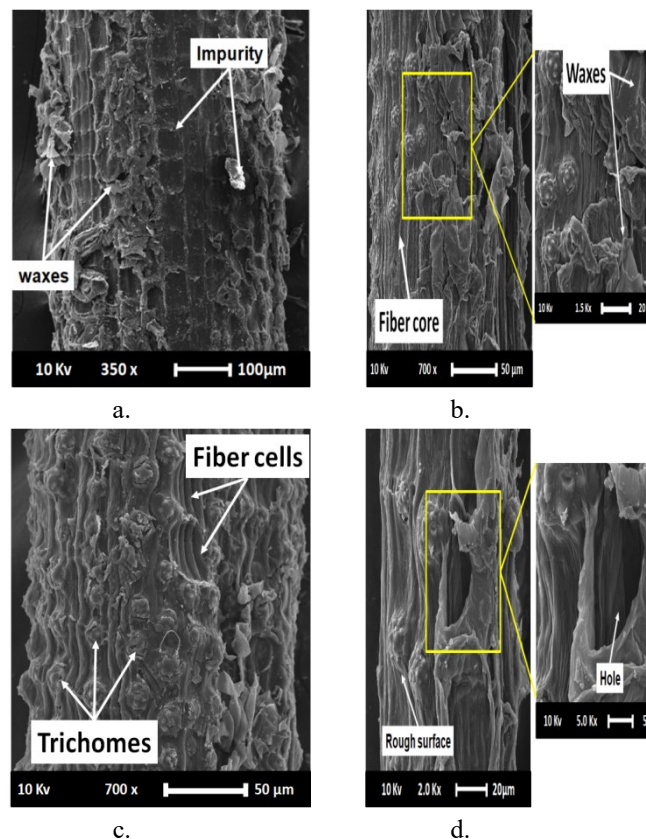


Figure 4. Scanning electronic morphologies of DP fibers, a. Raw fiber, b. PDPF treated for 24h, c. PDPF treated for 48h, d. PDPF treated for 72h.

Sodium hydroxide (NaOH) treatment is an effective method for improving fiber-matrix adhesion in natural fiber composites. Figure 4 shows the micrographs (SEM) of untreated and treated surface PDPF at a concentration of 5% NaOH for different time immersing (24 h, 48 h and 72 h). This figure shows that the untreated fiber is clearly covered with impurities and layers of wax (Fig. 4.a). Many researches in literature have known similar observation on other natural fibers surfaces [10]. In comparison, the surface morphologies of treated fibers at 24h and 48h were improved significantly than those of the untreated fibers. Beside, treatment for 24h showed small quantities of waxes impurities attached to the core fiber. Where, the treatment 48hours gave a rough surface “the optimal results”.

Up to 48h treatment time, many holes have observed appearing on the fiber core (partially destroys) due to negative effects of NaOH.

- Thermogravimetric analysis (TGA/DTG)

The Thermogravimetric curve and its derivative obtained for DP fiber allows us to investigate its thermal stability which is an important factor limiting the use of natural fibers as a reinforcement in some bio-composites [11]. The figure 5 illustrates 4 phases of decompositions of the chemical constituents of the PDPFiber, from which it lost 92.44% of its initial mass.

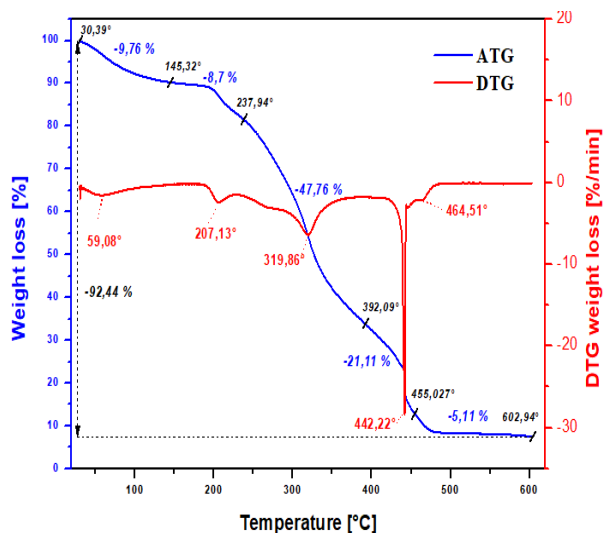


Figure 5. TGA/DTG curves of raw PDPFiber

The first loss of mass (9.76%) was observed between 30 and 115 ° C, which are attributed by several authors [12-13] to the absorption of water in the fiber, which confirms its hydrophilic character. Then, thermal stability is noted up to about 170 ° C, no significant peak is observed in the DTG curve, which is in good agreement with the

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)
 BACHIR Bouhamida (ORCID iD :0000-0001-7266-236X)
 ZOUAOUI Sereir (ORCID iD :0000-0002-4563-2082)
 ABDERRAZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)
 ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)
 ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

work of [14]. The second mass loss process, which represents the initiation of the degradation of PDP fibers, was observed between 200 ° C and 360 ° C. This can be attributed to the thermal decomposition of hemicelluloses and the glycosidic bonds of cellulose [15]. The peak observed around 319.86 ° C indicates the decomposition of cellulose I and α -cellulose [16]. Similar peaks have been reported in the literature for bamboo, hemp, jute and kenaf fibers at 321, 308.2, 298.2 and 307.2 ° C, respectively. The peak observed at 442.22 ° C is attributed to the degradation of lignin. In addition, a residual mass or a carbonization residue has been included in this last phase. The end products of cellulose degradation contain carbon residues and non-degraded fillers.

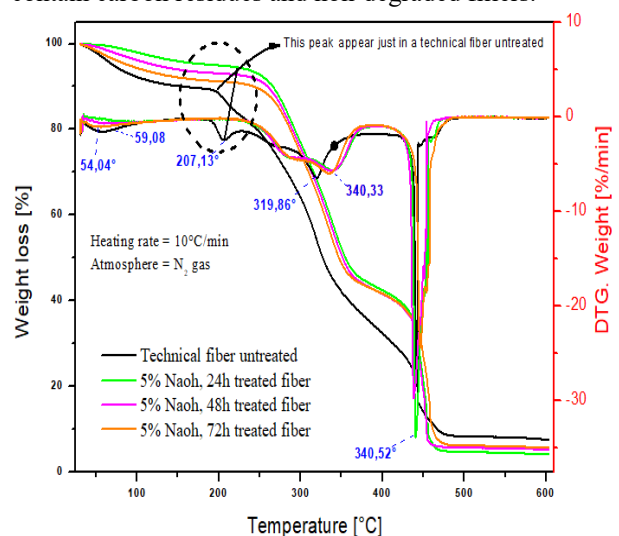


Figure 6. TGA/DTG curves of treated and untreated PDPFibres

The TG, DTG curves of the untreated and alkali treated PDP fibers are illustrated in the figure 6. The thermogravimetric data of the treated and untreated fibers indicate that the sodium hydroxide elevates their thermal stability, which results in the increase of the temperature of the beginning of degradation and the displacement of the mass losses at lower temperatures particularly at cellulose degradation (336 ° C, 335 ° C and 334 ° C for 24 h, 48 h and 72 h, respectively). In comparison, it is observed that the moisture content of the treated fibers has been reduced due to the influence of NaOH on the hydroxyl groups (less hydrophobic). In addition, it was found that the temperature peak at 207.13 ° C disappeared for processed fibers due to the effect of NaOH on hemicelluloses, thus more thermal stability than that of untreated fiber (250 ° C).

- **Dynamic mechanical properties**

• *Cole-Cole plot*

Figure 7 shows Cole–Cole plot, where the loss modulus (E'') data are plotted as a function of storage modulus (E') for all hybrid composites. The goal of these curves is to indicate the homogeneity of the polymeric system [8]. Semicircle diagram indicates that polymeric system is homogeneous [17]. All the curves show an imperfect semicircular shape. The purely homogeneous system shows a perfect semicircular curve. Incorporation of PDP fiber gives a broad curve, while hybrid composite shows a narrow one. This shows that these hybrid composites are not perfectly homogenous. It is seen that the nature, amount, surface characteristics of the fibers, and type of the fibers will affect the shape of the Cole-Cole plot, thereby influencing the viscoelastic response.

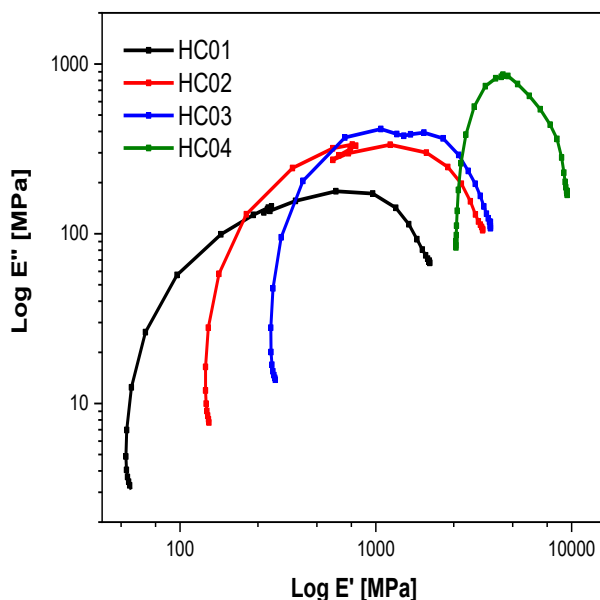


Figure 7. Cole-Cole plot

CONCLUSION

This work shows the possibility of using date palm fibre as a reinforcement of thermoset composite. In the begging, morphological and thermal analysis of PDPF was made to evaluate its performance. Three treatments at different time (24h, 48h and 72h) and under 5% of NaOH concentration was carried out. 48h of treatment was the optimum, where most of impurities and waxes were removed. These results help to achieve a good adhesion between fibre and matrix. Up to 48h we the NaOH effect was start destroying the fibre core. The influences of alkali treatment were clear also on the thermal stability. Where, an improvement of 50° as

compared to raw PDPFibre. The VARTM process was performed in order to obtain hybrid composites. Dynamic mechanical analysis (Cole-Cole plot) leads the authors to know that the quasi-homogeny of hybrid composite prepared.

LITERATURE

H. Koruk and K. Y. Sanliturk, “on measuring dynamic properties of damping materials using oberst beam method.” proceedings of the asme 2010 10th biennial conference on engineering systems design and analysis esda 2010 , july 12-14, 2010,

Sreekumar, P. et al. “A comparative study on mechanical properties of sisal-leaf fibre-reinforced polyester composites prepared by resin transfer and compression moulding techniques.” *Composites Science and Technology* 67 (2007): 453-461.

F. F. Shuhimi, M. F. Bin Abdollah, M. A. Kalam, M. Hassan, A. Mustafa, and H. Amiruddin, “Tribological characteristics comparison for oil palm fibre/epoxy and kenaf fibre/epoxy composites under dry sliding conditions,” *Tribol. Int.*, vol. 101, pp. 247–254, 2016.

A. Arbelaz, B. Fernández, G. Cantero, R. Llano-Ponte, A. Valea, and I. Mondragon, “Mechanical properties of flax fibre/polypropylene composites. Influence of fibre/matrix modification and glass fibre hybridization,” *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 36, no. 12, pp. 1637–1644, 2005.

V. Fiore, G. Di Bella, and A. Valenza, “The effect of alkaline treatment on mechanical properties of kenaf fibers and their epoxy composites,” 2014.

V. Fiore, G. Di Bella, and A. Valenza, “The effect of alkaline treatment on mechanical properties of kenaf fibers and their epoxy composites,” 2014.

T. A. Negawo, Y. Polat, F. N. Buyuknalçaci, A. Kilic, N. Saba, and M. Jawaid, “Mechanical, Morphological, Structural and Dynamic Mechanical Properties of Alkali Treated Ensete Stem Fibers Reinforced Unsaturated Polyester Composites,” *Compos. Struct.*, 2018.

[8] H. L. Ornaghi, H. S. P. da Silva, A. J. Zattera, and S. C. Amico, “Hybridization effect on the mechanical and dynamic mechanical properties of

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)
 BACHIR Bouhamida (ORCID iD :0000-0001-7266-236X)
 ZOUAOUI Sereir (ORCID iD :0000-0002-4563-2082)
 ABDERREZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)
 ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)
 ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

curaua composites,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 24, pp. 7285–7289, 2011.

Ornaghi, H. L., Jr., Bolner, A. S., Fiorio, R., Zattera, A. J., & Amico, S. C. (2010). Mechanical and dynamic mechanical analysis of hybrid composites molded by resin transfer molding. *Journal of Applied Polymer Science*, 118(2), 887–896.

S. Amroune, A. Bezazi, A. Belaadi, C. Zhu, and F. Scarpa, “Composites : Part A Tensile mechanical properties and surface chemical sensitivity of technical fibres from date palm fruit branches (Phoenix dactylifera L.),” *Compos. Part A*, vol. 71, pp. 95–106, 2015.

M. Maache, A. Bezazi, S. Amroune, F. Scarpa, and A. Dufresne, “Characterization of a novel natural cellulosic fiber from *Juncus effusus* L.,” *Carbohydr. Polym.*, vol. 171, pp. 163–172, 2017.

M. E. Ali and A. Alabdulkarem, “On thermal characteristics and microstructure of a new insulation material extracted from date palm trees surface fibers,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 138, pp. 276–284, 2017.

Yao, F. et al. “Thermal decomposition kinetics of natural fibers: Activation energy with dynamic thermogravimetric analysis.” *Polymer Degradation and Stability* 93 (2008): 90-98.

I. M. De Rosa, J. M. Kenny, D. Puglia, C. Santulli, and F. Sarasini, “Morphological, thermal and mechanical characterization of okra (*Abelmoschus esculentus*) fibres as potential reinforcement in polymer composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 70, no. 1, pp. 116–122, 2010.

Indran, S., Raj, R. E., & Sreenivasan, V. (2014). Characterization of new natural cellulosic fiber from *Cissus quadrangularis* root. *Carbohydrate polymers*, 110, 423-429

R. Rajkumar, A. Manikandan, and S. S. Saravanakumar, “Physicochemical properties of alkali treated new cellulosic fiber from cotton shell,” vol. 5341, no. March, 2016.

M. S. Sreekala, S. Thomas, and G. Groeninckx, “Dynamic mechanical properties of oil palm fiber/phenol formaldehyde and oil palm fiber/glass hybrid phenol formaldehyde composites,” *Polym. Compos.*, vol. 26, no. 3, pp. 388–400, 2005.

ABDERRAZEK Merzoug (ORCID iD : 0000-0002-5712-7569)
BACHIR Bouhamida (ORCID iD :0000-0001-7266-236X)
ZOUAOUI Sereir (ORCID iD :0000-0002-4563-2082)
ABDERREZAK Bezazi (ORCID iD : 0000-0002-4461-6689)
ZEKI Candan (ORCID iD : 0000-0002-4937-7904)
ALI Kiliç (ORCID iD : 0000-0001-5915-8732)

Effect Of Expandable Graphite And Graphene Additives On Thermal Conductivity Of Polyamide-6 Composite

UYSAL, Nilperi¹, DURSUN, Selin¹, YÜKSEL, Gamze¹, SUBAŞI, Çağlar¹
SEYHAN, A. Tuğrul²

¹Eskişehir Technical University Institute of Graduate Programs, Department of Materials Science and Engineering, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey,

²Eskişehir Technical University, Faculty of Engineering, Materials Science and Engineering Department, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey,

nilperiu@eskisehir.edu.tr

AIM

The study aims to investigate the effect of nano-sized additives doped to the polyamide-6 polymer, such as expandable graphite and multi-layered graphene produced from expandable graphite by a scalable and cost-effective method liquid-phase exfoliation, on thermal conductivity by using thermal analysis.

