



FIBER &
POLYMER
RESEARCH INSTITUTE



İTÜ



19 - 20 Kasım 2021
November

Uşak Üniversitesi

HYBRID Symposium: On-site & On-line

ULUSLARARASI LİF VE POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU

9TH INTERNATIONAL FIBER AND POLYMER RESEARCH SYMPOSIUM

Tekstilde Sürdürülebilirlik ve Geri Dönüşüm | Sustainability and Recycling in Textiles

www.uludag.edu.tr/ulpas

BİLDİRİ KİTAPÇIĞI BOOK OF PROCEEDINGS

9. ULPAS'A Destek Veren Kuruluşlar



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.

Kasım 2021

Editörler

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y

Prof. Dr. Ali DEMİR

Dr. Gülçin BAYSAL

Merve Nur SAĞIRLI

Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu (11: 2021: Uşak/On-line ve on-site)

9. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu: 19 – 20 Kasım 2021 / editörler

Yusuf Ulcay, Ali Demir, Gülçin Baysal ... [ve başkaları]

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

Bilim Komitesi / Scientific Committee

- Prof. Dr. Ekrem SAVAŞ, Rector, Uşak University
Prof. Dr. Yusuf ULÇAY, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Ali DEMİR, Istanbul Technical University
Prof. Dr. Metin GÜMÜŞ, Vice Rector, Uşak University
Prof. Dr. İsmail Hakkı NAKİLCİOĞLU, Vice Rector, Uşak University
Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, Vice Rector, Bursa Technical University
Prof. Dr. Necla Yaman TURAN, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir Osmangazi University
Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, Bursa Technical University
Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Eskişehir Technical University
Prof. Dr. Ömer Berk BERKALP, Istanbul Technical University
Prof. Dr. Vural BÜTÜN, Eskişehir Osmangazi University
Prof. Dr. Melih Cemal KUŞHAN, Eskişehir Osmangazi University
Prof. Dr. Mehmet SOMER, Koc University
Prof. Dr. Levent ÖNAL, Tekirdağ Namık Kemal University
Prof. Dr. Cem GÜNEŞOĞLU, Gaziantep University
Prof. Dr. Mustafa ÖKSÜZ, Yalova University
Prof. Dr. Yıldray TURHAN, Pamukkale University
Prof. Dr. Ali ÖZSEVİNÇ, Tokat Gaziosmanpaşa University
Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA
Prof. Dr. Mohammad JAWAID, UPM, Malaysia
Prof. Dr. Osman BABAARSLAN, Çukurova University
Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER, Bursa Technical University
Prof. Dr. Mehmet KANIK, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Kenan CEVEN, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Esra KARACA, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Ramazan ERENLER, Tokat Gaziosmanpaşa University
Prof. Dr. Mevlüt TERCAN, Uşak University
Prof. Dr. Ahu Demiröz GÜN, Uşak University
Prof. Dr. Elif KORCAN, Uşak University
Prof. Dr. Arif Taner ÖZGÜNEY, Aegean University
Prof. Dr. Esen ÖZDOĞAN, Aegean University
Prof. Dr. Aslı DEMİR, Aegean University
Prof. Dr. Tülay GÜLÜMSER, Aegean University
Assoc. Prof. Dr. Ali KILIÇ, Istanbul Technical University
Assoc. Prof. Dr. Eren ÖNER, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Muhammet AKAYDIN, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Selahattin BOZKURT, Uşak University

Assoc. Prof. Dr. Yaser AÇIKBAŞ, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Erkan TÜRKER, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Ayşe Ebru TAYYAR, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Nazire Deniz YILMAZ, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Selim GÜRGEN, Eskişehir Osmangazi University
Assoc. Prof. Dr. Ayla EKER SARIBOYACI, Eskişehir Osmangazi University
Assoc. Prof. Dr. Ali AKPEK, Gebze Technical University
Assoc. Prof. Dr. Tarık ARAFAT, Bangladesh University of Engineering and Technology
Assist. Prof. Dr. Şule SELÇUK, Istanbul Technical University
Assist. Prof. İsmail TİYEK, Kahramanmaraş Sütçü İmam Univeristy
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
Assist. Prof. Dr. Onur UYSAL, Eskişehir Osmangazi University
Assist. Prof. Dr. Şahin COŞKUN, Eskişehir Osmangazi University
Assist. Prof. Dr. Bedri BAKSAN, Eskişehir Osmangazi University
Assist. Prof. Dr. Hamed GHORBANPOOR, Eskişehir Osmangazi University
Assist. Prof. Dr. Çiğdem TAŞDELEN-YÜCEDAĞ, Gebze Technical University
Assist. Prof. Dr. Yasin AKGÜL, Karabük University
Assist. Prof. Dr. Gamze TETİK, Uşak University
Assist. Prof. Dr. Gizem CELEP, Uşak University
Assist. Prof. Dr. Nefise Gönül ŞENGÖZ, Uşak University
Assist. Prof. Dr. Bahar TİBER, Uşak University
Assist. Prof. Dr. Mehmet Kayhan, Uşak University
Dr. Mohammad MANSOOB KHAN, Universiti Brunei Darussalam
Dr. Yasin ALTIN, Ordu University
Dr. İsmail BORAZAN, Bartın University
Assist. Prof. Dr. Fatma DEMIRCI, Bursa Technical University
Dr. Fatmanur PARIN, Bursa Technical University
Dr. Mehmet ÇALIŞIR, Rize Recep Tayyip Erdoğan University
Dr. Ayşe Şevkan MACİT, Uşak University
Dr. Gonca ALAN, Uşak University
Dr. Müyesser Selda TÖZÜM, Uşak University
Dr. Sena Demirbağ GENÇ, Uşak University
Dr. Gülçin BAYSAL, Uşak University
Pınar TAŞDELEN ENGIN, Polyteks-Bursa
Seda ÜNAL, Polyteks-Bursa
Dr. Merve Özkutlu DEMİREL, TAI/TUSAŞ
Dr. Yahya ÖZ, TAI/TUSAŞ