INTRODUCTION

The problem of unwanted heat accumulation caused by the miniaturization of many materials such as electronic devices and heat exchangers has made it necessary to increase the work for the long-term operation of various power and storage systems. Various new materials have been developed to solve this problem and provide heat management. Due to desirable properties such as easy processing ability, softness and low density, cost effectiveness, thermally conductive polymer composites play an important role in thermal management. PA6 is a widely used engineering thermoplastic in this field, however, it is poor in thermal conductivity, which is below 0.5 W / mK like most polymers, and its thermal conductivity needs to be increased [1-2].

There are many strategies to increase the thermal conductivity of polymers, but currently, the most efficient and viable way is to add fillers with high thermal conductivity into the polymer matrix. These fillings can be classified as metallic, ceramic and carbonaceous. However, adding fillers to polymers cannot always provide a large increase in thermal conductivity. This is because the filler type is not the only factor affecting the conductivity increase. The structure of the matrix is important in factors such as the interface heat resistance, the distribution of fillers.

In most filler materials, large filler load (30-60% by weight) is required to achieve the higher thermal conductivity of the composite, but when the filler load increases by weight, the thermal conductivity increases with a small slope, furthermore loading of fillers in high quantities often causes lumping, which means it not only prevents the expected increase in thermal conductivity but also degrades the mechanical properties of composites. For this reason, carbonaceous materials with two-dimensional structure among these fillings have attracted great attention with their superior thermal conductivity because high conductivity values can be achieved with less material usage compared to other additives [3-5].

Graphene, which has a honeycomb-shaped hexagonal mesh and two-dimensional crystal structure, stands out as a filler element in composite applications due to its extreme thermal conductivity (approximately 5300 W m K) through excellent mechanical and phonon transfer. Graphene-derived fillers synthesized from graphite in recent years are frequently used in polymer matrix composites, but graphene types such as GO-RGO, in which toxic and dangerous chemicals such as potassium permanganate, hydrogen peroxide, hydrazine are used during their synthesis, can severely damage the π - π systems of polymers. Therefore, graphite intercalation compounds, also known as expandable graphite (EG), provide a possible source for nanocomposite formation with polymers. The exfoliation process of EG also facilitates the creation of three-dimensional conductive paths that improve the conductivity properties of EG-containing composites by optimizing the filler distribution in the polymer matrix. In addition, short-term sonication of expandable graphite provides a simple, inexpensive

and harmless method to separate graphene leaves [6-9].

In this study, PA6/EG and PA6/Multilayered graphene (GNP) polymer composites were produced with low additive ratios by using melt blending method with a twin screw extruder and the effect of GNP filler content on the thermo-mechanical properties of the produced composites was investigated.

EXPERIMENTAL

Materials

The Polyamide 6 (GRILON TSZ 1) with a melting point 265°C, (1.12 g/cm³) was supplied by GRILON EMS, Germany. Expandable graphite (GRAFEN-GIC, purity > 99%, thickness 30 µm, diameter 300 µm) was supplied by Grafen Chemical Industries Co., Turkey. Acetone was supplied (99.9% purity) by Sigma-Aldrich (MERCK), Germany.

Methods

Expandable graphite, called graphite intercalation compound (GIC) was dried at 90 °C for 2 hours to remove moisture. GIC was heated at 1000 °C to form expanded graphite (EG), temperature rising caused the rapid expansion of graphite layers and resulted in the formation of EG flakes. Produced EG flakes were tip sonicated and dispersed in acetone to produce multilayer grapheme sheets then after filtering dried at 80 °C 24 hour.

Polyamide 6/expandable graphite and PA 6/ multilayer graphene samples were prepared in different compositions as percent 1 wt%, 3 wt%, 5 wt%, 10 wt%. Additives were first mixed with the polymer in a mechanical mixer. After mechanical stirring, it was fed into a twin-screw micro-compounder (DSM Xplore, The Netherlands), which was set at a temperature of 265 °C and a stirring speed of 100 rpm. The mixtures blended into the melt for 2 minutes. The homogeneous composition obtained was transferred to an injection molding unit (DSM Explore, The Netherlands) at 265 °C and applied to a pressure of 8 bar to the appropriate sample size molds were prepared.

Supra 40 (CARL ZEISS AG) and Witec Alpha300 Rµ-Raman used to analyze the surface morphologies and number of layers expandable graphite and fabricated expanded graphite. The thermal behavior of the doped polyamide molds was analyzed by a simultaneous thermal analyzer (TGA Q500 and DSC Q2000, TA Instruments, USA). Thermal conductivity (TC) of the resulting nanocomposites was measured using a

thermal analyzer developed by C-Therm TCi, CTherm Technologies Ltd.

RESULTS AND DISCUSSION

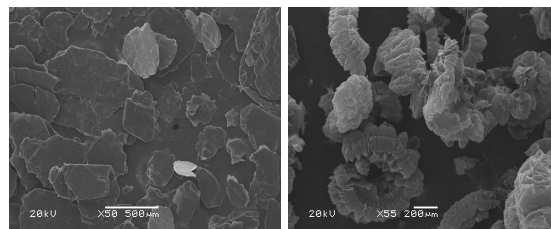


Figure 1. SEM images of expandable and expanded graphite

In Figure 1, 50 times magnified images of expandable graphite and expanded graphite are given, respectively. After 1000 °C heat treatment, it can be seen that the intercalated acid molecules between the graphite layers move away from the structure and increase the distance between the graphene layers and make them suitable for sonication process.

The thermal stability of the samples was investigated with TG in nitrogen and the corresponding curves are shown in Figure 2 and Figure 3 for graphite and multilayer graphene, respectively. TGA curves revealed that a one-step separation occurred for all samples. As shown in Table 1, the results of 5 wt% and 50 wt% mass loss temperatures showed that the higher the doping ratio, the higher the temperature degradation of the composite, thus increasing the thermal stability.

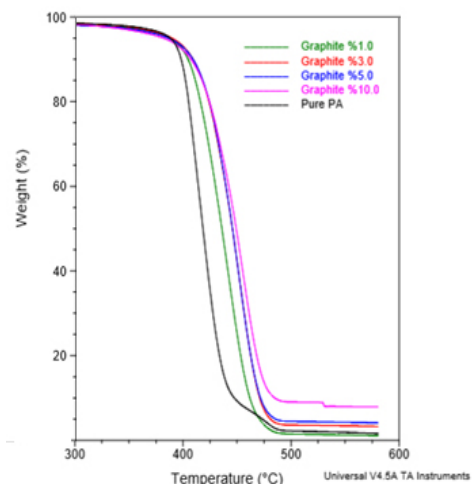


Figure 2. TGA curves of PA6/EG samples

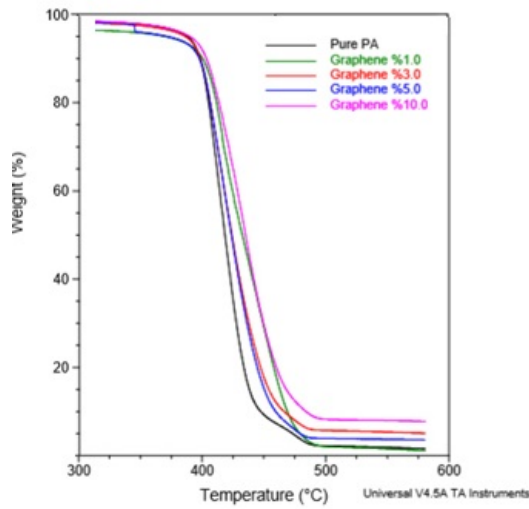


Figure 3. TGA curves of PA6/GNP samples

Table 1. Thermogravimetric analysis results of composite samples

Sample Code	T _(%5)	T _(%50)	Residue at 500°C (%)	Maximum Mass Loss Temperature (°C)
Pure PA	473,23	418,54	2,213	413,69
PA/GNP (%1)	479,19	432,53	2,079	415,81
PA/GNP (%3)	580,61	423,15	3,710	414,88
PA/GNP (%5)	479,11	424,76	5,892	419,08
PA/GNP (%10)	600,00	435,17	8,234	434,25
PA/EG (%1)	470,66	435,99	1,483	440,83
PA/EG (%3)	480,74	445,76	3,605	451,24
PA/EG (%5)	485,56	445,76	4,468	452,81
PA/EG (%10)	600,00	449,23	9,032	455,38

Table 2 shows that thermal conductivity can be increased for each additive ratio of composites, thanks to the high thermal conductivity properties of EG and GNP particles added to polyamide 6 in different proportions. In addition to the 10% additive ratio, it is seen that multilayer graphene sheets with the same additive amounts provide higher thermal conductivity increase. Due to the light structure of the GNP particles,

it has been observed that as a result of excessive volume use, 10% agglomeration occurs and the connection between heat conduction paths is weakened. However, compared to pure PA 6 polymer with a thermal conductivity value of 0.25 W / m K, an increase in thermal conductivity of up to 104.8% and 65.8% was achieved for EG and GNP, respectively, compared to other metallic and ceramic-based additives.

Table 2. Thermal conductivity enhancement results of composite samples

Particle ratio (%)	PA6/EG Thermal Conductivity (W.m ⁻¹ .K)	PA6/GNP Thermal Conductivity (W.m ⁻¹ .K)
1	0.3625	0.4123
3	0.4107	0.4247
5	0.4257	0.4393
10	0.5735	0.4643

CONCLUSION

As a result, it has been observed that multi-layer graphene structures can be synthesized from expandable graphite with a scalable and cost-effective method, and polymer composites with high thermal stability and thermal conductivity can be obtained by adding these EG and GNP particles with high thermal conductivity values to PA 6 at different rates.

FUTURE WORK

The distribution of additives in the polypropylene matrix will also be analyzed by scanning electron microscopy. In addition, the effect of EG and GNP additive rates on the mechanical properties of composites will be examined.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The present study was part of a research project funded by The Scientific & Technological Research Council of Turkey (TUBITAK, Project no. 218M297).

REFERENCES

1. Fu, X., Yao, C., Yang, G. 2015. "Recent advances in graphene/polyamide 6 composites: a review", RSC Adv., 5, 61688–61702.
2. Madhad, H., Vasava, D. 2019. "Review on recent progress in synthesis of graphene–polyamide nanocomposites", Journal of Thermoplastic Composite Materials, 20, 1-29.
3. Zhang, Y., Lu, Y., Yan, x., Gao, W., Chen, H., Bai, Y. 2019. "Functional & enhanced graphene/polyamide 6 composite fiber constructed by a facile and universal method", Composites Part A 123, 149–157.
4. Zhou, S., Yu, L., Song, X., Chang, j., Zou, H., Liang, M. 2013. "Preparation of Highly Thermally Conducting Polyamide 6/Graphite Composites via Low-Temperature In Situ Expansion", J. APPL. POLYM., 131, 39596-39606.
5. Wang, R., Wu, L., Zhuo, J., Zhang, J., Zheng, Y. 2018. "Fabrication of Polyamide 6 Nanocomposite with Improved Thermal Conductivity and Mechanical Properties via Incorporation of Low Graphene Content", Ind. Eng. Chem. Res., 57, 10967–10976.
6. Burger, N., Laachachi, A., Mortazavi, B., Ferriol, M., Lutz, M., Toniazzo, V., Ruch, D. 2015. "Alignments and network of graphite fillers to improve thermal conductivity of epoxy-based composites", International Journal of Heat and Mass Transfer 89, 505–513.
7. Ren, Y., Zhang, Y., Guo, H., Lv, R., Bai, S., 2019. "A double mixing process to greatly enhance thermal conductivity of graphene filled polyamide 6 composites", Composites Part A 126, 105578.
8. Wei, P., Cui, S., Bai, S. 2017. "In situ exfoliation of graphite in solid phase for fabrication of graphene / polyamide-6 composites", Composites Science and Technology 153, 151-159.
9. Ding, P., Su, S., Song, N., Tang, S., Liu, Y., Shi, L. 2014. "Highly Thermal Conductive Composites with Polyamide-6 Covalently-Grafted Graphene by an in Situ Polymerization and Thermal Reduction Process", Carbon, 66, 576-584.

ORCID ID NUMBERS

Nilperi UYSAL

0000-0001-6105-6428

Selin DURSUN

0000-0003-0853-6777

Gamze YÜKSEL

0000-0001-8954-8838

Çağlar SUBAŞI

0000-0003-3867-6885

Abdullah Tuğrul SEYHAN

0000-0002-2709-2908

Development of an image analysis based pore ratio measurement system for lightweight nonwovens

Fatih SÜVARİ

Bursa Uludag University, Faculty of Engineering, Textile Engineering Department, Bursa, Turkey
suvvari@uludag.edu.tr ORCID iD: 0000-0001-5708-7993

PURPOSE

This study aims to design a measurement system that can objectively measure the total pore ratio of lightweight nonwovens using image analysis techniques. It is aimed that this system will come to the fore with its practicality and rapid results compared to existing pore measurement systems.

INTRODUCTION

Nonwovens consist of thin fibers and small air volumes surrounding these fibers. In fact, they are fibrous networks. Although they have complex fiber network geometry, they consist only of fiber and air. The amount of fiber and air is important because it affects many properties of nonwovens such as mechanical, filtration and acoustic performances¹. In this study, a pore ratio measurement system using image processing techniques has been developed to obtain practical and rapid results.

EXPERIMENTAL

Material

Tests were carried out using polyester nonwovens in different weights produced by the spunbond technique. Nine different spunbonded nonwovens with mass per unit area values of 15, 20, 25, 30, 35, 40, 50, 60, and 70 g/m² were tested.

Method

Fabric mass per unit area was determined according to ASTM D 3776-07 standard, where specimens of 100 cm² were taken from fabrics by a sample cutter and weights were measured with an analytical balance.

Air permeability tests were performed in order to obtain information about the porous structure of nonwovens. The experiments were performed using an SDL Atlas M021A Air Permeability Test device as per ASMT D 737-04.

Developed Measurement Method

The images of the nonwoven surfaces of different weights were taken from two different regions by using a light microscope at 10x magnification. These images were then transferred to the computer. A computer program was written in MATLAB software in order to calculate the ratio of the total pore area to the whole fabric area on the fabric image (pore ratio). The pore

ratios were calculated for each nonwoven fabric using the developed computer program. The computer program performs calculations using the image processing techniques in the order given below:

- Nonwoven surface image is converted into grey colour tones and then transformed into a numerical matrix having values ranging from 0 to 255. Note that a pixel with a value of 0 represents black, and a value of 255 represents the white colour.
- Thresholding operation², which is one of the well-known image processing methods, is performed. The new matrix is created by assigning the number of 0 in place of numbers smaller than the threshold value and the number of 1 in place of numbers higher than the threshold value. After this operation binary image is obtained (Figure 1).