Organizasyon Komitesi / Organization Committee

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y, Bursa Uludag University
Prof. Dr. Ali DEMİR, Istanbul Technical University
Prof. Dr. Metin GÜMÜŞ, Vice Rector, Uşak University
Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU, Vice Rector, Bursa Technical University
Prof. Dr. Necla Yaman TURAN, Uşak University
Prof. Dr. Elif KORCAN, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Hüseyin AVCI, Eskişehir Osman Gazi University
Prof. Dr. Kenan YILDIRIM, Bursa Technical University
Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA
Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Eskişehir Technical University
Assoc. Prof. Dr. Ali KILIÇ, Istanbul Technical University
Assoc. Prof. Dr. Eren ÖNER, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Muhammet AKAYDIN, Uşak University
Assoc. Prof. Dr. Selahattin BOZKURT, Uşak University
Assist. Prof. Dr. Şule SELÇUK, Istanbul Technical University
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. Yasin ALTIN, Ordu University
Dr. İsmail BORAZAN, Bartın University
Assist. Prof. Dr. Yasin AKGÜL, Karabük University
Assist. Prof. Dr. Çiğdem TAŞDELEN-YÜCEDAĞ, Gebze Technical University
Assist. Prof. Dr. Mehmet Kayhan, Uşak University
Dr. Mehmet ÇALIŞIR, Rize Recep Tayyip Erdoğan University
Assist. Prof. Dr. Fatma DEMIRCI, Bursa Technical University
Dr. Fatmanur PARIN, Bursa Technical University
Dr. Ayşe Şevkan MACİT, Uşak University
Dr. Gonca ALAN, Uşak University
Dr. Müyesser Selda TÖZÜM, Uşak University
Dr. Sena Demirbağ GENÇ, Uşak University
Dr. Gülçin BAYSAL, Uşak University
Hanifi SÖKMEN, Uşak University
Rumeysa TURAL ÇELEN, Bursa Uludag University
Gizem MANASOĞLU, Bursa Uludag University
Nazlı ARMAN, Bursa Uludag University
Ahmet AYDIN, Bursa Technical University
Büşra ATEŞ, Bursa Technical University
Recep İLHAN, Bursa Technical University
Ayten Nur YÜKSEL, Bursa Technical University
Ali TOPTAŞ, Karabük University
Merve Nur SAĞIRLI, İTÜ TEMAG Lab.
Melike GÜNGÖR, İTÜ TEMAG Lab.
Ömer Faruk ÜNSAL, Bursa Technical University
Mehmet Aksoy, Uşak University

Welcome to the 9th ULPAS at Uşak

First of all, I would like to thank Prof. Dr. Ekrem SAVAŞ, The Rector of Uşak University, for his allocation of facilities of the university and contribution to officiate the meeting. I also would like to thank Prof. Dr. Hasan MANDAL, The President of The Scientific and Technological Research Council (TÜBİTAK) of Turkey to officiate the meeting by presenting a paper titled *“Requirements for R&D centers in Turkey to take place in international projects”*.

We, as Fiber and Polymer Research Institute, are delighted and honored to organize the 9th International Fiber and Polymer Research on Fibrous and Polymer Materials and to welcome all of you for coming to Uşak and Turkey.

I wish to extend a warm welcome to fellow academicians from the various countries and cities in Turkey. I realize that you are fully dedicated yourselves to the sessions that will follow up, but I do hope you will also take time to enjoy being in the city of Uşak.

I noticed that studies will be presented are principally devoted to enhance the development and use of the fibrous materials in different end-use fields besides their usage in pure textiles and clothing. These bi-annual meetings enable to build a productive dialogue between members, academicians and industry people from different cities and countries. I believe that this meeting also provides a precious opportunity for networking and fruitful contacts between universities and companies in different countries.

We are pleased that as much as about guest delegates are in attendance - being from different countries namely Algeria, Greece, India, Kashmir, Poland and Syria

The sector is aware of the trend in international markets towards increasing demand for healthier and more environmentally-friendly / sustainable products and tries to adapt itself to these developments by legal and technical regulations. Nevertheless, it is hard to keep its competitive position in the world market full of emerging players. Thus, manufacturers have shifted their operations to value-added products and creation of brand names.

The fiber and polymer sectors are aware that they have to produce high value-added products in order to overcome cost factors. Also, international markets increasingly demand for healthier and more environmentally friendly products. Therefore, the sectors must adapt themselves to these developments by legal and technical regulations. However, it is obvious that it is very difficult to keep these sectors in competitive position in the world market full of emerging players without a strategic plan and essential R&D.

In fact, R&D can be declared as the engine of growth in a country. One of the main objects of the Fiber and Polymer Research Symposiums of the center is to be internationally recognized as a preeminent, small but comprehensive research center dedicated to inspiring its members and preparing them to excel intellectually.

Primary mission of the symposium is to prepare the participants and researchers in the field of fiber and polymer to contribute continuously positively to their organizations and communities. IF&PRC (ULPAS) aims to provide challenging symposium programs and based on project studies in a caring environment in order to prepare well-educated, independent researchers ready for lives of continuous growth. IF&PRC (ULPAS) also aims to establish collaboration and coordination among her members.

Today's academic studies are multidisciplinary and the world that changes rapidly calls for a close partnership between countries. Globalization presents many challenges to our region and as such we should cooperate with the aim of achieving mutual benefits. I hope the symposium will highlight possible avenues for cooperation between academicians from different universities and research centers and also come up with beneficial, cutting-edge resolutions, which can positively impact the textile industries of related countries.

To sum up, I wish to express my gratitude to all attendees for their full cooperation and contribution to International Fiber and Polymer Symposium. I take this opportunity to thank the organizing committee for organizing this conference and for providing the necessary funding. I would also like to express my gratitude to the Fiber and Polymer Research Institute for their diligence.

Prof. Dr. Yusuf ULCA Y

The Head of the International Fiber and Polymer research Institute

On behalf of the 9th ULPAS Organizing Committee

Uşak'ta 9. ULPAS'a Hoşgeldiniz

Öncelikle Uşak Üniversitesi Rektörü Dr. Ekrem SAVAŞ'a üniversitenin imkânlarını tahsis ettiği ve toplantının gerçekleşmesine katkılarından dolayı teşekkür ederim. Yarın oturumları başlatacak olan Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu Başkanı Prof. Dr. Hasan MANDAL'a da “*Türkiye'deki Ar-Ge merkezlerinin uluslararası projelerde yer alması için gerekenler*” başlıklı sunacağı bildiri için de, samimi teşekkür ederim.

Lif ve Polimer Araştırma Enstitüsü olarak bugün 9. Uluslararası Elyaf ve Polimer Malzemeler üzerine Lif ve Polimer Araştırmasını sempozyumuna katılımızdan dolayı hoş geldiniz demekten mutluluk ve onur duyuyoruz.

Türkiye'nin çeşitli şehirlerinden ve farklı ülkelerden katılan akademisyen arkadaşlarıma da hoş geldiniz demek istiyorum.

9. ULPAS oturumlarında sunulacak çalışmaların, esas olarak lif ve polimer malzemelerin tekstil ve giyim yanı sıra farklı son kullanım alanlarında geliştirilmesini ve kullanımını geliştirmeye yönelik olduğunu hepimiz fark ediyoruz. Yılda iki kez yapılan bu toplantılar, farklı şehir ve ülkelerden gelen üyeler, akademisyenler ve endüstri insanları arasında verimli bir diyalog kurulmasını sağlamaktadır. Bu toplantıların aynı zamanda farklı ülkelerdeki üniversiteler ve şirketler arasında ağ oluşturma ve verimli temaslar için değerli bir fırsat sunduğuna inanıyorum.

Cezayir, Hindistan, Keşmir, Polonya, Suriye ve Yunanistan gibi farklı ülkelerden gelen konuk delegelerin katılımından da memnunuz.

Sektör, uluslararası pazarlarda daha sağlıklı ve daha çevreci ürünlere yönelik artan talebin farkında olup, yasal ve teknik düzenlemelerle bu gelişmelere uyum sağlamaya çalışmaktadır. Bununla birlikte, yükselen sektör üreticileri ile dolu dünya pazarındaki rekabetçi konumunu korumak oldukça zordur. Bundan dolayı üreticiler, faaliyetlerini katma değerli ürünlere ve marka oluşturmaya kaydırdılar.