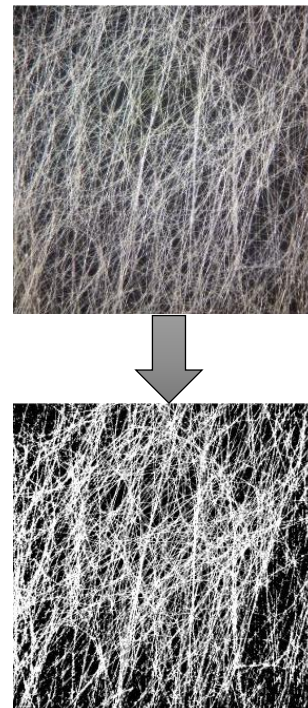


Figure1. Nonwoven image before and after the thresholding operation

- Regions in the new matrix having the value of 0 represent pores, and regions containing the value of 1 represent fibers. Therefore, the number of pixels

with 0 value and the number of pixels with 1 value are counted and recorded.

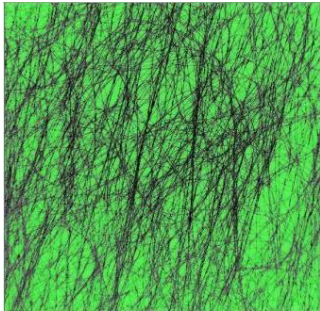


Figure 2. Detected pores are depicted in green color

- Finally, the ratio of the total pore area to the entire fabric area on the image is calculated as the pore ratio.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The relationship between the calculated pore ratio and mass per unit area values of the nonwovens is given in Figure 3. Since there will be more fiber in the nonwoven structure with the increase in weight, a decrease in the pore ratio can be expected with the increase in the mass per unit area. If Figure 3 is examined, a reduction in pore ratio until a certain mass per unit area value (40 g/m²) is seen as expected, but after that, the decrease stops.

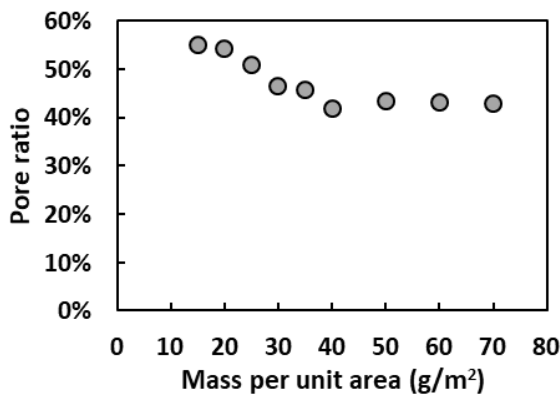


Figure 3. Pore ratio change depending on the mass per unit area

The air permeability results of the nonwovens at different mass per unit area values were compared with the calculated pore ratio values of these nonwovens. Results are given in Figure 4. Again, as an expectation, it can be predicted that more air volume will pass through a more porous nonwoven structure. Therefore, the pore ratio of the nonwoven fabric with higher air permeability should be also higher.

As can be seen in Figure 4, in general, it can be said that the pore ratio increases with increasing air permeability as expected. However, this trend of increase is more pronounced in fabrics with high air permeability. Note that nonwovens with high air permeability are also lightweight structures. When the correlation between the air permeability and pore ratio results is examined, the correlation coefficient reaches 0.99 for 40 g/m² and lighter nonwoven structures.

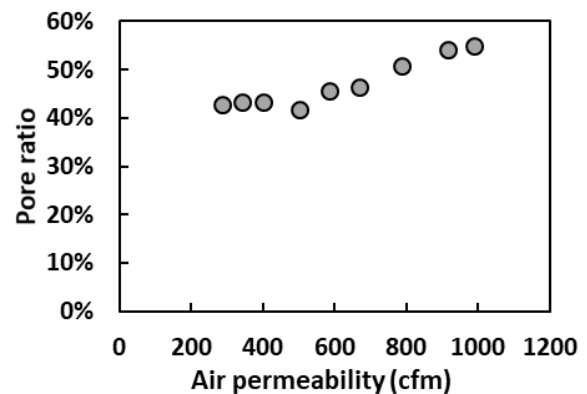


Figure 4. Air permeability and pore ratio values of the nonwovens

CONCLUSIONS

A practical test method that measures the pore ratio of nonwoven surfaces using image analysis techniques has been developed. Especially for lightweight structures, a high correlation coefficient value has been obtained between air permeability and pore ratio. Fast and practical method has been developed that can be used to obtain information about the porous structure of lightweight nonwovens.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

Accurate and robust pore size detection method using image processing techniques can be very useful, especially for the particle filtration applications.

LITERATURE

1. Suvari, F., Ulcay, Y., & Pourdeyhimi, B. (2019). Influence of sea polymer removal on sound absorption behavior of islands-in-the-sea spunbonded nonwovens. *Textile Research Journal*, 89(12), 2444-2455.
2. Otsu, N. (1979). A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE transactions on systems, man, and cybernetics*, 9(1), 62-66.

CHAPTER / SESSION / OTURUM



Plastics & Rubber: Processing and Applications

Moderator: Mustafa Erdem Üreyen
Session Attendant: Ahmet Aydın

Korneal Biyomalzemeler

KANMAZ, Dilayda*¹

¹Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

dilaydakanmaz@uludag.edu.tr

AMAÇ

Kornea dünyayı algıladığımız penceredir. Korneanın görevini etkin bir şekilde yerine getirme yeteğinin geliştirilmesi veya onarılması ilgi çeken çalışmalar arasında yerini almaktadır. Kornea alanında sentetik ve doğal biyomalzemeler ilgi odağıdır. Bu çalışmada korneal biyomalzemeler ele alınmaktadır.

GİRİŞ

Biyomalzemeler; insan vücudundaki canlı dokuların işlevlerini yerine getirmek ya da desteklemek amacıyla kullanılan, sürekli olarak veya belirli aralıklarla vücut akışkanlarıyla (örneğin kan) temas eden doğal ya da sentetik malzemelerdir ¹. Spesifik uygulamalara göre biyomalzemeler için tasarım ve seçim parametreleri değişmekle birlikte biyomalzemelerden beklenen genel özellikler aşağıdaki gibidir ²:

- Mükemmel biyoyumluluk
- Toksik ya da kanserojen özellikte olmama
- Mekanik özelliklerin yeterliliği
- Vücutta meydana gelen reaksiyonların dışında reaksiyonlara sebep olmama
- İyi fiziksel ve kimyasal özellikler
- Yüksek korozyon direnci

Biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılan biyomalzemelerin malzeme türüne göre sınıfları; metaller, seramikler, polimerler ve kompozitler olmak üzere 4 ana başlık altında incelenmektedir. Polimerler biyomalzemeler alanında sıklıkla karşımıza çıkmaktadır. Lif, film, jel, nanopartikül gibi farklı şekillerde hazırlanabilme, doğal veya sentetik formda olabilme, kolay şekillendirilebilme, komplike parçaların üretilebilmesi, biyobozunurluk, esneklik gibi çeşitli avantajları bulunmaktadır. Avantajlarının yanı sıra; zayıf mekanik dayanım, sıvıları yapısına alarak şişme, istenmeyen toksik ürünler (monomer, antioksidan gibi) salgılayabilme, sterilizasyon işlemlerinden (otoklav, etilen oksit, radyasyon) etkilenme, zamana bağlı deformasyon ve degradasyon gibi dezavantajları da bulunmaktadır. Polimerik biyomalzemelere örnek olarak; polilaktik asit, poli(laktik asit-ko-glikolik asit), poliglikolik asit, polimetilmetakrilat, poli(2-hidroksietil metakrilat)

(PHEMA), kitin, kitosan, jelatin, kolajen verilebilmektedir. Yumuşak doku implantlarında, kalp-damar sistemlerinde, ameliyat ipliklerinde, plastik cerrahi implantlarında ve korneal alanlarda polimerik biyomalzemeler kullanılabilir. Korneal uygulamalarda sentetik ve doğal biyomalzemeler ile yapılan başarılı çalışmalar öne çıkmaktadır ^{1,2}.

Kornea, gözün dış tabakasında yer almaktadır. Şeffaftır. Işığın kırıldığı ana elemandır. Kornea hastalıkları veya yaralanmalarına bağlı olarak görme yetisinde azalma veya görme kayıpları meydana gelebilmektedir. Dünyanın algılandığı pencere olan korneanın, rolünü etkin bir şekilde yerine getirme yeteneğini geliştirmek veya onarmak ilgi çeken çalışmalar arasındadır ^{3,4}.

Korneal biyomalzeme implant tasarımı, doğal doku tarafından gerçekleştirilen işlevin ayrıntılı bir şekilde anlaşılmamasını gerektirmektedir. Korneanın fonksiyonel rolü, üç ana tasarım gereksinimi içermektedir: koruma, şeffaflık ve neredeyse mükemmel bir optik arayüzün oluşumu. İn vivo olarak kullanılacak herhangi bir biyomateryal için dördüncü koşul ise biyoyumluluktur. İyi bir in vivo geçmişi olan malzemeleri seçmek her zaman önemlidir. Ayrıca, bir implantın korneoskleral kabuğa entegre edilmesi gerektiği için, beşinci bir tasarım endişesi ise entegrasyondur ³.

Gözenekli polimerik hidrojellerin kornea stroması olarak kullanılabilmesi mümkündür. Hidrojeller mekanik özellikleriyle doğal korneal stromaya benzemekte, yüksek oranlarda su içerebilmekte ve hem şeffaf hem de biyoyumlu hale getirilebilmektedirler ³.

Hidroksi etil metakrilat (HEMA) bazlı polimerik hidrojeller, su ve oksijeni geçiren biyoyumlu malzemelerdir. Yapısında bulunan hidroksil gruplarından dolayı hidrofilik özelliktedir. HEMA hidrojeller, Amerikan Gıda ve İlaç Dairesi tarafından oftalmik uygulamalar için onaylıdır. HEMA monomerinin polimerleşmesi sonucu elde edilen PHEMA, sentetik bir biyopolimerdir. PHEMA korneal alanlarda sıklıkla tercih edilmektedir. Özellikle kontakt lens tasarımları için mükemmel bir malzemedir ⁵⁻⁸.

Göz hastalıklarında kişiselleştirilmiş tedaviler önem taşımaktadır. Kontakt lensler göz hastalıklarının tanısı için uygun bir ortam sağlamaktadır. Wang vd. çalışmalarında kseroftalmi (kuru göz) ve glokom (göz tansiyonu) teşhisi için PHEMA tabanlı kontakt lensler geliştirmişlerdir. Geliştirdikleri kontakt lensler kseroftalmi ve glokom teşhislerinde kritik önem taşıyan nem ve basınç değişikliklerini algılayabilmektedir. Nem ve basınç değişimleri ile kontakt lensler renk değiştirebilmektedir. Üretilen kontakt lenslerin orijinal rengi kırmızıdır. Kseroftalmi simüle edici koşullar altında kontakt lenslerde kırmızıdan maviye bir renk değişimi gözlenmektedir. Glokom simüle edici koşullarda ise lenslerde kırmızıdan parlak maviye bir renk değişikliği gözlenmektedir. Gerçekleştirilen bu çalışma oftalmik teşhis alanındaki gelişmelere katkı sağlamaktadır ⁸.

Göz hastalıklarında, damla ve jel formunda kullanılan ilaçlarla gözün her bölümüne etkin ilaç miktarlarının ulaştırılması sağlanamamaktadır. Ercioğlu, gözün arka bölümlerine de ilacın taşınması ve kullanılan ilacın biyoyararlanımının artırılması amacıyla çalışmada kontakt lensler tasarlamıştır. Üretilen PHEMA kontakt lenslerin yüzeyleri modifiye edilmiştir. Yüzeylerin modifiye edilmesi için biyobozunur ve biyoyumlu yapıda olan kitosan ve hiyaluronik asit seçilmiştir. Lenslere aynı anda iki ilaç yüklenerek farklı göz hastalıklarının (konjonktivit ve glokom hastalıkları) aynı anda tedavisi gerçekleştirilmiştir. Geliştirdikleri kontakt lensler ile ilacın kontrollü salınımını sağlamışlar ve biyoyararlanımını arttırmışlardır ⁹.

Kontakt lense bağlı komplikasyonlar sonucu kornea enfeksiyonları meydana gelebilmektedir. Bu nedenle antibakteriyel kontakt lens tasarımları önemli bir teknolojik alanı temsil etmektedir. Rossos vd. yaptıkları çalışmada etkili antibakteriyel etkisi bulunan ve formülü $\{[Ag_6(\mu_3-HMNA)_4(\mu_3-MNA)_2]^{2-} \cdot [(Et_3NH)^+]_2 \cdot (DMSO)_2 \cdot (H_2O)_2\}$ (AGMNA) olan bileşiği PHEMA hidrojele dahil ederek antibakteriyel bir malzeme tasarlamıştır. Antibakteriyel bileşik polimerizasyon aşamasında HEMA monomerine dahil edilmiştir. Üretilen malzemeler, lensler üzerinde dirençli olan *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus epidermidis* ve *Staphylococcus aureus* bakteri suşlarına karşı üstün antibakteriyel etki göstermiştir. Rossos vd. çalışmalarında, elde edilen malzemenin antibakteriyel kontakt lenslerin hazırlanması ve geliştirilmesi için iyi bir aday olacağını göstermişlerdir ¹⁰.

SONUÇ

Korneal biyomalzemeler, şeffaflık, biyoyumluluk, mukavemet gibi çoklu gereksinimleri ve oküler yüzey

tasarımları nedeniyle zorlu bir alanı oluşturmaktadır. Korneanın optik sistemdeki yerinin getirdiği karmaşık tasarım gereksinimlerinin karşılanabilmesi için korneal biyomalzemeler ile gerçekleştirilen araştırmalar devam etmektedir.

KAYNAKLAR

1. Güven, Ş., 2014. "Biyoyumluluk ve Biyomalzemelerin Seçimi", Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi, 2(3), 303-311.
2. Yadav, S., Gangwar, S., 2018. "An Overview on Recent Progresses and Future Perspective of Biomaterials", In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 404(1), 012013.
3. Ruberti, J.W., Sinha Roy, A., Roberts, C.J., 2011. "Corneal Biomechanics and Biomaterials", Annual Review of Biomedical Engineering, 13, 269-295.
4. Ahearne, M., Fernández-Pérez, J., Masterton, S., Madden, P. W., Bhattacharjee, P., 2020. "Designing Scaffolds for Corneal Regeneration", Advanced Functional Materials, 1908996.
5. Bayrak, G., 2019. "Poli (2-Hidroksietil Metakrilat) Temelli Jelatin ve Amino Asit İçeren Süpermakrogözenekli Kriyojel Doku İskelelerinin Geliştirilmesi", Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Biyoloji Anabilim Dalı.
6. Çakal, Ç., 2004. "PHEMA Bazlı Yara Yanık Örtü Materyalleri", Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Biyomühendislik Anabilim Dalı.
7. Li, C., Zheng, Y.F., Lou, X., 2009. "Calcification Capacity of Porous pHEMA-TiO₂ Composite Hydrogels", Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 20(11), 2215.
8. Wang, Y., Zhao, Q., Du, X., 2020. "Structurally Coloured Contact Lens Sensor for Point-of-Care Ophthalmic Health Monitoring", Journal of Materials Chemistry B, 8(16), 3519-3526.
9. Nihan, E., 2018. "Tabaka Tabaka Kaplama Metodu Kullanılarak Hazırlanan İlaç Yüklü Kontakt Lenslerden Kontrollü İlaç Salımı", Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı.