Lif ve polimer sektörleri, maliyet faktörlerini aşmak için katma değeri yüksek ürünler üretmeleri gerektiğinin bilincindedir. Ayrıca, uluslararası pazarlar giderek daha sağlıklı ve daha çevre dostu ürünler talep etmektedir. Bu nedenle sektörlerin yasal ve teknik düzenlemelerle bu gelişmelere uyum sağlamaları gerekmektedir. Ancak, stratejik bir plan ve temel bir AR-GE olmaksızın, gelişmekte olan oyuncularla dolu dünya pazarında bu sektörleri rekabetçi konumda tutmanın çok zor olduğu da açıktır.

Aslında AR-GE, bir ülkede büyümenin motoru olarak ilan edilebilir. Lif ve Polimer Araştırma Sempozyumlarının ana hedeflerinden biri, üyelerine ilham vermeye ve onları entelektüel olarak üstün olmaya hazırlamaya adanmış, önde gelen, küçük ama kapsamlı bir araştırma merkezi olarak uluslararası alanda tanınmaktır.

Sempozyumun ana misyonu, lif ve polimer alanındaki çalışan ve araştırmacıları kuruluşlarına ve topluluklarına sürekli olumlu katkıda bulunmaya hazırlamaktır. Uluslararası Elyaf ve Polimer Sempozyumu ULPAS (IF&PRC), sürekli büyüme şartlarına hazır, iyi eğitilmiş, bağımsız araştırmacıları hazırlamak için özenli bir ortamda proje çalışmalarına dayalı ve nitelikli sempozyum programları sağlamayı amaçlamaktadır. Ayrıca, Lif ve Polimer Araştırma Enstitüsü üyeleri arasında işbirliği ve koordinasyon kurmayı da amaçlamaktadır.

Günümüzün akademik çalışmaları, çok disiplinli ve hızla değişen dünya şartlarında, ülkeler arasında yakın bir ortaklık gerektiriyor. Küreselleşme ülkelerimize birçok zorluk getiriyor ve bu nedenle karşılıklı yararlar elde etmek amacıyla işbirliği yapmalıyız. Sempozyumun, farklı üniversitelerden ve araştırma merkezlerinden akademisyenler arasında olası işbirliği yollarını vurgulayacağını ve ilgili

ülkelerin lif ve polimer endüstrilerini olumlu yönde etkileyebilecek faydalı, son teknoloji kararlara varacağını umuyorum.

Özetlersek, Uluslararası Elyaf ve Polimer Sempozyumu'na (ULPAS) tam iş birliđi ve katkılarından dolayı tüm katılımcılara teşekkür etmek istiyorum. Bu vesileyle, bu konferansı organize ettiđi ve gerekli finansmanı sağladığı için düzenleme komitesine ve Sempozyum ortamını bizlere tahsis eden Uşak Üniversitesi Rektörü Prof. Dr. Ekrem ŞAVAŞ hocamıza ve ekibine teşekkür ediyorum. Ayrıca Fiber ve Polimer Araştırma Enstitüsü'ne gösterdikleri özen için teşekkür etmek istiyorum.

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

9. ULPAS Organizasyon Komitesi Adına

Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Enstitüsü Başkanı

İÇİNDEKİLER

Symposium Schedule | Sempozyum Programı

19 – 20 November | Kasım 2021, Uşak University..... 1

Smart Textiles: From the Research Lab to the Market

VASSILIADIS, Savvas, MATSOUKA, Dimitra, KALLIVRETAKI Argyro 3

Chapter 1

Recycling | Geri Dönüşüm 4

Natural Fibers: future materials for a sustainable world

Raul Fanguero 5

Çoklu Eklemeli İmalat Yöntemiyle Geri Dönüştürülebilir PLA/PETG Tabakalı Malzeme Üretimi

DEMİR, Emre, DUYGUN, İnal Kaan, BEDELOĞLU, Ayşe 6

Mechanical Properties of Stone Mastic Asphalt Containing Textile Waste

ONER, Julide..... 7

Rejenere Selüloz Esaslı İpliklerden Örülen Çorapların Isıl ve Nem Kazanım Özelliklerinin Çoklu Regrasyon Analizi Yöntemiyle Tahminlenmesi

AKAYDIN, Muhammet, GÜL, Rukkiye 8

A Study on Air Permeability of Recycled Layer Including Nonwovens

ALAN, Gonca,TERCAN, Mevlüt 20

Poliamid Boyamada Proses Optimizasyonu

ELİBÜYÜK ARAS, Sultan, ÇÖREKCİOĞLU, Mustafa, GELGEÇ, Esra, TASAN KOPTUR, Perinur, DEMİR, Özlem, YILDIRIM, F. Filiz 24

Chapter 2

Sustainability | Sürdürülebilirlik 28

Wool Dyeing by Using Sappan Wood as a Natural Colorant via Metal Chelation

BUKHARI MOHD Nadeem, SHABBIR Mohd, RATHER JAMEEL Luqman, MOHAMMAD Faqeer, DEMİR Ali 29

Investigation on modification of hemp fibers with different chemical treatments

KAYA, Seher, ASLAN, Mustafa Yasin, ONER, Eren 30

Basic Blue 41 (BB41)'in Tekstil Atık Sularından Manyetik Modifikasyon Yöntemleri ile Hazırlanmış Doğal Klinoptilolit ile Arıtımı

BAŞKAN, Gülşah, LEVENT, Menderes, AÇIKEL, Ünsal 33

Preparation Of New Generation Waterborne Polyurethane Dispersions with Non-Isocyanate Route <i>DALGAKIRAN, Dilek</i>	38
Propolis Katkılı Antibakteriyel Nişasta Film Üretimi <i>YAVUZ, Betül, AYDIN, Gülsüm, KALEMTAŞ, Ayşe</i>	41
Beden Boyama Makinelerinde Sürdürülebilir Batık Boyama Prosesi <i>MESTANLI, Sena, EMİROĞLU, Filiz</i>	48
Ceviz Kabuğu Esaslı Polilaktik Asit (PLA) Kompozit Filamentlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu <i>ÇAKIR YİĞİT, Neşe, KARAGÖZ, İdris</i>	51
Kapok Lifiyle Geliştirilen Kumaşların Performans ve Akustik Özelliklerinin İncelenmesi <i>BAKKAL İLDENİZ, Aysu, YAVUZKASAP AYAKTA, Duygu</i>	59
Suda Çözünen Kitosan Türevlerinden Hidrojel Sentezi ve Karakterizasyonu <i>KILIÇ GÜNGÖR, Ece, KOÇOĞLU, Songül, ÇELEBİ, Mithat, CEYLAN, Özgür</i>	64
Kabuklar Çevreyi Kirletmek Yerine Neden Bir Tekstil Lifi Olmasının Bilinci Oluşturarak Çevreci ve Yenilikçi Bir Yaklaşımla Çekirdek Kabuğundan Tekstil Lifi Eldesi <i>OKYAY Neslihan, IŞIK Fatih</i>	70
Pamuklu Tekstil Atıklarının İplik Üretiminde Optimizasyon Çalışması <i>TANDOĞAN Gökhan, GÜNDOĞAN Uğur, KAYNAR Hayrullah, ÖZDEMİR Süheyl</i>	72
Investigation of Rheological and Mechanical Properties of Polypropylene During Recycling Processes <i>AYTEN, Ali İmran</i>	77
Pullwinding yöntemiyle savunma sanayii için kamuflaj ağ desteği teleskopik cam fiber kompozit direk geliştirilmesi <i>KAYHAN, Emine</i>	78
Farklı Uygulamalarla Havlu Bordüründeki Çekmenin Minimize Edilmesi <i>DEMİR, Özlem, YILDIRIM, F. Filiz, ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa, ARAS ELİBÜYÜK, Sultan, KOPTUR TASAN, Perinur, OKYAY, Neslihan</i>	85
Chapter 3 <i>Functional Textiles İşlevsel Tekstiller</i>	88
Synthesis of N-Vinylcaprolactam-Based Thermo-Responsive Poly(N-(2-Aminoethyl)-6-(Vinyl Amino)Hexanamide) Polymer for Textile Applications <i>DEMİRBAĞ GENÇ, Sena, ALKAN, Cemil</i>	89

Thermal Comfort Performance of Knitted Fabrics Treated with Hydro-functional Polymer Finish	
<i>KÖROĞLU YATIKÇI, Tuğçe, ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe</i>	90
Preparation of the color-changing nanofibrous mat which contains natural functional dye for detecting acid-base vapor	
<i>PAKOLPAKÇIL, Ayben</i>	91
Kötü Koku Absorblayıcı Antiviral Kumaş Geliştirme	
<i>DURUKAN, Erkam, GÖMEÇ, Ramazan, TUNA, Hasan, SAĞIR, Hasan</i>	93
Çevre Dostu Güç Tutuşur Su Bazlı Poliüretanların Sentezi ve Tekstil Yüzeylerinde Kaplama Malzemesi Olarak Kullanılabilirliklerinin İncelenmesi	
<i>BAYSAL, Gülçin</i>	97
Su İtici, Güç Tutuşur Antibakteriyel Özellikli Hastane Tekstillerinin Geliştirilmesi	
<i>TUNALI Fulya, KUTLAY Kadriye, BAŞARAN Sakıp, DEĞİRMENCİ Nejla</i>	105
Chapter 4	
<i>Advanced Technologies İleri Teknolojiler</i>	110
Out-of-plane auxetic nonwoven as a designer material	
<i>Amit RAWAL, Sumit SHARMA, Danvendra SINGH, Nitesh Kumar JANGIR, Harshvardhan SARASWAT, Dániel SEBŐK, Akos KUKOVECZ, Dietmar HIETEL, Martin DAUNER, Levent ONAL</i>	111
Improvement of Filtration Properties of PVDF Nanofibers Produced by Electro-assisted Solution Blowing	
<i>AHMETOĞLU, Ubey, TOPTAŞ, Ali, ALAM, Mohammed, KILIÇ, Ali</i>	112
Auxetic Performance Analysis of Fabrics Woven with Braid Yarn	
<i>AKGUN, Mine, SÜVARİ, Fatih, EREN, Recep, YURDAKUL, Tuğba</i>	113
Atomik Katman Biriktirme (ALD) Yöntemi ile Oluşturulan Al:ZnO İnce Filmlerin Elektronik ve Fotokatalitik Özelliklerinin İncelenmesi	
<i>ÖZNAR, Asife Büşra, ÖZKAN, Sena, AKYILDIZ, Halil İbrahim</i>	114
Surface potential a key parameter for electrospun polymer fibers scaffolds in tissue engineering	
<i>Urszula STACHEWICZ</i>	118
Thermal Characterization of Some Drug Loaded Hydroxyapatite Nanocomposites	
<i>ÇANKAYA, Nevin</i>	119
Sustainability for Textile Industry	
<i>Manuela Avadanei</i>	123

Microencapsulation of 1-tetradecanol into Gelatin/Gum Arabic Shell Structure by Complex Coacervation Method <i>TÖZÜM, M. Selda</i>	124
TPU/PP Harmanlarının Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi ve TPU türevlerine göre yapısal uyumluluğun incelenmesi <i>KORUCUOĞLU Yeliz, ÇINAR Ahmet Hakan, KAŞGÖZ Alper</i>	128
MXenes: Ultimate Electromagnetic Signature Management Materials <i>MUTLAY İbrahim, ULCAY Yusuf</i>	132
Süper Hidrofilik Fonksiyonel Dokuma Esaslı Sargı Bezi Üretimi <i>Ahmet KORKMAZ, Aykut ÇAM, Dilek ŞARAPNAL</i>	135
Grafen ve Bor Nitrür Takviyeli Hibrit Nanokompozitlerin Termal ve Elektriksel İletkenliklerin İyileştirilmesi <i>ÖZTÜRKMEN, Mahide Betül, DİLSİZ, Nursel, ÖZ, Yahya</i>	139
Chapter 5 <i>Composites Kompozitler</i>	144
Karbon Elyaf Kumaş Kompozit Şekillendirmede 3B Baskılanmış PLA Çekirdeğin Kullanılması <i>KAYA, Onur, GÜMÜŞ, Ömer Yunus, KÜÇÜK, İsrail, ASLAN, Serdar</i>	145
Experimental and finite elements analysis of three bending point of a novel bio-based sandwich composite beams <i>ABDERRAZEK Merzoug, BACHIR Bouhamida , ZOUAOUI Sereir</i>	146
Grafen/ZnO/Fe₃O₄ Katkılı Epoksi Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu <i>YAMAN, Özge , ÜNSAL, Ömer Faruk , BEDELOĞLU, Ayşe</i>	147
Tekstil Takviyeli Beton Yapıların Tasarımında Karbon Esaslı Filament İpliklerin Farklı Formlarda Kullanımı <i>KURBAN, Mutlu, BABAARSLAN, Osman, ÇAĞATAY, İsmail Hakkı</i>	152
İnsansız Hava Araçlarında Kullanılabilecek Sandviç Kompozitlerin Geliştirilmesi <i>CARAN, Rabia, YÜKSEL YILMAZ, Ayten Nur, ERCAN, Necati, YUNUS, Doruk Erdem, BEDELOĞLU, Ayşe</i>	153
Sentetik Atık Takviyeli Oksitlenmiş Poliolefin Kompozitlerin Sentez Karakterizasyon ve Özelliklerinin İncelenmesi <i>DEMİRCAN, Erhan, AKAT, Hakan, GÜLGEÇ, Betül</i>	154

Mechanical Characterization of Hemp Fiber Reinforced Thermoplastic Polymer Fiber Biocomposites

BAYSAL, Ataberk, YAYLA, Paşa, TURKMEN, Halit Süleyman 157

Çözeltiyeye Daldırma Yöntemiyle Üretilen Karbon-Epoksi Prepreglerde Baskı Silindir Kuvvetinin Kompozit Mukavemetine Etkisi

ERCAN Mehmet E., KUBİLAY F. Zeynep, GÖKÇE Emine C., SEYHAN Aybeniz, POLAT Yusuf 161

Alüminyum Ramat Katkılı Polioksümetilen Kompozitlerin Sünme Özelliklerinin İncelenmesi

YURTBAŞI, Zühal, KURT, Gökçe, KAŞGÖZ, Alper 164

Cellulose Nano fibrils Effects on Thermal Stability and Dynamic Mechanical Properties of Epoxy Nanocomposites