10. Rossos, A.K., Banti, C.N., Kalampounias, A.G., Papachristodoulou, C., Kordatos, K., Zoumpoulakis, P., Hadjidakou, S.K., 2020. "pHEMA@ AGMNA-1: A Novel Material for the Development of Antibacterial Contact Lens", *Materials Science and Engineering: C*, 111, 110770.

Havluların Tuşe ve Hidrofilite Özelliklerinin Geliştirilmesi

ELİBÜYÜK ARAS, Sultan (0000-0002-1866-6332)¹,
ÇÖREKCİOĞLU, Mustafa (0000-0001-7976-6049)²,
YILDIRIM, Fatma Filiz (0000-0003-3490-8538)³,
TASAN KOPTUR, Perinur (0000-0001-9052-1763)⁴,
AKKAYA, Halil (0000-0001-8320-7039)⁵,
^{1,2,3,4,5} Ozanteks Tekstil San. Ve Tic. A.Ş.
saras@ozanteks.com.tr

AMAÇLAR

PVA'lı ipliklerin kullanımı ve sonrasındaki terbiye prosedüründe oluşacak maliyeti ortadan kaldırmak, havlularda hidrofilite, yumuşaklık ve kopma mukavemeti gibi önemli performans özelliklerini arttırmak amacı ile çalışma kapsamında tuşe iyileştirme çalışmaları için, Ne 12/1 pamuk ipliği üzerine Ne 40/1 pamuk ipliği sarılarak farklı gramajlara sahip hav ipliklerinin etkisinin incelenmesi amaçlanmaktadır. Ayrıca literatürden elde edilen bilgiler ışığında kalıcı bir yumuşatma maddesinin henüz olmadığı görülmüştür. Bu çalışmada yıkama sonrasında yumuşaklığın kalıcı olması için sarım iplik geliştirilecek, hidrofilite ve stiffness değerleri incelenecektir.

GİRİŞ

Kumaşın tuşesi, hammadde özelliğinin, kalınlığının, yumuşaklığının, örgüsünün ve kumaşa uygulanan apre işlemlerinin etkisi nedeniyle kumaşa elle dokunduğumuz zaman algıladığımız duygudur. Genellikle kumaşların yumuşak, dolgun, dökümlü ve diri olmaları istenir. AK'ın çalışmasında¹, kumaşların tuşesi, başta kullanılan hammadde olmak üzere kullanılan örgü, iplik cinsi, ipliğin bükümü ile dokuma sırasındaki çözgü ve atkı sıklıkları kadar, hatta daha çok apre işlemlerine bağlı olarak oluşturulduğunu belirtmiştir. Son yıllarda, havlu kumaşları daha yumuşak ve daha emici yapmak için hav ipliklerinde farklı büküm tipleri geliştirilmiştir. Düşük büküm havanın ve nemin/suyun ipliğin içine girmesini sağlar ki bu durumun yumuşaklığı ve emiciliği artırması, yıkamadan sonra çabuk kuruma sağlaması beklenmektedir. Lazero yaptığı çalışmada², bu tip havlular; Low twist, Zero twist, standart twist olmak üzere değişik şekillerde isimlendirilebilmektedir. Ring iplikçiliğinde uzun veya kısa pamuk liflerinin karışımı kullanılabilirken, low twist ve zero twist iplikler sadece uzun pamuk liflerinden üretilme olduğunu belirtmişlerdir. Zero twist iplik üretiminde öncelikle ring iplik makinesinde bükümlü iplik elde edilmekte, daha sonra katlı büküm makinesinde dokuma sırasında pamuk liflerini bir arada tutmayı sağlamak için

polivinialkol (PVA) iplikle birlikte üzerindeki büküm yönünün tersi yönünde bükülmektedir. Ters yönde büküm işlemi sonunda katlı ipliğin bükümü açılmakta ve ardından dokuma işleminde hav çözgüsü olarak kullanılmaktadır. Havlunun dokunma işleminden sonra PVA terbiye işlemleri sırasında çözünmekte ve geriye son derece düşük bükümlü bir iplik kalmaktadır. Low twist iplikler, zero twist iplik prosesine benzer şekilde veya 80 Ne veya 90 Ne gibi çok ince ipliklerle sarılabilmektedir. Low twist iplikler zero twist ipliklere göre daha yüksek büküme sahiptirler. Zero twist ipliklerin tek dezavantajı, liflerin birbirine tutunma özellikleri azaldığı için elyaf tüylenmesi ve yolunmasıdır. Böylece zero twist havlular normal havlular kadar mukavemete ve onların kadar kullanım ömrüne sahip olmazlar. Tikel'in çalışmasında³, bu tarz ipliklerin seçilmesi durumunda havlularda yumuşaklık ve hacimlilik için mukavemet düşüşünün göze alındığı söylenebilmektedir. Yılmaz ve Powel'in çalışmasında⁴, havlu yumuşaklığı için gramaj ve sıklığına bağlı olarak endüstride yaygın şekilde %100 pamuklu, Ne 20/1, 16/1 ve 12/1 numaralarda ve 240-255 t/m büküme sahip iplikler atkı olarak tercih edilmekte olduğunu belirtmişlerdir.

Bu çalışmada, havlu kumaşlarda tuşe ve emiciliği artırıcı, PVA'lı iplik kullanımında maliyeti azaltıcı ve kalıcı yumuşaklık sağlayıcı, tuşesi daha iyi, hidrofilitesi yüksek ürünler geliştirilmek için gereken araştırma çalışması yapılmıştır. Söz konusu PVA'lı ipliklerin kullanımı ve sonrasındaki terbiye prosedüründe oluşacak maliyeti ortadan kaldırmak, elimizde bulunan fazla iplikleri değerlendirmek, havlularda hidrofilite, yumuşaklık ve kopma mukavemeti gibi önemli performans özelliklerini arttırmak amacıyla, Ne 12/1 pamuk ring ipliği üzerine Ne 40/1 pamuk ring ipliği sarılarak farklı gramajlara sahip hav ipliklerinin havlu kumaşta hidrofilite ve dökümlülüğüne etkisi incelenmiştir. Bu ipliklerden dokunan havlular yıkamaya tabi tutulmuştur. Yıkama sonrası mikrocotton havlu ve standart havlularla karşılaştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

600 gr/m² Ne 12/1 pamuk ring iplik üzerine Ne 40/1 pamuk ring ipliği sarıllı havlu kumaş, 16/1 Mikrokotton Havlu, 16/1 Standart Pamuklu Havlu kullanılmıştır.

Yöntem

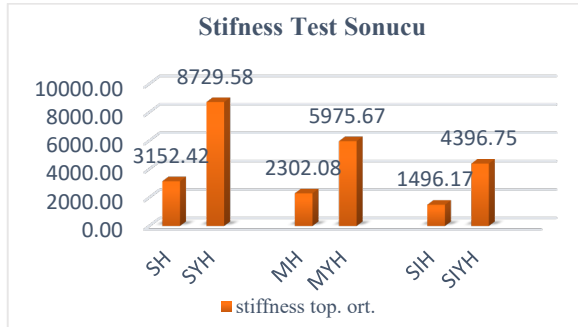
Havlu kumaşlar evsel yıkama ile 5'er defa yıkayıp kurutulmuştur. Aynı gramaja sahip test numuneleri olan sarıllı iplikli havlu, microcotton ve standart pamuklu havluların yıkamalı ve yıkamasız olarak stiffness, EN 14697:2005 (E) ve AATCC 79 hidrofilite değerleri karşılaştırılmıştır. Numuneler Tablo 1'deki gibi isimlendirilmiştir.

Tablo 1. Numune İsimlendirilmesi

SH	Yıkamasız Standart Havlu
SYH	5 Yıkamalı Standart Havlu
MH	Yıkamasız Microcotton Havlu
MYH	5 Yıkamalı Microcotton Havlu
SIH	Yıkamasız Sarıllı İplik Havlu
SIYH	5 Yıkamalı Sarıllı İplik Havlu

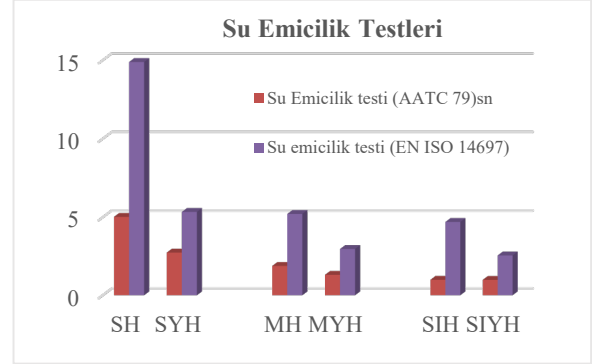
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Aynı gramajlara sahip, aynı iplik numaralarında sarıllı iplik havlu, microcotton ve standart pamuklu havluların yıkamalı ve yıkamasız olarak stiffness ve hidrofilite değerleri karşılaştırılmıştır. Stiffness Karşılaştırma sonucu şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1. Havlu Kumaşların Stiffness Test Sonuçları

Kumaşların stiffness değerlerine ait bir minimum ister bulunmamaktadır. Fakat en düşük değeri içermesi beklenmektedir. Hidrofilite sonuçlarının grafik karşılaştırması ise Şekil 2'de verilmiştir.



Şekil 2. Havlu Kumaşların Hidrofilite Test Sonuçları

EN 14697:2005 (E) –Tekstiller- Havlular ve Havlu kumaşlar için Şartname ve Test Metodları şartnamesine göre havluların hidrofilite testi sonucunda batma süresinin <15 sn olması beklenmektedir. Yine AATCC 79 testine göre ise damla absorpsiyon süresinin <5 sn olması beklenmektedir.

GENEL SONUÇLAR

Stiffness sonuç grafiğine göre aynı gramajlarda, farklı yapılarda ve hav boylarına sahip havlu ürünlerin yıkamalı ve yıkamasız ölçümlerinde 5 yıkama sonrasında ilk yumuşak etkisinin kalmadığı, tuşe etkisini kaybettiği, microcotton havluların bir-iki yıkamaya dayanıklı tuşe sergilediği gözlemlenmektedir. Sarıllı iplikli havlular ise diğer iki havluya göre yıkama sonrasında yumuşaklık etkisini sürdürdüğü gözlemlenmiştir. Hidrofilite Test sonucunda, sadece normal havluların değerleri sınırdan çıkarken, diğer numuneler her iki metotta da standart değerlerin altında çıkmıştır. Fakat kendi içerisinde değerlendirecek olursak yıkama sonucunda havlular yumuşaklığını kaybederken, su emicilik değerleri yıkamamışlara göre düşmüştür. Böylece daha fazla emici olurken, daha sert havlu haline gelmişlerdir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bir sonraki aşamada kumaşların geri kalan performans özellikleri incelenecektir. Ayrıca sarıllı iplik büküm çalışmaları tekrarlanacak daha açık büküm denenecektir.

BİLGİLENDİRME

Bu çalışma, Ozanteks Tekstil Ar-Ge merkezi tarafından, 20U01 özkaynak proje numarası ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Ak, N. 2006. "Belirli Doku Konstrüksiyonlarının Kumaş Performans Özelliklerine Etkisi". Çukurova Üni. Fenbilimleri Enstitüsü, Tekstil

- Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi.
2. Lazaro,M., 2003. “Searching for the Softest Towel”, Home Textiles Today, High Point, Vol:24, ISS:24, Page: 8, USA, Feb 24, 2003.
 3. Tickel, A.R., The Evaluation of Three Types of Fabric Softener, A Thesis in Clothing and Textiles, Texas Tech University, Master of Science in Home Economics, August, 1974.
 4. Yılmaz, N. D., Powell, N. B., 2005 “The Technology of Terry Towel Production” Journal of Textile and Apparel Technology and Management, Vol:4, No:4, P:1-43

Örme Kumaşların Aşınma Dayanımının Görüntü İşleme Teknikleri İle İncelenmesi

TELLİ, Abdurrahman*¹

¹Çukurova Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Sarıçam, Adana
atelli@cu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada daha önceki çalışmalarda belirtilen varsayımlardan hareketle, örme kumaşların aşınma dayanımının görüntü işleme teknikleri ile tahmin edilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Tekstil malzemelerinin aşınma davranışları karmaşık bir yapıdadır. Liflerin, ipliklerin, kumaş yapısının ve uygulanan bitim işlemlerin özellikleri aşınma direncini etkileyebilmektedir. Kumaşlar, iplikler, çoraplar ve teknik tekstiller gibi çeşitli tekstil mamullerinin aşınma davranışları farklı yöntemlerle ölçülebilmektedir. Teknolojik gelişmeler ve tekstil malzemelerinin özelliklerine yönelik artan talepler nedeniyle, bu konuda yeni test teknikleri ve cihazlarının geliştirilmesi çalışmaları devam etmektedir ¹.

Daha önceki çalışmalar incelendiğinde, aşınma dayanımının görüntü analizi ile incelenmesine dair literatürde sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Yapılan çalışmaların büyük çoğunluğu dokuma kumaş ve dokusuz yüzeyler üzerine odaklanılmışlardır ²⁻⁶. Koltysheva etl. (2004) WiseTex yazılımını kullanarak keten/pamuklu dokuma kumaşların aşınma direncini tanımlamak için geometrik modeller oluşturmuşlardır. Kumaşların aşınmaya karşı direncini değerlendirmek ve aşınma testinde gözlemlenen noktaları açıklamak için yararlı bir araç olabileceğini belirtmişlerdir ². Balcı Kılıç ve Okur (2019) yapılan araştırmada, örme kumaş yüzey özelliklerinin belirlenmesi için görüntü analizine dayanan optik temas indeksi (OCI) önerilmiştir. Kumaş yüzeyine üstten sabit ışık vererek mikroskop görüntülerini almışlardır. Yapılan görüntü analizinde OCI ile 15000 devir aşınma sonrası kütle kaybı arasında yüksek korelasyon bulmuşlardır ⁷.

Bu çalışmada literatürden farklı olarak, mikroskop altında alınan örme kumaş görüntüleri MATLAB yazılımı kullanılarak bölgesel olarak analiz edilmiştir. Görüntü işleme çalışmaları sonrası görüntüdeki kumaş yüzeyin kapladığı toplam alan ile kullanılan örme kumaşların aşınma dayanımları arasındaki ilişki korelasyon analizi ile incelenmiştir.

DENEYSSEL

Malzeme

Çalışmada on iki farklı rib örme kumaş tercih edilmiştir. Kumaşlar üç farklı iplik numarası ve karışımından oluşmaktadır. Düz örme makinesinde yapılan aynı incelikteki üretimler sırasında iki farklı iplik besleme kullanılmıştır. Bu şekilde farklı gramajlarda üretilen kumaşlara ait bilgiler Tablo 1’de sunulmaktadır.

Tablo 1. Tercih edilen örme kumaşlara ait bilgiler

Kumaş Tipi	İplik Besleme Miktarı	Kumaş Gramajı (g/m ²)	İplik No	İplik Karışım Oranı
01	2	551	Ne16	%100 CO
02	3	1052		
03	2	360	Ne20	%100 CO
04	3	693		
05	2	404	Ne30	%100 CO
06	3	663		
07	2	631	Ne13	%50 CO
08	3	1314		
09	2	367	Ne20	%50 CO
10	3	656		
11	2	174	Ne28	%50 PES
12	3	303		

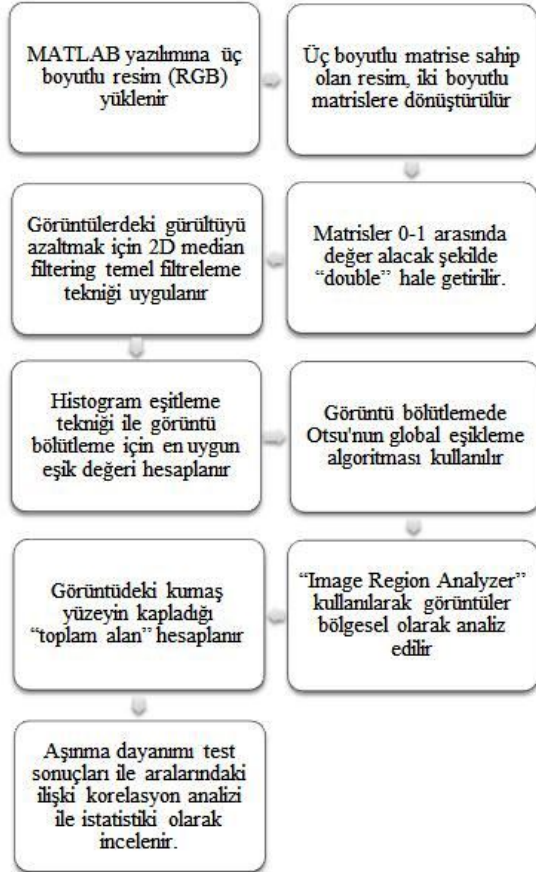
Yöntem

Aşınma dayanımı ölçümleri TS EN ISO 12947-3 standardına göre “Nu-Martindale Aşınma Dayanımı Test Cihazı”nda 9kPa ağırlıklarla yapılmıştır. Aşınma işlemi üç tekrarlı olarak tüm kumaşlarda 15000 devir uygulanmıştır. Aşınma öncesi ve sonrası tartım alınarak oluşan yüzde kütle kaybı hesaplanmıştır. Aşınma dayanımı testi öncesi ve sonrası kumaşların 10x (10 kat) büyütme oranında Novel NSZ 808 marka stereomikroskop kullanılarak RGB formatında görüntüleri 1880x2590 piksel olarak alınmıştır. Tüm testler, 24 saat süreyle TS EN ISO 139’a göre kondüsyonlanıp standart atmosfer koşullarında (20°C±2 sıcaklık, %65±4 bağıl nem) gerçekleştirilmiştir.

Görüntü işleme çalışmaları için MATLAB R2018a paket programı kullanılmıştır. Görüntü işleme çalışmalarında daha önceki çalışmalarda önerilen

1. TELLİ, Abdurrahman (ORCID iD: 0000-0002-6720-9410)

adımlar tercih edilmiştir ⁸⁻⁹. Görüntü matrislerindeki kumaş yüzeyin kapladığı “toplam alan” piksellerin ortalamaları ile aşınma dayanımı sonrası yüzde kütle kayıpları ortalama test sonuçları arasındaki ilişki Pearson bağıntı (korelasyon) analizi kullanılarak istatistik olarak incelenmiştir. Bağıntı katsayısının (r) 0,75 ve üzeri değeri çok iyi derecede ilişki olduğunu ifade etmektedir ¹⁰. Şekil 1’de çalışmada takip edilen işlem adımları gösterilmektedir.



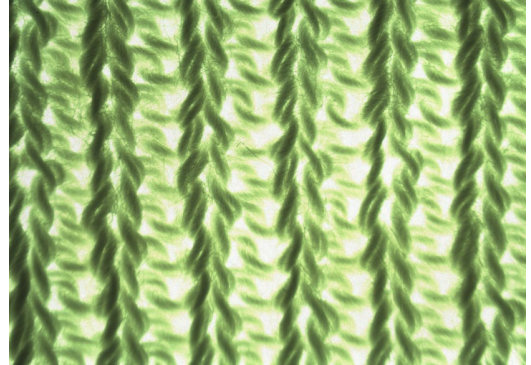
Şekil 1. Takip edilen görüntü işleme adımları

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

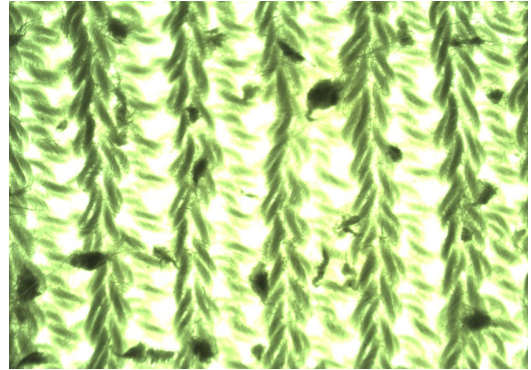
Şekil 2’de örnek olması açısından çalışmada kullanılan “09” nolu örme kumaşa ait bir numunenin aşınma öncesi mikroskop altındaki görüntüsü verilmektedir. Şekil 3’de ise aynı numunenin aşınma sonrası görüntüsü yer almaktadır.

Şekil 2 ve Şekil 3 incelendiğinde, yüzeye en yakın temas noktası olan ilmek çubuklarındaki, yüzeyden henüz ayrılmamış kopan iplikler ve aşınmaya uğramış bölgeler net olarak görülebilmektedir. İlmek sıralarındaki durum için ise, aşındırıcı yüzey ile temasta daha geride kaldıkları için bu bölgelerdeki kütle

kayıplarının daha fazla aşınma devri sonrasında gerçekleşeceği söylenebilir.

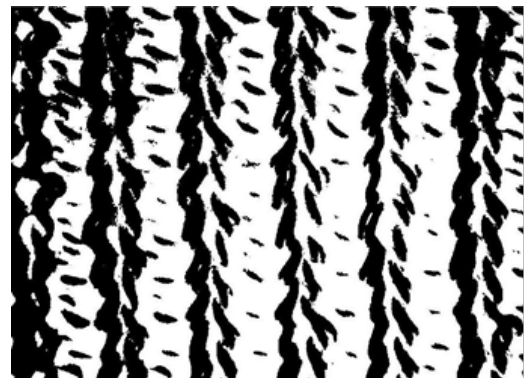


Şekil 2. Aşınma dayanımı testi öncesi kumaşın 10x (10 kat) büyütme oranında mikroskopik görüntüsü



Şekil 3. Aşınma dayanımı testi sonrası kumaşın 10x (10 kat) büyütme oranında mikroskopik görüntüsü

Şekil 4’de aynı numuneye ait aşınma öncesi görüntünün görüntü işleme adımları sonrasındaki görseli verilmektedir.



Şekil 4. Aşınma dayanımı testi öncesi mikroskopik görüntünün görüntü işleme adımları sonrasındaki görseli

Tablo 2’de on iki farklı kumaşa ait 1880x2590 piksel olan görsellerdeki görüntü işleme çalışmaları

sonrasında aşındırıcı yüzey ile temas noktaları olduğu varsayılan alanların (örneğin Şekil 4'deki siyah olan bölgeler) toplam piksel sayıları ve görüntüdeki tüm alan içerisindeki ortalama yüzdeleri verilmektedir. Ayrıca Tablo 2'de kumaşların aşınma sonrası yüzde kütle kayıpları gösterilmektedir.

Tablo 2. Görüntüdeki toplam siyah piksel alanların değerleri ve aşınma sonrası yüzde kütle kayıpları

	Toplam Alan (piksel)	Toplam Alan (yüzde)	Aşınma Sonrası kütle kaybı (yüzde)
1	3024003	62,10	0,78
2	3897406	80,04	0,65
3	2443377	50,18	1,43
4	3563237	73,18	0,37
5	2588559	53,16	0,97
6	3425044	70,34	0,19
7	3166433	65,03	0,41
8	3880908	79,70	0,11
9	2216398	45,52	1,41
10	3408286	70,00	0,19
11	1640139	33,68	8,27
12	2017414	41,43	3,36

Kütle kayıpları ile toplam alan arasındaki ilişkiyi gösteren korelasyon analizi sonuçları ise Tablo 3'de sunulmaktadır.

Tablo 3. Korelasyon analizi sonuçları

İncelenen Kumaşlar	Bağıntı Katsayısı (r)
Tüm Kumaşlar (1-12)	-0,770
Sadece %100 Pamuk içeren kumaşlar (1-6)	-0,785
İki iplik beslemeli %100 Pamuk içeren kumaşlar (1, 3, 5)	-0,870
Üç iplik beslemeli %100 Pamuk içeren kumaşlar (2, 4, 6)	0,994
İki iplik beslemeli tüm kumaşlar (1, 3, 5, 7, 9, 11)	-0,840
Üç iplik beslemeli tüm kumaşlar (2, 4, 6, 8, 10, 12)	-0,920
Sadece %50 Pamuk / %50 Viskon içeren kumaşlar (7, 8, 9, 10)	-0,966

Tüm kumaşlar ele alındığında toplam alan ile yüzde kütle kaybı arasında negatif yönlü güçlü bir korelasyon bulunmaktadır ($r=-0,770$). Ancak bu sonuç daha önceki çalışmalarda belirtilenlerinden aksi bir sonuç

taşımaktadır. Görüntüdeki toplam alan arttıkça aşındırıcı yüzey ile temas noktalarının artacağı varsayımıyla yüzde kütle kaybı oranıyla pozitif yönlü bir korelasyon bekleniyordu. Ayrıca sadece %100 Pamuk içeren kumaşlar ele alındığında negatif yönlü korelasyon değeri daha da artış göstermiştir ($r=-0,785$). İki iplik beslemeli %100 Pamuk içeren "1", "3" ve "5" nolu kumaşlarda ise negatif yönlü korelasyon $r=-870$ değerine kadar ulaşmıştır. Daha kompakt bir yapıya sahip üç iplik beslemeli %100 Pamuk içeren "2", "4" ve "6" nolu kumaşlarda literatüre benzer şekilde pozitif yönlü elde edilen en güçlü korelasyon görülmüştür ($r=0,994$). Ancak üç iplik beslemeli tüm kumaşlar hesaplamaya dahil edildiğinde % 100 Pamuk içerenlerden farklı olarak negatif yönlü önemli seviyede güçlü bir korelasyon bulunmuştur ($r=-0,920$). Benzer şekilde iki iplik beslemeli tüm kumaşlar hesaplamaya dahil edildiğinde de negatif yönlü güçlü bir korelasyon tespit edilmiştir ($r=-0,840$). Sadece %50 Pamuk / %50 Viskon içeren kumaşlar kullanıldığında ise negatif yönlü korelasyonlar arasında en yüksek değer elde edilmiştir ($r=-0,966$).

GENEL SONUÇLAR

Çalışma sonuçlarına göre lif ve kumaş yapısından bağımsız olarak salt görüntü analizi ile aşınma direncinin tahmin edilmesinin mümkün olmadığı görülmektedir. Tekstil malzemelerinin aşınma dayanımı literatürdeki birçok çalışmada belirtildiği gibi lif çeşidi, iplik numarası, iplik bükümü, karışım oranı, kumaş yapı ve özellikleri gibi birçok tekstil üretim faktörü tarafından önemli oranda değiştirilebilmektedir. Daha önceki çalışmalarda yola çıkan temas noktalarının belirlenmesi ile aşınma dayanımını tahmin edilebileceği düşüncesi kısmen doğru olsa da genelleme yapılamayacağı açıktır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Daha sonraki çalışmalarda farklı ve yüksek aşınma devirlerinde kumaşların aşınma davranışları ve eğilimlerinin görüntü işleme teknikleri ile değerlendirilmesi önemli katkılar sağlayabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Özdil, N., Kayseri, G. Ö., & Mengüç, G. S. (2012). Analysis of abrasion characteristics in textiles. In *Abrasion resistance of materials*. IntechOpen.
- [2] Bandyopadhyay, S. K., & Sur, D. (2000). Objective assessment of abrasive damage of jute-based fabric surface by digital image analysis. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 25, 42-51.
- [3] Koltysheva, N. G., Lomov, S. V., & Truevtzev, N. N. (2004). Abrasion resistance of cotton/flax fabrics: 3D computer simulations of fabric wear geometry. *AUTEX Research Journal*, 4(4), 182-186.

- [4] Polipowski, M., Więcek, P., Więcek, B., & Jasińska, I. (2015). Study on woven fabric structure using 3D computer image analysis for in-depth identification of thread channels. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 110 (2), 33-39.
- [5] Mokhtari, F., Hosseini Varkiyani, S. M., & Latifi, M. (2015). Evaluation of Floorcovering Abrasion Resistance by Means of Image Processing Technique. *Journal of Textiles and Polymers*, 3(2), 40-45.
- [6] Jasińska, I. (2019). The Algorithms of Image Processing and Analysis in the Textile Fabrics Abrasion Assessment. *Applied Sciences*, 9(18), 3791.
- [7] Balci Kilic, G., & Okur, A. (2019). Effect of yarn characteristics on surface properties of knitted fabrics. *Textile Research Journal*, 89(12), 2476-2489.
- [8] Telli, A. (2019). An Image Processing Research Consistent with Standard Photographs to Determine Pilling Grade of Woven Fabrics. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 29(3), 268-276.
- [9] Telli A., "Boncuklanma Görüntülerinin İşlenmesinde Farklı Filtrelerin Kullanımı", *The International Conference of Materials and Engineering Technologies (TICMET'19)*, 10-12 October 2019, 695-701.
- [10] Telli, A. (2016). Geri dönüşüm pamuk, r-PET ve karışımlarının denim kumaş üretiminde kullanılması. *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Doktora Tezi.