NEGAWO, Tolera A., KILIC, Ali, CANDAN, Zeki 166

Chapter 6

Technical Textiles | Teknik Tekstiller 173

Yara Örtüsü Uygulamalarında Kullanılmak Üzere Kitosan/Jelatin Hidrojellerin Biyoyumluluğunun İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi

KAZANCI GÖĞÜŞ, Dilruba Öznur, TÜZÜM DEMİR, Ayşe Pınar 174

In the Expense of Hydrolyzed Reassurance Paints Review of The Performance of Washes Used

Zeynep Nihan KIR, Nalan BENLİ 182

Biyobozunur Gübrelenebilir Özelliğe Sahip Evcil Hayvan Atık Torbası

KAYA Zerrin, AKSEL EREN Hüseyin, KIROĞLU Birnur, KARAYEL Hülya 187

Farklı Çekim Oranlarına Sahip Elastan-Poliamid İpliklerin Kumaş Özelliklerine Etkisi

Esra GELGEÇ, Mustafa ÇÖREKÇİOĞLU, F.Filiz YILDIRIM, Şaban YUMRU, Sultan ELİBÜYÜK, Özlem DEMİR, Perinur KOPTUR..... 190

Chapter 7

Textile Technologies | Tekstil Teknolojileri 194

Süblime Baskı Yönteminin Deri Üzerine Uygulanabilirliği Üzerine Bir Araştırma

EROL, Sengul, PAMUK, Beyhan, SUNERLİ TOPAN, Esra, YALÇIN Fatih 195

Farklı Yaşlandırma Şartlarının PLA/PET Kumaşların Delinme Performansına Etkisi

KILINÇ, Kerim, PİŞKİN, Keziban Kotanak, TÜFEKÇİ, Hakan, OKAR, Halil İbrahim 200

A Sustainable Approach to The Thermophysiological Analysis of Baby Diapers via Non-Destructive Testing

SİVRİ, Çağlar 201

Poliester Filament İplik ve Kumaşların Su İticilik Özelliğinin Geliştirilmesi

GARİP, Beysim, YÜKSEL YILMAZ, Ayten Nur, ÜNAL, Seda, BEDELOĞLU, Ayşe 205

Polibütlen Süksinat Polimerinden Multifilament İplik Üretimi ve Fiziksel Karakterizasyonu

KILINÇ, Kerim, KARACA, Esra 206

İplik Tüylülüğünün Belirlenmesi için bir Görüntü Analizi Yaklaşımı ve Zweigle Tüylülüğü ile Karşılaştırılması

TELLİ, Abdurrahman 207

Çift Kath Ramöz Makinesinde Yünlü Dokuma Kumaşların Kurutma Proseslerinde Enerji Tüketimlerinin Harman Bazlı Değerlendirilmesi

ERDEM, Eray, YAVUZKASAP AYAKTA, Duygu 211

A Study on Bending Rigidity of Sewn Knitted Fabrics with Polyurethane Coating

ŞEVKAN MACİT, Ayşe, TİBER, Bahar 217



9. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu
19-20 Kasım 2021, Uşak Üniversitesi
9. International Fiber and Polymer Research Symposium
19-20 November 2021, Uşak University-Turkey



19 Kasım 2021 Cuma / 19 November 2021 Friday

ÇAY / Kahve Simit KAHVE / Tea, Coffee & Simit REGISTRATION

Açılış Töreni ve DAVETİLİ KONUŞMA / Opening Ceremony & KEYNOTE SPEECH

09.00 - 10.00
10.00 - 12.00
SALON HALL
Uşak Üniversitesi Recep Tayyip Erdoğan Kongre ve Kültür Merkezi BÜYÜK SALON / Uşak University Recep Tayyip Erdoğan Congress and Culture Center LARGE HALL

Prof. Dr. Ali Demir

ON-LINE BİSİM / ON-LINE PARTICIPATION: <https://usd.usk.edu.tr/2021/11/19-20-kasim-2021-uzak-universitesi-9-uluslararasi-lif-ve-polimer-arastirmalari-sempozyumu>
CANLI YANIT / LIVE BROADCAS: <https://www.facebook.com/uzakuniv>

Dr. Yasin Altın (On-site), Dr. Mehmet Çiğler (On-line), Emrah Akbuluk (Innovato)

10.00 - 12.00

Prof. Dr. Yusuf Ulay, Lif ve Polimer Araştırmaları Enstitüsü adına Hoşgeldiniz
Prof. Dr. Ekrem Saray, Uşak Üniversitesi Rektörü, Uşak Üniversitesi Hoşgeldiniz
KEYNOTE SPEECH: Prof. Dr. Savvas Vasiliadis, "Smart Textiles: From the Research Lab to the Market"

ÖĞLE ARASI / LUNCH BREAK

12.00 - 14.00

OTURUM 1 / SESSION 1

14.00 - 16.00

OTURUM 2 / SESSION 2

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 3 / SESSION 3

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 4 / SESSION 4

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 5 / SESSION 5

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 6 / SESSION 6

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 7 / SESSION 7

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 8 / SESSION 8

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 9 / SESSION 9

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 10 / SESSION 10

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 11 / SESSION 11

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 12 / SESSION 12

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 13 / SESSION 13

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 14 / SESSION 14

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 15 / SESSION 15

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 16 / SESSION 16

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 17 / SESSION 17

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 18 / SESSION 18

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 19 / SESSION 19

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 20 / SESSION 20

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 21 / SESSION 21

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 22 / SESSION 22

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 23 / SESSION 23

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 24 / SESSION 24

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 25 / SESSION 25

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 26 / SESSION 26

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 27 / SESSION 27

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 28 / SESSION 28

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 29 / SESSION 29

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 30 / SESSION 30

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 31 / SESSION 31

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 32 / SESSION 32

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 33 / SESSION 33

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 34 / SESSION 34

OTURUM BAŞKANI
SESSION CHAIRMAN

OTURUM 35 / SESSION 35

Smart Textiles: From the Research Lab to the Market

VASSILIADIS, Savvas¹, MATSOUKA, Dimitra¹, KALLIVRETAKI Argyro¹

¹University of West Attica, Athens, Greece

svas@uniwa.gr

ABSTRACT

Smart textiles are characterized by an advanced functionality and specifically by two major properties: their ability to receive information from the environment and to react according to the information received. The main difference between the typical functional textiles that already exist since long time (breathable, antibacterial etc.) and smart textiles is exactly the reaction to stimuli.

Smart textiles enabled a very intensive change on the culture of the textile science and technology. It has ignited a multidisciplinary character in the textile research and development actions. More and more the textile researchers work together with scientists of other disciplines. Over the time the results became impressive. A lot of achievements appeared in the form of innovative ideas and prototypes.

Many market researchers and analysts have foreseen an exponential increase of the market of the smart textiles. The forecasts are promising and practically encourage the investors to start development and industrialization activities in the field. The market analyses conclude in a very high CAGR (Compound Annual Growth Rate), an index used by the investment consultants to indicate areas worth to be selected and also by funds to prove the corrects investment decisions taken. These expectations remain positive more than five years, without any indication of an important change.

Although the expectations of the increase of the smart textiles market are very intense, there is not a respective indication of a trend of the development, production and commercialization of smart textile products. Individual attempts have been made but they are still far from the size and growth rate compared to the forecasted figures. The current paper investigates the reasons of the observed deviation between the market forecasts and the real market development.