Sürtüneli Yüzeyle Sismik İzolatörler İçin Yeni Bir Kayıcı Yüzeyle Geliştirilmesi

ÇAVDAR, Esengül^{a,1}, ÖZDEMİR, Gökhan^{b,1}

^aORCID ID: <https://orcid.org/0000-0003-1497-0908>

^bORCID ID: <https://orcid.org/0000-0002-2962-2327>

¹İnşaat Mühendisliği Bölümü, ESQUAKE, Sismik İzolatör Test Laboratuvarı, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Türkiye
esengulcavdar@eskisehir.edu.tr

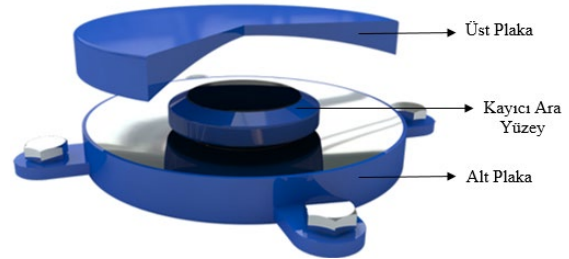
AMAÇLAR

Sismik izolasyon uygulaması ülkemizde son yıllarda oldukça yaygın bir biçimde kullanılan ve depremlerin yıkıcı etkilerine karşı yapısal/yapısal olmayan (makine/teçhizat) elemanları koruyan bir teknolojidir. Bu yöntemde yapı tabandan, yani deprem dalgalarının yapıya aktarıldığı kaynaktan izole edilir ve böylece hem yapısal hasarlar neredeyse sıfırlanır hem de deprem anında hissedilen titreşimler minimuma iner. Sismik izolatörler, kullanıldıkları yapılarda hem düşük genlikli-çok tekrarlı hareketler (örneğin taşıyıcı sitem elemanlarında dış ortam sıcaklığına bağlı oluşan düşük hızlı uzama-kısalma hareketi) hem de yüksek genlikli-düşük tekrarlı (orta-yüksek hızlı hareketler) sismik etkiler altında işlevselliğini kullanım ömrü boyunca korumalıdır. Bu hareketlere maruz kalan sürtünme yüzeyle sismik izolatörün (SYSİ) sürtünme katsayısı ve aşınma değerlerinin söz konusu yapının tasarım ömrü boyunca kabul edilebilir sınırlar içinde değişim göstermesi hedeflenir. Geçmiş sismik izolasyon uygulamalarında kullanılan SYSİ'in büyük bir çoğunluğu teflon (PTFE) ve çelik ikilisi arasındaki sürtünmeye dayanmaktadır. Öte yandan, malzeme bilimindeki hızlı ilerlemeye bağlı olarak teflon-çelik ikilisinin sunduğu performansı sağlayabilecek hatta daha da geliştirecek yeni sürtünme yüzeylelerinin geliştirilmesine yönelik çalışmalar hız kazanmıştır. Malzeme Mühendisliği ve İnşaat Mühendisliği alanında yapılacak ortak çalışmalar sonucunda milli imkânlarla üretilen, katma değeri yüksek ve üstün performans gösteren bir izolatör birimi geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu hedefin gerçekleştirilmesi durumunda, şu anda ülke olarak sismik izolatör kullanımında en üst sıralarda olduğumuz da dikkate alındığında, inşaat sektörünün kullanımına sunulacak üstün performanslı kompozit malzemelerin geliştirilmesiyle hem dış ticaret açığına neden olan ithalatın azaltılması hem de alana ilişkin "know-how" edinilmesi sağlanmış olacaktır.

GİRİŞ

Sismik izolasyon özellikle hastane gibi olası yıkıcı depremlerden sonra bile işlevselliğini yitirmemesi gereken ve kesintisiz kullanımı hedeflenen yapılar için neredeyse alternatifi olmayan bir depreme dayanıklı

yapı tasarımı yöntemidir. 2013 yılında Sağlık Bakanlığı'nın yayınladığı bir genelge uyarınca ülkemizde 1. ve 2. derece deprem bölgelerinde yapılacak 100 ve üzeri yatak kapasiteli hastanelerde sismik izolasyon uygulaması zorunlu hale getirilmiştir. Bu genelge ile birlikte inşaatları hızla artan şehir hastanelerinin neredeyse tamamında sismik izolatör birimleri kullanılmaktadır. İnşaatı tamamlanan ya da devam eden bu hastane binalarında yaygın olarak kullanılan izolatör birimlerinden birisi de SYSİ dir. Bu izolatör birimleri konkav bir yüzeyle üzerinde sarkaç tipi salınım hareketi yapan kayıcı ara elemanlardan meydana gelmektedir. SYSİ'nin temel çalışma prensibi temas eden iki yüzeyle arasındaki sürtünme esaslı enerji sönmlemeye dayanır. Mevcut durumda kullanılan bu izolatör birimlerindeki söz konusu sürtünme çelik ve PTFE bazlı iki yüzeyle arasında oluşmaktadır. Bahsedilen SYSİ birimleri Şekil 1. de temsili olarak sunulmaktadır. Buna göre, SYSİ birimlerinden beklenen performans hedefleri, düşey doğrultuda yüksek rijitlik, yatay doğrultuda yüksek deplasman kapasitesi, yüksek enerji sönmleme kapasitesi, düşük sürtünme katsayısı ve aşınma miktarıdır.



Şekil 1. SYSİ birimi [1]

Özellikle köprü ve viyadüklerde kullanılan SYSİ birimleri için zorlayıcı olan ve dış ortam sıcaklığındaki değişime bağlı küçük genlikli fakat çok tekrarlı hareketler sonucu izolatör birimlerindeki aşınma ve sürtünme özelliklerindeki olumsuz değişim iyileştirmeye açık bir alandır.

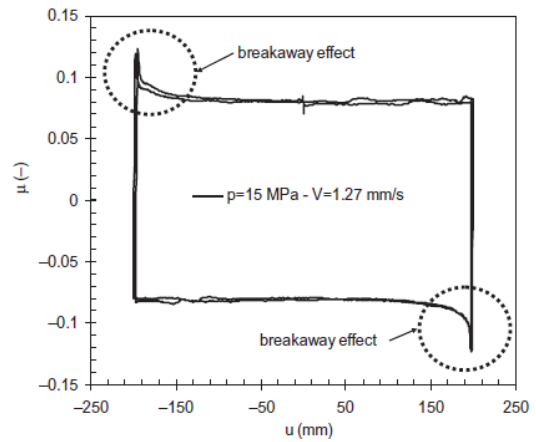
Literatürde SYSİ birimleri için sürtünme katsayısının değişiminin incelendiği ilk çalışmalardan biri Tyler

[2] tarafından 1977 de gerçekleştirilmiştir. Çalışmada PTFE-çelik sürtünme yüzeyinin özellikleri orta ve büyük şiddetteki deprem hareketlerini yansıtan yükleme hızı ve ivmeleri altında gerçekleştirilen deneylerle belirlenmiştir. Testlerde iki çelik plaka arasına yerleştirilen teflon plaka tersinir tekrarlanır yüklere maruz bırakılmıştır. Yataydaki bu hareketin plakaya etkileyen normal gerilmeye olan duyarlılığını belirleyebilmek adına düşeyde farklı seviyelerde basınç kuvveti uygulanmıştır. Buna göre Tyler [2] tarafından dikkate alınan normal gerilme değerleri 10MPa ile 30MPa arasında değişim göstermektedir. Yükleme hızının etkisini yansıtabilmek için de testler hem yavaş (0.2 Hz frekans) hem de hızlı (0.85 Hz frekans) olarak tekrarlanmıştır. Tyler [2] bu çalışması sonucunda şu çıkarımlarda bulunmuştur: teflon-çelik arasındaki sürtünme katsayısı yüklemenin hızı ile artış göstermiştir, normal gerilme seviyesi arttıkça sürtünme katsayısı azalmıştır.

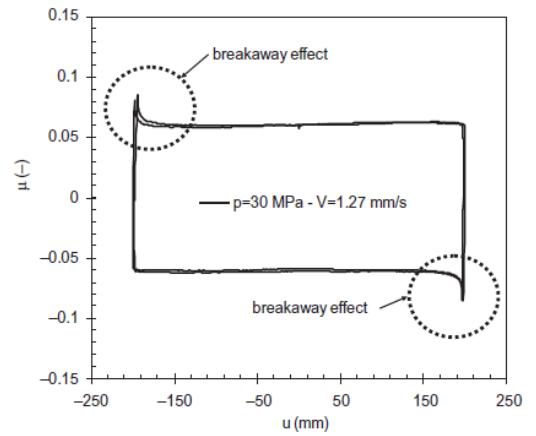
Constantinou vd. [3] tarafından yürütülen benzer bir çalışmada da PTFE-çelik arasındaki sürtünme özellikleri dinamik koşullar altında tespit edilmiştir. Bu amaçla yapılan deneylerde değişken olarak seçilen parametreler normal gerilme seviyesi ve yükleme hızıdır. Yazarlar bu araştırmada 1MPa ile 7MPa arasında değişen düşük normal gerilmeler altında çalışmışlardır. Öte yandan, diğer değişken olan yükleme hızının değişim gösterdiği aralık ise 150 mm/s – 800 mm/s arasındadır. Bu deneysel çalışma neticesinde Constantinou vd. [3] tarafından sıralanan sonuçlardan bazıları şu şekildedir: normal gerilme seviyesindeki artış sürtünme katsayısında düşüğe, yükleme hızındaki artış ise sürtünme katsayısında artışa neden olmaktadır. Bunlara ek olarak, Constantinou vd. [3] yürüttükleri çalışmada elde edilen sonuçların sismik izolasyon uygulamalarında gözlenmeyen derecede düşük normal gerilmeler altında yürütüldüğünü belirtmişlerdir.

Lomiento vd. [4] tarafından yürütülen çalışmada ise PTFE-çelik temas yüzeyinden oluşan gerçek boyutlarda bir SYSİ'e ait sürtünme katsayısının normal basınç, yükleme hızı ve döngü sayısına olan duyarlılığı deneysel olarak incelenmiştir. Çalışmada, sürtünme katsayısının normal gerilmeye olan duyarlılığını belirleyebilmek adına düşeyde farklı seviyelerde basınç kuvveti uygulanmıştır. Buna göre Lomiento vd. [4] tarafından dikkate alınan normal gerilme değerleri 15MPa (3263kN), 30MPa (6525kN) ve 60MPa (13050kN) olarak belirlenmiştir. Yükleme hızının etkisini yansıtabilmek için testler 1.27 mm/s ve 200 mm/s arasında değişen farklı büyüklüklerde hız seviyeleri için tekrarlanmıştır. Söz konusu deney protokolü maksimum deplasman seviyesi (200mm) altında bir ve iki adet çevrimsel yükleme olarak izolatör birimine uygulanmıştır. Yazarlar, çalışma sonucunda PTFE-çelik arasındaki sürtünme katsayısının

uygulanan yükleme hızı ile yaklaşık %25 oranında arttığını, normal gerilme seviyesi arttıkça sürtünme katsayısının (μ) 0.08 den 0.05 mertebelerine azaldığını belirtmiştir. Bununla birlikte izolatör biriminin maruz kaldığı döngü sayısının artması sonucu temas eden yüzeyler arasında ısı artışına bağlı olarak sürtünme katsayısında azaldığını vurgulamıştır. Yazarlar tarafından yürütülen deneysel çalışma sonucunda sürtünme katsayısında gözlenen değişim miktarı normal basıncın $p=15\text{MPa}-30\text{MPa}$, yatay yükleme hızının $V=1.27\text{mm/s}-100\text{mm/s}$ olduğu durumlar için Şekil 2 ve 3'te sunulmaktadır.

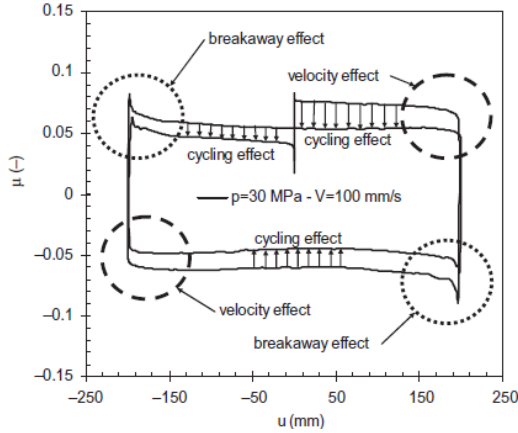


(a)



(b)

Şekil 2. PTFE-çelik arasındaki sürtünme katsayısının uygulanan aksel yüküne bağlı değişimi a) $P=15\text{ MPa}$ b) $P=30\text{ MPa}$ [4]



Şekil 3. PTFE-çelik arasındaki sürtünme katsayısının izolatöre uygulanan yatay hareket hızına bağlı değişimi [4]

Yukarıda bahsedilen literatür çalışmaları teflon (PTFE) bazlı kayıcı ara yüzeye sahip SYSİ birimlerinde sürtünme katsayısının değişen aksel yük, yatay hareket hızı ve hareketin döngü sayısına olan duyarlılığını incelemiştir. Elde edilen genel sonuçlar ise şu şekildedir: i) SYSİ davranışını etkileyen en önemli parametre statik-dinamik sürtünme katsayısıdır. ii) Statik ve dinamik sürtünme katsayısı, normal basınca, yükleme hızına, teflonun çelik ile temas eden yüzeyinde oluşan sıcaklığa ve hareketin döngü sayısına duyarlı bir davranış sergilemektedir. Yapılan çalışmalar normal basıncın artması ile sürtünme katsayısının azaldığını göstermektedir. Yükleme hızı ise sürtünme katsayısının artmasına, temas yüzeyindeki sıcaklığının artması ise sürtünme katsayısının azalmasına sebep olmaktadır.

SYSİ için literatürde var olan bir diğer çalışma alanı ise PTFE esaslı kayıcı ara yüzeye muadil olabilecek yeni kompozit malzemelerin geliştirilmesidir. Sürtünme katsayısı, ortalama %5 mertebelerinde olan PTFE için bu değer, yüksek deplasman taleplerini karşılayan SYSİ birimlerinde deplasman miktarını kontrol edebilecek sınırlar içerisinde tutabilecek şekilde daha yüksek sürtünme katsayısına sahip (örneğin; %8-10) ancak aşınmaya karşı dirençli ve aksel yük kapasitesi yüksek olan yeni kompozit malzemelerin üretilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu konu üzerinde Quaglini vd. [5] tarafından yapılan çalışmada farklı kompozit malzemeler için sürtünme katsayılarının farklı değişkenler altında nasıl değişim gösterdiğini sunmuştur. Bu amaçla yazarlar, öncelikle kendinden yağlamalı iki farklı polimer malzemenin (Polietilentereftalat-PET, Politetrafloroetilen-PTFE) küçük ölçekli (75mm) tribolojik testlerini farklı düşey yük, yatay hız ve ortam sıcaklıkları altında gerçekleştirerek malzemelerin hem statik hem de

dinamik sürtünme katsayılarını tayin etmişlerdir. Ardından her iki malzeme için de gerçek boyutlarda birer SYSİ prototip olarak üretilmiş ve deprem etkilerini yansıtabilecek deney protokolü altında dinamik testler gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda ise hem küçük hem de büyük ölçekli gerçekleştirilen deneyler sonucunda malzemelerin statik (μ_s) ve dinamik (μ_d) sürtünme katsayılarında gözlemlenen değişim incelenmiştir. Yazarlar tarafından elde edilen sonuçlar PEM ve PTFE bazlı malzemeler için sırasıyla Tablo 1. ve Tablo 2.'de sunulmuştur.