The outcomes of the analysis of the phenomenon under consideration indicate the actions to be taken for the acceleration of the procedures necessary to bring faster the results of the research to the market.

CHAPTER 1

GERİ DÖNÜŞÜM | RECYCLING

Natural Fibers: future materials for a sustainable world

Raul Figueiro

University of Minho
Center for Textile Science and Technology
Fibrenamics – Institute of Innovation in Fiber-based Materials and Composites
Portugal

Natural fibers are a renewable resource, par excellence, having been renewed by nature and by humans for millennia. Recently, they have drawn tremendous attention of both scientific community and industrial sectors due to their abundance and low cost, good specific mechanical properties and environmental benefits. Tremendous growth in the use of non-renewable and non-biodegradable synthetic materials and associated emission of green-house gases is presently a big concern for the environment and future generations. In this context, the use of natural fibers, extracted from plants which absorb carbon dioxide and benefit the environment, seem to be highly attractive. In addition, processing of natural fibers generates wastes, which are mostly organic and can be used to generate electricity or green building, and at the end of its life cycle, they are 100% biodegradable.

Due to the increasing environmental concern and depletion of non-renewable resources, natural fibers are greatly enlarging its range of applications in different industrial sectors including automobiles, sports, architecture, design and many others. Consequently, extensive technological and scientific research and developments are being undertaken by various institutes around the world, turning these amazing materials into eco-friendly value-added products and stepping towards a greener world.

This paper shows the work being done at University of Minho on the functionalization of natural fibers and composites using nanotechnology to achieve multiscale and multifunctional sustainable solutions.

Çoklu Eklemeli İmalat Yöntemiyle Geri Dönüştürülebilir PLA/PETG Tabakalı Malzeme Üretimi

DEMİR, Emre¹, DUYGUN, İnal Kaan¹, BEDELOĞLU, Ayşe**¹
¹Bursa Teknik Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü
emre.demir5934@gmail.com, inal.duygun@btu.edu.tr, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Son yıllarda eklemeli imalat (Eİ) yöntemleri hızla gelişerek ve yaygınlaşarak birçok sektörde yer edinmiştir. Uzay, havacılık, biyomedikal, otomotiv, inşaat ve tıp gibi alanlarda hızla yer edinen ve son zamanların en yaygın kullanılan teknolojilerinden birisi üç boyutlu yazıcı teknolojisidir. Üç boyutlu yazıcılar, farklı üretim yöntemleri ve geniş malzeme olanaklarıyla seramik ve metal malzemelerin yanı sıra termoplastik polimer malzemelerin de yaygın bir şekilde kullanılmasını sağlayarak birçok bilimsel araştırmanın gerçekleştirilmesini mümkün kılmaktadır. Son zamanlarda sektördeki ihtiyaçlara karşı çözüm olan ve kullanımını daha verimli şekilde sağlamak için üç boyutlu yazıcılar üzerinde araştırmalar yapılmış ve yapılmaya devam edilmektedir. Bu çalışmada, çoklu eklemeli imalat yöntemiyle geri dönüştürülebilir PLA/PETG tabakalı yapılar, eirişk biriktirme ile modelleme yöntemi kullanılarak üretilmiş ve mekanik özelliklerinin incelenmesi gerçekleştirilmiştir.

Mechanical Properties of Stone Mastic Asphalt Containing Textile Waste

ONER, Julide¹

¹ Usak University, Faculty of Engineering, Department of Civil Engineering, Turkey
julide.oner@usak.edu.tr

SUMMARY

Nowadays, recycling is a quite simple and easily applicable method. Recycling of waste materials results in saving virgin bitumen, virgin aggregate, energy and money in the asphalt industry. On the other side, the utilization of recycling helps to overcome the problem of disposal of waste materials. Stone mastic asphalt is bituminous hot mixtures with the gap-graded structure and high binder content that causes bitumen drains down from aggregates. The high cost of traditional fibers (mineral, cellulose) are used to prevent drain down. In this study, textile waste was used in stone mastic asphalt instead of traditional cellulose fiber. Following the determination of the bitumen content, the aggregate gradation of, Marshall Stability tests, Schellenberg bitumen drainage test and Indirect Tensile Strength tests were conducted to evaluate the mechanical properties of the stone mastic asphalt mixtures containing textile waste. The results indicated that it is possible to produce stone mastic asphalt mixes with textile waste that exhibits similar mechanical properties mixes including cellulose fiber. Moreover, it was found that samples prepared with textile waste exhibits advantage in terms of cost compared to samples prepared with cellulose fiber.

Rejenere Selüloz Esaslı İpliklerden Örülen Çorapların Isıl ve Nem Kazanım Özelliklerinin Çoklu Regrasyon Analizi Yöntemiyle Tahminlenmesi

AKAYDIN, Muhammet¹, GÜL, Rukkiye²

¹Uşak Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Uşak

²Menderes Tekstil A.Ş., Denizli

akaydin09@gmail.com

ÖZET

Günümüzde müşteri memnuniyeti sürekli ön plana çıkmakta ve buna paralel olarak da alıcılar taleplerinde daha bilinçli davranmakta ve daha nitelikli ürünler aramaktadırlar. Bu da giyenlerin çoraplardan beklentilerini sürekli arttırmaktadır. Bu nedenle çoraplar; moda ve ihtiyaçlara uygun olarak müşteri memnuniyetini karşılayacak şekilde tasarlanmalı, üretim sonrası özelliklerini kaybetmeden kullanım performansları yüksek olmalı ve özellikle sağlık açısından kullanılan lif özellikleri insan sağlığını olumsuz yönde etkilememelidir.

Bu çalışmada; selüloz esaslı tekstil lifleri kullanılarak örülmüş çoraplar yardımıyla konfor özelliklerine elyaf cinsinin katkısı, yeni elyaf cinslerinin kumaş konfor özelliklerine katkısı ne kadar başarılı olduğu ve kumaşın fiziksel performanslarını ne şekilde etkilediği araştırılmıştır. Bu doğrultuda, çorapların konfor performanslarını belirleyip karşılaştırmak için çoraplarda konforu belirleyen parametreler olan su buharı geçirgenliği, ısı transferi, hava geçirgenliği, sıvı transferi, nem yönetimi gibi özellikler belirlenmeye çalışılmıştır. Ayrıca SPSS 25.0 for Microsoft programı kullanılarak, bulguların regrasyon analizi ile istatistiksel değerlendirmeleri yapılmıştır.

AMAÇLAR

Bu çalışmada; pamuk ve viskon gibi geleneksel elyaflar ile Bambu, Modal®, Promodal®, Mikromodal®, Keten-modal, lyocell® gibi yeni rejenere elyaf cinsleri kullanılarak örülmüş çoraplar yardımıyla konfor özelliklerine elyaf cinsinin katkısı, yeni elyaf cinslerinin kumaş konfor özelliklerine katkıda ne kadar başarılı olduğunun araştırılması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Çoraplarda kalite pek çok faktöre bağlı olarak değişebilmektedir. Bunlar; kullanılan ipliğin cinsi ve özellikleri, örme şartları ve makine özellikleri, boyama yöntemi ve kullanılan boyarmaddeler, form verme işlemleri olarak özetlenebilir. Bununla birlikte çoraplardan kullanım sırasında beklenen temel özellikler; aşınmaya karşı dayanıklılık,

esneklik, yıkama sonrası ölçülerinin değişmemesi, termofizyolojik özellikler ve fizyolojik konfordur. Fizyolojik konfor ile; çoraplardan optimum ısı, nem ve hava geçişinin sağlanması beklenmektedir. Termofizyolojik özellikler ile de; cilt üzerindeki kumaş rahatlığının algılanması, sıcaklık, soğukluk, ıslaklık ve hissedilebilirlik duygularını olumlu yönde hissettiren duygular anlaşılmaktadır [1].

Slater [12], Konforu insanla çevresi arasındaki fiziksel, fizyolojik ve psikolojik memnuniyetin bir karışımı olarak tanımlamaktadır. Sontag [14], benzer bir ifadeyle konforun iyi hissetme ile alakalı bir durum olduğunu ve bir insanla çevresi arasındaki denge hali olduğunu belirtmiştir. Wang [16] ise, İnsan-Giysi-Çevre sistemi şeklinde tanımladığı bu denge halinin çeşitli etkenler sonucu bozulabileceğini belirtmiştir. Smith [13], giysinin giyildiğinde hissedilmemesi ve herhangi bir acı vermemesi durumunu konfor olarak tanımlamış ve konforsuzluğu “ufak rahatsızlık verme” ile “aşırı acı” arasında skaladandırmıştır. Shivers [11], konforu psikolojik ve fizyolojik olarak sınıflandırmıştır. Fizyolojik konfor vücut ısısının üretimiyle kaybı arasındaki ısı dengeyi sağlamakla, psikolojik konfor ise çeşitli durumlarda giysinin rahatlık hissi vermesiyle ilgilidir. Barker [3], konforun sadece giysilerin ve kumaşların fiziksel özellikleriyle alakalı olmayıp aynı zamanda insanın fizyolojik ve psikolojik haliyle de alakalı bir durum olduğunu belirtmiştir.

Avcı [2], pamuk, modal, viloft, viskon, bambu, seacell ve soya ipliklerinden örülen çorapların fiziksel ve konfor özelliklerini tespit etmek için çalışmalar yapmıştır. Su buharı geçirgenliği testinin sonucuna göre, viskon en düşük değeri verirken, bambu-pamuk ve seacell yüksek değeri vermiştir. Isıl direnç değerlerine göre ısı direnci en düşük olan modal iken en yüksek soyanın olduğunu, hava geçirgenliği değerlerine göre en yüksek olan pamuk iken en düşük seacell ve soya olduğunu belirtmiştir.

Cimilli [4], modal, mikromodal, bambu, soya, kitosan gibi yeni liflerden üç farklı sıklıkta üretilen numuneleri incelemiştir. En çok aşınan numunenin mikromodal olduğunu, hava geçirgenliği değerleri incelendiğinde en düşük hava geçirgenliğinin pamukta, en yüksek değerlerin modal numunelere ait

olduğunu belirlemiştir. Ayrıca modal numunelerin nem geri kazanım değeri en yüksektir. Isı iletimi ve ısı yayımı katsayısı açısından pamuk numunesi en yüksek değeri vermiştir.

Selin [10], örme kumaşların hava geçirgenlik değerlerinin kumaş ağırlığı arttıkça azaldığını ve ribana kumaşların hava geçirgenliğinin süprem kumaşların geçirgenliğinden daha yüksek olduğunu belirlemiştir. Ayrıca Ne 30/1 ribana kumaşların nem geçirgenlik özelliklerinin artan ağırlıkla orantılı olarak azaldığını, süprem kumaşların ağırlığı arttıkça ıslanma ve emme oranlarının arttığını tespit etmiştir.

Yamini [17], iplik lineer yoğunluğunun polyester-pamuk kaplı örgü yapıların nem yönetimi ve fitilleme özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. İç ve dış katmanlarda kullanılan ipliklerin lineer yoğunluğunun yanı sıra iki katman için ipliğin lineer yoğunluk farkının içten dışa sıvı transferini, sıvının dış katmanda yayılmasını etkilediğini belirlemiştir.

Suganthi [15], dış katman olarak tencel iplikten ve iç katman olarak akrilik/mikro fiber polyester iplikten örülen farklı iki katlı örme yapıların konfor özelliklerini araştırmıştır.

Krithika [8], pamuk, polyester/pamuk karışımı, mikro denye polyester ve naylon gibi dört farklı hammaddeden dokunan dokuma kumaşın nem yönetim davranışı incelemiştir. Test sonuçlarına göre, mikro denye polyester kumaşlar ve pamuklu kumaşlar, polyester/pamuk karışımı ve naylondan daha iyi fitilleme, ıslatma ve su emme özellikleri gösterdiğini belirlemiştir.

Kumar [9] geri dönüştürülmüş polyester, ham pamuk ve karışımlarından yapılan çorapların nem yönetimi özellikleri incelenmiş ve karşılaştırmıştır. Araştırma sonucunda geri dönüştürülmüş polyester kumaşlardan üretilen çorapların OMMC değerleri (Genel Nem Yönetim Kapasitesi) ham pamuklu kumaşlara göre daha yüksek değerler vermiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Yapılan deneysel çalışmalarda, rejenere selüloz esaslı bambu, modal, promodal, mikromodal, keten-modal, lycell, viskon ve pamuk elyafından ring iplik üretim sistemiyle üretilen ipliklerden örülen 8 grup çorap numunesi kullanılmıştır. Bunlardan pamuk kontrol grubu olarak kullanılmıştır. Yapılan deneylerde çorapların konfor ve fiziksel özelliklerine elyaf cinsinin etkileri incelendiğinden diğer iplik ve kumaş parametrelerinin sabit tutulması sağlanmaya çalışılmıştır. Bunun için çorapların hepsi aynı makinede, aynı iplik besleme ve iplik gerilim ayarlarında örülmüştür. Makine olarak; E18 fine, 3 inç çapında, elektronik tek plakalı, Lonatti marka çorap örme makinesi kullanılmıştır. Çoraplarda vanize örgü kullanılmış olup grupların tümünde arka iplik olarak 70 denye Naylon + 20 denye Lycra® elastan' dan oluşan gipe iplik ile çalışılmıştır. Örülen çoraplar, burun dikişleri yapıldıktan sonra, hepsi aynı boyama makinesinde aynı reçete kullanılarak reaktif boya prosesinden geçirilip, son olarak da ütüleme (form verme) işlemiyle mamul hale getirilmiştir. Hazırlanan tüm çorap numuneleri deneylere başlanmadan önce 22 °C, %65 RH standart şartlarında bir gün süreyle kondisyonlamaya tabi tutulmuştur.