Tablo 1. PET esaslı malzemeler için gerçekleştirilen küçük ve büyük ölçekli deneyler sonucu sürtünme katsayılarının değişimi [5]

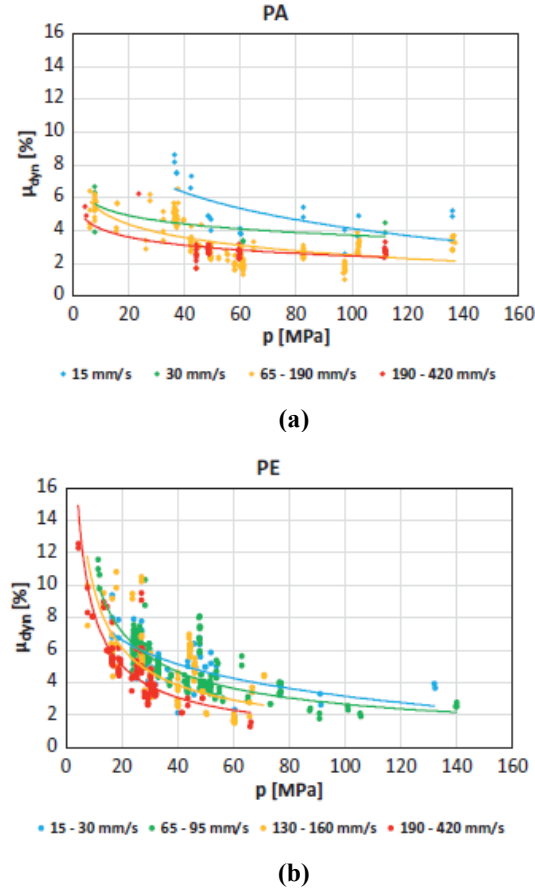
Condition	Characteristics	Small Scale	Large Scale
Low velocity (≤ 1 mm/s)	(μ_s)	0.084	=
	(μ_d)	0.066	0.055
	Breakaway vs. (μ_d)	1.27	1.26
High velocity (200 mm/s)	(μ_d)	0.060	0.065
	Variation of friction coefficient over repeated cycles	-17.8	-13.6
		-26.7	-26.7
		-31.7	-30.4

Tablo 2. PTFE esaslı malzemeler için gerçekleştirilen küçük ve büyük ölçekli deneyler sonucu sürtünme katsayılarının değişimi [5]

Condition	Characteristics	Small Scale	Large Scale
Low velocity (≤ 1 mm/s)	(μ_s)	0.061	=
	(μ_d)	0.051	0.042
	Breakaway vs. (μ_d)	1.2	1.5
High velocity (200 mm/s)	(μ_d)	0.124	0.108
	Variation of friction coefficient over repeated cycles	-0.7	-19.9
		-22.4	-28.6
		-35.4	-37.9

Barone vd. [6] ise izolator birimi sürtünme katsayısının ve sönüm oranının, yükleme hızına ve normal basınca bağlı değişimini poliamid (PA) ve polietilen (PE) esaslı iki farklı malzemeden üretilmiş gerçek boyutlardaki SYSİ birimleri için incelemiştir. Bu amaçla farklı boyutlara sahip 60 farklı izolator birimi dinamik yüklemeler altında test edilerek, kullanılan malzeme özelliğine göre izolator birimi statik sürtünme katsayısı (μ_s), dinamik sürtünme katsayısı (μ_{dyn}) ve sönüm oranının (ξ) dikkate alınan parametrelere duyarlılığı belirlenmiştir. Buna göre, PA esaslı izolator birimlerinde statik sürtünme katsayısı dinamik sürtünme katsayısının yaklaşık olarak 1.4-2 katına kadar değişim göstermektedir. PE esaslı malzemelerde ise bu oran %40 mertebelerine ulaşmaktadır. Bu sebeple, PA esaslı SYSİ birimlerinde tut-bırak (breakaway effect, bkz Şekil 3)

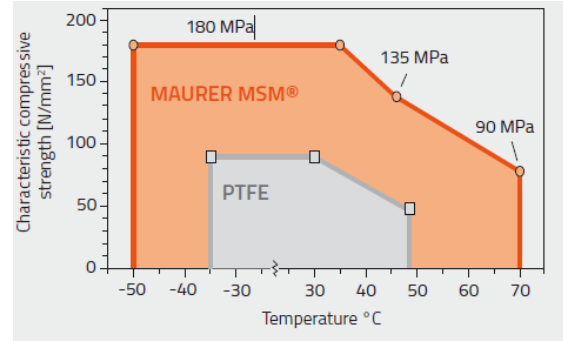
etkisi ihmal edilmeyecek kadar önemli bir düzeydir. Bu etki ise binalarda üst yapıya aktarılacak kuvvet miktarının artmasına sebep olmaktadır. Öte yandan, Şekil 4. de dinamik sürtünme katsayısındaki değişim her iki malzeme türü ve dikkate alınan parametreler için sunulmaktadır. Bu veriler ışığında, dinamik sürtünme katsayısının normal basınca bağlı değişiminin PA esaslı malzemeler için yaklaşık $\pm\%20$, PE esaslı malzemeler için $\pm\%40$ mertebelerine ulaştığı görülmektedir.



Şekil 4. Dinamik sürtünme katsayısının normal basınç ve yükleme hızına bağlı değişimi a) PA, b) PE [6]

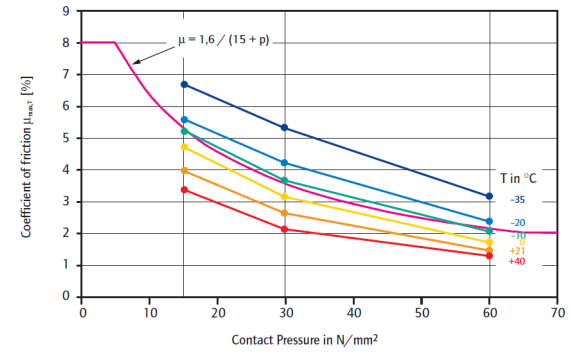
SYSİ birimlerinde kullanılacak farklı kompozit malzemelerin incelendiği çalışmalara bakıldığında kayıcı ara yüzeyde PTFE, PEM, PE, PA gibi çeşitli kompozit malzemeler kullanılabilir. Ancak, her bir malzemenin farklı çalışma koşullarında performans düzeyleri değişkenlik göstermektedir. Sismik izolatör üreticileri tarafından yürütülen AR-GE çalışmaları ile SYSİ birimleri için kullanılacak yeni kompozit malzemeler de üretilmektedir. Örneğin; Maurer Söhne firması tarafından SYSİ birimlerinde kullanılmak üzere PTFE'e alternatif olarak MSM isimli yeni bir kompozit malzeme geliştirilmiştir. MSM UHMWP malzemesine

çeşitli katkı maddeleri eklenerek oluşturulan ve performans düzeyi PTFE'e kıyasla oldukça yüksek bir malzemedir [7]. Şekil 5 de Maurer Söhne tarafından üretilen MSM malzemesinin basınç dayanımı PTFE ile kıyaslamalı olarak sunulmaktadır.



Şekil 5. MSM ve PTFE kompozit malzemelerinin basınç dayanımlarının karşılaştırılması [7]

Şekil 6'da ise MSM kompozit malzemesine ait sürtünme katsayısının malzemeye etkiyen eksenel basınca bağlı değişimi farklı dış ortam sıcaklıkları altında gösterilmektedir. Yapılan çalışmalar sonucunda MSM'nin düşük dış ortam sıcaklığında PTFE'ye göre eksenel dayanımının daha yüksek olduğu, sürtünme katsayısının ise daha düşük olduğu belirtilmektedir [8].



Şekil 6. MSM kompozit malzemesine ait sürtünme katsayısının eksenel yük ve dış ortam sıcaklığına bağlı değişimi [8]

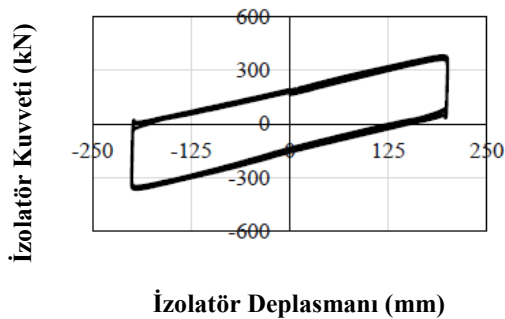
Yapılan literatür araştırmasından da anlaşılacağı gibi, sürtünme esaslı sismik izolatör birimlerinde kullanılan sürtünme ara yüzü genellikle teflon bazlı kompozit malzeme ve çelik ikilisine dayanmaktadır. Ancak, sürtünme ve aşınma özellikleri açısından daha üstün performans sergileyen sürtünme yüzeylerinin geliştirilebilmesi için yapılan çalışmalar her geçen gün artış göstermektedir. Küçük ölçekli kupon numuneler üzerinde yapılan malzeme deneyleri ardından büyük ölçekli prototip numuneler üzerinde

test edilmekte ve geliştirilen SYSİ birimlerinin ihtiyaç duyulan özellikleri sağladığı doğrulanmaktadır. Sismik izolatörlerin hem üretim hem de prototip deneylerini gerçekleştirebilen dünyada az sayıda laboratuvar bulunmaktadır. Bunlardan bir tanesi de Eskişehir Teknik Üniversitesi'nde faaliyetlerini sürdüren ESQUAKE Sismik İzolatör Test Laboratuvarı'dır. Üretilen izolatörlerin olası büyük bir deprem anındaki dinamik koşullar altında nasıl değişim gösterdiğini belirlemek için hazırlanan numuneler farklı yüklem koşulları (eksenel basınç, yatay hareket hızı, çevrim sayısı) altında test edilmekte ve izolatöre ait yatay rijitlik değeri, sürtünme katsayısı, enerji sönümlenme kapasitesi gibi mekanik özellikler belirlenmektedir. Şekil 7'de ESQUAKE Sismik İzolatör Test Laboratuvarı'nda bulunan test düzeneğinin görseli paylaşılmaktadır. Test cihazının yatay ve düşey doğrultulardaki yük kapasiteleri sırasıyla 200 ton ve 2000 ton'dur. Yatay doğrultudaki maksimum yüklem hızı ise 1000 mm/s'dir. Test cihazının gerçekleştirebildiği maksimum deplasman miktarı ise ± 600 mm dir.



Şekil 7. ESQUAKE Sismik İzolatör Test Laboratuvarı.

Şekil 8. de ise ESQUAKE'te gerçekleştirilen tipik bir SYSİ birimi için üretim testi sonucu elde edilen kuvvet-deplasman eğrisi temsili olarak gösterilmektedir.



Şekil 8. SYSİ birimleri için üretim testi sonucu elde edilen kuvvet-deplasman eğrisi.

SONUÇLAR

Deprem tehlikesi yüksek olan coğrafyalarda olduğu gibi ülkemizde de sismik izolasyon uygulaması hızla yaygınlaşmaktadır. İnşaatlarda kullanılan sürtünmeli sismik izolatörlerin enerji sönümlenme özelliklerini belirleyen kompozit malzemelerin temini izolatör üreticisi yerli dahi olsa yurt dışından yapılmaktadır. Bu çalışmada özetlenen özelliklerde kompozit malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi ülkemiz adına önemli bir bilgi birikiminin elde edilmesine yol açacaktır. Böylece hem dış ticaret açığı azaltılmış olacak hem de malzeme bilimi açısından önemli adımlar atılmış olacaktır. Bu amaçla inşaat mühendisleri ve malzeme bilimi alanında faaliyet gösteren ulusal firmalarımızın yapacağı işbirlikleri büyük önem taşımaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] <http://www.dkinfra.co.kr>
- [2] Tyler, A. G. 1977. "Dynamic tests on PTFE sliding layers under earthquake condition", Bulletin of the New Zealand National Society for Earthquake Engineering, 10, 129-138.
- [3] Constantinou, M. C., Caccese, J., Harris, H. G. 1987. "Frictional characteristics of Teflon-steel interfaces under dynamic conditions", Earthquake Engineering and Structural Dynamics, 15, 751-759.
- [4] Lomiento, G., Bonessio, N., Benzoni, G. 2013. "Friction model for sliding bearings under seismic excitation", Journal of Earthquake Engineering, 17(8), 1162-1191.
- [5] Quaglini, V., Dubini, P., Poggi, C. 2012. "Experimental assessment of sliding materials for seismic isolation systems", Bulletin of Earthquake Engineering, 10, 717-740.
- [6] Barone, S., Calvi, G. M., Pavese, A. 2019. "Experimental dynamic response of spherical friction-based isolation devices", Journal of Earthquake Engineering, 23(9), 1465-1484.
- [7] MAURER Structural Bearings State of the art of sustainable solutions
- [8] MAURER MSM, Sliding Bearings

Ergiyik Akışkanlığı Yüksek, Düşük Enjeksiyon Çevrim Süresine Sahip Poliamid Malzemelerin Geliştirilmesi

KAÇAROĞLU, Tuğçe*¹

<https://orcid.org/0000-0002-5472-3648>

¹EPSAN

tugce.k@epsan.com

AMAÇLAR

Çalışmanın amacı çevrim süresini ve çevrim basamaklarını inceleyerek şekil verilen ürünün akışkanlığının artırılarak kalıptan daha iyi çıkmasını sağlamaktır.

Enjeksiyon ısılarının ve kalıp ısılarının düşülerek ürün basımının denemesi ve bu sebeple yaşanan problemlere çözüm bularak daha yüksek ergiyik akışa sahip polimerler elde etmek hedeflenmektedir.

Yapılacak bu geliştirmeler ile enjeksiyon ile kalıplama işleminde daha kısa sürelerde üretim yapılarak üretim hacminin artırılması sağlanacak ve eksik dolum gibi enjeksiyon problemlerinin çözümü oluşturulacaktır.

GİRİŞ

Her geçen gün üretime olan ihtiyaç artmaktadır. Mevcut teknolojiyi kullanarak ve üretim hattı sayısını artırarak bu artan üretim ihtiyacını karşılamak mümkün olacaktır. Buna karşılık verimliliğin artırılarak yeni yatırımlara gerek olmadan sahip olunan ekipman ve üretim araçlarını kullanarak artan ihtiyaçları karşılayacak akılcı çözümler aranmaktadır.

Enjeksiyon kalıplama ile üretim yönteminde birim zamanda üretim miktarı çevrim süresi ile belirlenmektedir.

Çevrim süresi ve çevrim basamakları incelendiğinde bu sürecin büyük bölümünün ergiyik malzemenin soğutulması nihai şeklinin verilmesinin olduğu görülmektedir. Bu sebeple en uzun süre olan soğuma zamanının düşürülmesi ihtiyacı doğmaktadır.

Enjeksiyon ısılarının ve kalıp ısılarının düşürülmesi malzemenin ergiyik haldeki sıcaklığı ve kalıptan çıkarma sıcaklığı arasındaki farkı düşürmektedir. Bu da doğrudan soğutma zamanını kısaltmaktadır.

Düşük sıcaklıktaki enjeksiyon işlemi kalıbın eksik dolması gibi problemlere sebebiyet verebilmektedir. Bu problem karşısında ise ergiyik akışı daha yüksek olan malzemelere gereksinimi doğurmaktadır.

Poliamidler geniş kullanım alanına sahip polimerlerdir.

1935 yılında DuPont'da Wallace Carothers tarafından keşfinin ardından ilk olarak diş fırçalarının yapımı ile başlayan uygulama alanı ilk gerçek başarısını bayan çorapları yapımı ile gerçekleştirdi.

Ardından savaşta çadır, paraşüt, iplik yapımı ile uygulama alanları çeşitlenmeye devam etti¹.

Günümüzde tekstil ürünlerinin yanısıra otomotiv sektöründe de yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar. Çeşitli sektörlerde kullanılan malzemelerin değiştirilerek yerine plastiklerin kullanılmaya başlanması, polimerler kompozitlerine olan ilgiyi arttırmaya başlamaktadır. Otomotiv, havacılık ve daha birçok endüstri yüksek performansa sahip kompozitleri ürünlerinde kullanmayı talep etmektedir².

Poliamid 6 ve poliamid 6.6 polimerleri yüksek dayanımları, aşınmaya karşı dienc göstermeleri, kimyasallara karşı dayanıklı olmaları sebebiyle endüstriyel uygulamalarda katkılanılarak yeni özellik kazandırılıp ürün çeşitliliğinin artmasına olanak sağlamaktadır³.

Yüksek akışkanlık özelliğine sahip poliamid 6 ve poliamid 6.6 bileşikler akışkanlık artışı ile birlikte mekanik özelliklerini koruyabilmektedir.

Yüzey kalitesinin iyileşmesi, kısa enjeksiyon süreleri, düşük kalıp sıcaklığı ürünlerin proses edilebilirliğini kolaylaştırmaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada poliamid 6 ve poliamid 6.6 polimerleri kullanılmıştır.

Poliamid 6 polimerinin 30 ve 50 camelyafli kombinasyonları denenmiştir.

Poliamid 6.6 polimerine sadece 30 camelyafli katkısı eklenerek çalışmalar sürdürülmüştür.

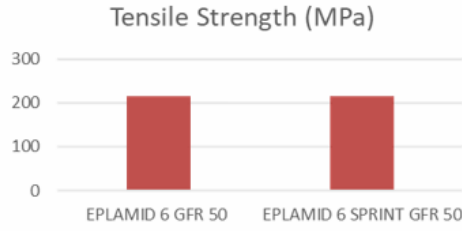
Yöntem

Poliamid 6 ve Poliamid 6.6 malzemeleri ekstrüzyon yöntemi ile farklı camelyaf oranlarında katkılanıldı.

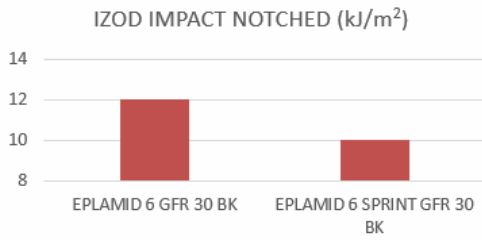
Akışkanlık farkını görmek için spiral flow baskıları enjeksiyon yöntemi ile alındı.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Poliamid 6 30 ve 50 cam elyaf katkılı malzemelerin mekanik özellikleri akışkanlığı artırılan ürün ile kıyaslandığında değerlerin değişmediği Şekil 1 ve Şekil 2 de görülmektedir.

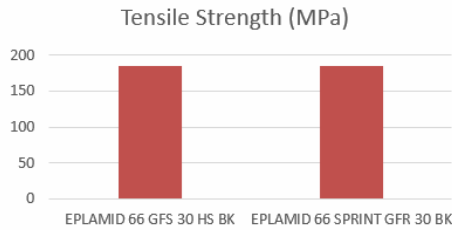


Şekil 1. PA6 GF50 ve akışkanlığı artırılmış PA6 GF50'nin çekme dayanımının karşılaştırması

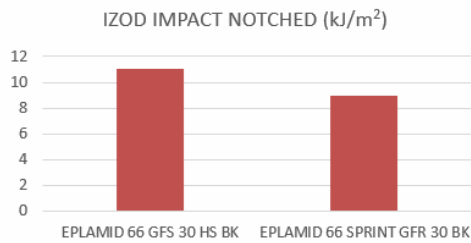


Şekil 2. PA6 GF30 ve akışkanlığı artırılmış PA6 GF30'un izod darbe dayanımının karşılaştırılması

Poliamid 6.6 30 cam elyaf katkılı malzemesinin de akışkanlığın artışı sonucu mekanik özelliklerinin değişmediği Şekil 3 ve Şekil 4'te görülmektedir.



Şekil 3. PA6.6 GF30 ve akışkanlığı artırılmış PA6.6 GF30'nin çekme dayanımının karşılaştırması



Şekil 4. PA6.6 GF30 ve akışkanlığı artırılmış PA6.6 GF30'un izod darbe dayanımının karşılaştırılması

GENEL SONUÇLAR

Yapılan denemeler sonucu enjeksiyon ve kalıplama işleminin daha kısa sürede yapılması, üretim hacminin artırılmasına ve eksik dolun gibi enjeksiyon problemlerinin çözümüne olanak sağladı. Geliştirilen akışkanlığı yüksek malzemeler standart malzemeler ile karşılaştırıldığında yoğunluk değerinde değişim gözlenmektedir. Çekme testi sonucunda en fazla 10% değişim ve darbe dayanımı testi sonucunda 20% düşüş hedefi yapılan çalışmalar sonucu karşılanmıştır.

Camelyaf katkılı poliamid malzemeleri ile kıyaslanan yeni geliştirilen malzemelerin spiral flow sonuçları poliamid 6 50 camelyafli malzemesinde 86% oranında akışkanlık artışı sağlandığını göstermektedir.

Poliamid 6.6 30 camelyafli malzemesinde ise 80% oranında akışkanlıkta iyileştirme sağlamıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Poliamid 6 ve poliamid 6.6 polimerlerinin katkı oranlarını çeşitlendirerek, mekanik özelliklerinin korunduğu ve ergiyik akışkanlığının arttırdığı yeni malzemeler elde etme çalışmalarımız devam etmektedir.

Akışkanlığın artması güzel bir yüzeye olanak verdiği için, çalışmaların renkli malzemeler ile de deneme çalışmaları yapılmaktadır.

KAYNAKLAR

¹Kıralp, S., Özkoç, G., Erdoğan, S., Çamurlu, P., Baydemir, T., Doğan, M. 2006. Plastikler. Ankara: ODTÜ Yayıncılık.

²"Polyamides: not just metal replacement". Plastix Word.

<https://www.plastix-world.com/polyamides-not-just-metal-replacement/>

³Troughton, M.J. 2009. Handbook of Plastics Joining, 251–281. UK: The Welding Institute, Cambridge.

Hava Tekstüre Yöntemi ile Üretilmiş Melanj İpliklerin Renk Varyasyonlarının Dijital Olarak Oluşturulması

ER, Necati*¹

¹ Polyteks Araştırma & Geliştirme Merkezi, Bursa
ner@polyteks.com.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada; iki farklı renkteki ipliğin hava tekstüre yöntemi ile tekstüre edilip katlandığında ortaya çıkardığı efektin renk transferi yöntemi ile görsel olarak tahminlenerek numune üretim maliyetinden tasarruf edilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Hava tekstüre (AJT) prosesi sentetik multi-filament ipliklerin özel olarak tasarlanmış süpersonik hava jetleri yardımı ile kendi içleri arasında karıştırılıp hacimlendirilmesini amaçlayan bir tutum kazandırma işlemidir.[1] Bu işlem farklı renkte ipliklere birlikte uygulandığında bir araya gelirken karışan iplik filamentleri melanj efektler ortaya çıkarmaktadır. [2]

Farklı renklerde ipliklerin hava tekstüre ile biraraya getirilmesinden ortaya çıkacak melanj ipliklerden bir kartela oluşturulmaya çalışıldığında sınırsız alternatif ortaya çıkmaktadır. Bu alternatifler içerisinden sadece seçilmiş olanlar bile müşteriye sunulmak üzere numune ölçeğinde üretildiğinde, işletmeler için zaman ve maliyet kaybı ortaya çıkarmaktadır.

Görüntü işleme algoritmaları; 2000'lerin bilgisayar teknolojilerinde yaşanan yazılımsal ve donanımsal gelişmelerin getirdiği önemli kazanımlardan biridir. Dijital görüntü işleme teknikleri ile görüntüler üzerindeki hasarların giderilmesi, görüntüye çeşitli filtreler uygulanması, montajlar ve düzenlemeler yapılması gibi manipülasyonların gerçekleştirilmesi mümkündür.[3]

Görüntülerin manipüle edilme şekillerinden biri de renk transferidir. Bu teknikte referans bir görüntüden alınan renk değerlerinin hedef bir görüntüye orjinallik hissini kaybetmeden transfer edilmesini hedeflemektedir. Renk transferi için geliştirilmiş çeşitli algoritmalar bulunmaktadır. [4] Bu algoritmalar genellikle çeşitli yazılım dilleri için kütüphanelere dönüştürülmekte yazılım geliştiricilerinin daha kolay ve hızlı kullanımı için imkan sağlanmaktadır. Bunun yanında tekil uygulamalar için paket programlar olarak da kullanıcılara sunulabilmektedir.[4], [5]

Deneysel çalışmalar için programlama dillerinin kullanımı, hem algoritmaların irdelenebilmesi hem de geliştirilebilirliğin mümkün kılınması açısından tercih

sebebi olmaktadır. Laboratuvar çalışmalarında programlama dilleri arasında ağırlıklı olarak MATLAB kullanılmakta ancak bu dilin sahip olduğu bir takım dezavantajlar sebebiyle görüntü işleme alanında kullanımı tercih edilmemektedir. Yerine, hem öğrenilmesinin kolay olması hem esnek kullanımları, hem de kütüphane uyumlulukları sebebi ile C++, C, Java, Visual Basic, Python gibi programlama dilleri tercih edilmektedir. [5]

Bu çalışmada da Python programlama dili tercih edilmiş, Python görüntü işleme kütüphanesi olan PIL ve açık kaynaklı görüntü işleme kütüphanesi olan OpenCV birlikte kullanılmıştır. [6], [7] Renk transferi kütüphanesi olarak Reinhard vd., 2001 yılında yaptıkları bir resmin renk karakteristiklerine ait istatistiksel verilerin hedef başka bir resme uygulanmasını sağlayan algoritmadan derlenmiş Python kütüphanesi kullanılmıştır.[8]

DENEYSEL

Malzeme

Kaynak görüntü olarak kullanılmak ve yazılım vasıtasıyla üretilmiş görüntüler ile kıyaslama yapmak üzere aşağıdaki özelliklerde iplikler kullanılmıştır.

Tablo 1. Melanj iplik bileşen özellikleri

Numune No	Renk (L*a*b)	dTex/FI
Num1-10	L:36,84/a:-38,25/b:2,92	167/48
Num2-18	L:28,80/a:0,56/b:-1,38	167/48
Num3-13	L:61,55/a:5,40/b:18,68	167/48
Num4-04	L:35,02/a:39,78/b:18,31	167/48

Tablo 2. Melanj iplik özellikleri

Numune No	Bileşen1	Bileşen2	dTex/FI
Melanj1	Num1	Num2	334/96
Melanj2	Num3	Num4	334/96



Şekil 1. Melanj ipliklere ait örme görüntüleri

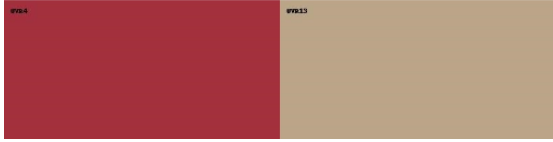
Yöntem

Melanj1 kodlu AJT melanj iplikten örülmüş kumaş görüntüleri kaynak olarak belirlenmiş, Tablo1 de Num3-13 ve Num4-04 olarak belirtilmiş olan Melanj2 kodlu numunenin renk değerleri hedef görsele transfer edilmiştir. Elde edilen görüntüler gerçek görüntüler ile görsel olarak kıyaslanmıştır.

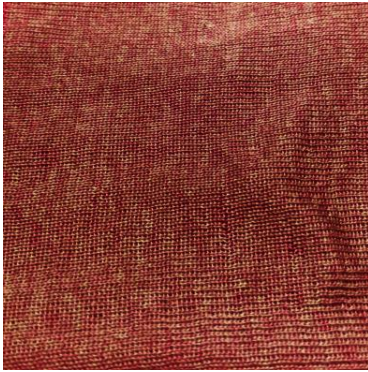
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA



Şekil 2. Melanj1 kodlu iplikten örülmüş kumaş (kaynak görüntü)



Şekil 3. Kaynak görüntüye transfer edilen hedef renkler. (hedef görüntü)



Şekil 4. Yazılım tarafından üretilmiş görüntü



Şekil 5. Melanj2 kodlu iplikten örülmüş kumaşın gerçek görüntüsü

Yazılım tarafından Melanj1 kodlu iplikten örülmüş kumaşlara belirlenen renkler transfer edildiğinde elde edilen görüntünün; Melanj2 kodu iplikten örülmüş kumaş görseli ile yüksek derecede benzerlik gösterdiği tespit edilmiştir.

GENEL SONUÇLAR

İplik üretimlerinde renk değerlendirmelerinin sahip olduğu önem özellikle kumaş üreticileri tarafında hassasiyet yaratmaktadır. Birden fazla renge sahip iplik biraraya getirilip melanj efekte sahip iplikler elde edildiğinde herbir bileşenin rengi ayrı öneme sahip olmaktadır. Nihai görüntünün belirlenmesi için numune üretimler gerçekleştirilmekte bu üretimler sonucunda zaman ve maliyet kaybı ortaya çıkmaktadır.

Dijital görüntülerin çeşitli tekniklerle manipüle edilemsi neticesinde, numune üretim sonucu ortaya çıkacak iplik ve kumaşların görüntülerinin elde edilmesi mümkün kılınmaktadır. Bu tekniklerin kullanılması zaman ve maliyet anlamında tasarruflar sağlarken tasarım yönünden yeni gelişmelerin önünün açılmasına imkan sağlamaktadır.

Çalışmada uygulanan algoritma ve tekniklerin kumaş üreticileri tarafından kabul görmesi ve envanterlerin dijital ortamlara taşınmasının bu tekniklerin daha etkili kullanılmasının önünü açacağı aşikardır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Hava tekstüre yöntemi ile elde edilen melanj ipliklere uygulanmış olan tekniğin, diğer yöntemlerle üretilen renkli ipliklere de uygulanması ve uygulanan tekniğin yapay zeka uygulamaları ile desteklenmesi hedeflenmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışmada Polyteks üretim tesislerinde üretilen iplikler kullanılmış, değerlendirme ve diğer çalışmalar Polyteks Arge Merkezinde yürütülmüştür.

KAYNAKLAR

- [1] M. Acar, S. Bilgin, H. K. Versteeg, N. Dani, and W. Oxenham, "The Mechanism of the Air-Jet Texturing: The Role of Wetting, Spin Finish and Friction in Forming and Fixing Loops," *Text. Res. J.*, vol. 76, no. 2, pp. 116–125, 2006.
- [2] G. L. D. Wickramasinghe, S. U. Dolawatte, I. U. Thebuwana, and W. W. S. S. Botheju, "Effect of air pressure on polyester/nylon air-intermingled yarn and melange fabric properties," *J. Text. Inst.*, vol. 0, no. 0, pp. 1–12, 2020.
- [3] J. Kuruvilla, D. Sukumaran, A. Sankar, and S. P. Joy, "A review on image processing and image segmentation," *Proc. 2016 Int. Conf. Data Min. Adv. Comput. SAPIENCE 2016*, pp. 198–203, 2016.
- [4] N. Pottammel, "Example Based Color Transfer with Corruptive Artifacts Suppression," *Int. J. Sci. Res.*, vol. 4, no. 5, pp. 2019–2024, 2015.
- [5] M. Carolina and P. Pelayo, "Engineering Using Python," *IEEE Rev. Iberoam. Technol. del aprendizajeaprendizaje*, vol. 11, no. 3, pp. 129–136, 2016.
- [6] "PIL Python Imaging Library," *Vikipedi*. 2013.
- [7] "OpenCV," *Vikipedi*. 2020.
- [8] E. Reinhard, M. Ashikhmin, B. Gooch, and P. Shirley, "Color transfer between images," *IEEE Comput. Graph. Appl.*, vol. 21, no. 5, pp. 34–41, 2001.

{ www.uludag.edu.tr/ulpas }

ISBN 978-605-9332-05-7