Yöntem

Mamul hale getirilen çoraplarda su buharı geçirgenliği, ısı transferi, transfer ıslanma, kılcal ıslanma, nem kazanımı, kuruma hızı ve hava geçirgenliği ile ilgili testler uygulanmış, elde edilen veriler SPSS 25.0 for Microsoft programı kullanılarak regrasyon analizi yöntemiyle tahminlenmeye çalışılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Çoraplarda Kullanılan İpliklerin Uster Değerleri

Örme numune çoraplarda kullanılan farklı hammaddelerdeki selülozik ipliklerinin Uster değerleri Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Farklı hammaddelere dayalı selülozik ipliklerin Uster değerleri

Numuneler	İplik Numarası (Ne)	Büküm Kats. (am)	Mukavemet RKM	Kopma Uzaması (%)	Uster Değeri (U%)	CV %	İnce Yerler (-%50)	Kalın Yerler (+%50)	Neps (+%200)	Tüylülük (H%)
Bambu	30.0	3.8	18.93	16.12	9.67	12.21	1	13	46	5.56
Promodal	29.5	3.7	24.94	9.49	8.56	10.81	0	8	31	5.73
Modal	30.3	3.8	27.54	10.99	8.84	11.18	0	9	31	5.74
Micromodal	29.9	3.7	28.75	10.91	7.97	10.06	0	6	16	5.23
Viskon	30.3	3.9	20.57	14.15	9.62	12.12	1	9	23	5.22
Lyocell	29.8	3.7	23.80	7.12	9.76	12.42	0	37	89	7.29
Modal/keten	29.7	3.6	23.59	9.88	11.88	15.45	3	361	758	5.88

Çorap Numunelerinin Ölçülen Fiziksel Değerleri

İlmek yoğunluğu, hava geçirgenliği, su buharı geçirgenliği ve kumaş kalınlığı değerleri farklı hammaddeden elde edilen çoraplardan 10'ar adet numune üzerinde ölçümler yapıldıktan sonra ortalama değerleri belirlenmiştir.

Numune çoraplarının hava geçirgenliği testi, TS 391 EN ISO 9237 standart özelliklerine uygun olarak, TS

391 TR ISO 9237'ye göre Textest FX3000 test cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

BS 3424 Permetest Su Buharı İletkenlik Test Cihazı, su buharı geçirgenlik değerlerini değerlendirmek için kullanılmıştır.

Kumaşların kalınlığı, Alambeta cihazı kullanılarak ISO 11092 standardına göre ölçülmüştür.

Tablo 2. Numune Çorapların Fiziksel Özellikleri

Numuneler	İlmek Yoğunluğu (cm ² /ilmek)	Hava Geçirgenliği (1/m/s)	Bağıl Su Buharı Geçirgenliği (%)	Kalınlık (m)
Pamuk	163,21	368	39,7	0,001676
Bambu	170,6	490	37,5	0,001641
Modal	163,21	550	41,8	0,001588
Promodal	162,36	520	39	0,001583
Micromodal	151,8	500	37,3	0,001477
Modal /Keten	168,78	540	37,4	0,001561
Lyocell	174,05	450	40,2	0,001537
Viskon	160,11	480	38,1	0,001814

Çorap Numunelerinin Isıl Özelliklerin belirlenmesi

İnsan vücudunun kendi sıcaklığını sabit tutma ihtiyacından dolayı giysilerin sağlayacağı ısı yalıtımı vücudun ısıl konforunu etkiler. Metabolizma hızı sebebiyle insan vücudu sürekli ısıl enerji üretir. Vücut sıcaklığının sabit tutulabilmesi için üretilen bu enerji iletim, taşınım ve ısınım mekanizmaları ile vücuttan dışarıya atılmak zorundadır. Vücuttan dışarıya atılan ısı enerjisi miktarı giysi özelliklerine ve dış ortam şartlarına göre değişir. Soğuk havalarda dış ortama geçen ısının vücutta üretilen ısıl enerjiden fazla olmaması için giyilir. Bu durumda giysinin ısı yalıtım özelliği önem kazanır. Sıcak havalarda ise vücuttan dış ortama ısı geçişi zorlaşır. Sıcak havalarda ise ısı geçişini engellemek için daha ince ve ısıl geçirgenliği yüksek giysiler tercih edilir. Vücut, dış ortama atılması gereken ısıyı normal yollarla (iletim, taşınım ve ısınım) atamıyorsa terleme meydana gelir. Terleme ile meydana gelen kütle difüzyonu ile birlikte buharlaşma sıcak havalarda vücuttan dış ortama doğru ısı geçişini artırır. Hem soğuk hem de sıcak havalarda giysilerin ısı yalıtımı ve geçirgenlik gibi özellikleri önem kazanır [5].

Kumaşların ısıl özellikleri ISO 11092 standardına uygun olarak Alambeta cihazında ölçülmüştür. Her bir kumaş için 3 ölçüm yapılmış ve ortalaması alınmıştır. Ölçüm sonucunda ısıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve kalınlık değerleri belirlenmiştir. Bu değerler aşağıdaki tabloda verilmiştir.

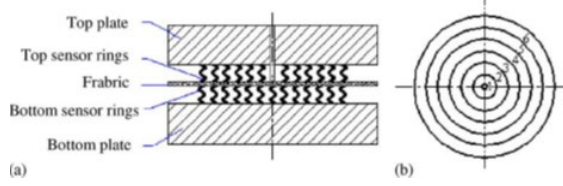
Tablo 3. Numune çorapların Termal ölçüm değerleri

Numuneler	Termal İletkenlik (W/mK)	Termal Direnç (m ² K/W)	Termal Absorbsiyon (Ws ^{1/2} /m ² K)
Pamuk	0.070	0.024	147.1
Bambu	0.066	0.025	155.3
Modal	0.071	0.022	169.1
Promodal	0.066	0.024	164.1
Micromodal	0.064	0.023	173.6
Modal /Keten	0.067	0.024	173.7
Lyocell	0.066	0.023	173.8
Viskon	0.074	0.025	173.9

Numune Çorapların Nem Yönetimi Ölçümleri

Çorap numuneleri nem yönetimi test ve ölçümlerine AATCC'nin 195-2009 numaralı "Tekstil Kumaşlarının Sıvı Nem Yönetimi Özellikleri" test metoduna uygun olarak hazırlanmıştır. Nem yönetimi ve dolaylı yoldan konforunu tespit etmeye yönelik test ve ölçümler, SDL ATLAS firmasının ürettiği M290 model MMT'de (nem yönetimi cihazı) yapılmıştır.

MMT cihazında kumaşların üç boyutta dinamik nem iletim özellikleri ölçülebilmektedir. Tekstil malzemelerinin elektrik dirençleri (1M Ω) çok yüksektir. Isladıklarında ya da bir miktar nemlendiklerinde direnç yüzlerce K Ω değerine düşmektedir. Islanma ile oluşan direnç farklılığını ölçme yolu ile tekstil malzemesinin iki yüzeyinin de nem içeriğindeki değişim miktarı ölçülebilmektedir [6]. MMT cihazında ölçüm sensorlarının çalışma prensibi direnç farklılığını ölçmeye dayalıdır.



Şekil 1. MMT sensörlerinin şekli a) Sensör yapısı, b) Ölçüm halkaları

MMT, örme ve dokuma kumaşların dinamik sıvı nem yönetimi özelliklerinin üç boyutlu olarak testini gerçekleştiren bir cihazdır. Cihaz, kumaşın aralarına yerleştirilerek temas ettiği ve test edildiği eş merkezli daire profilli nem sensörleri içermektedir. Test solüsyonunun metot ve standartlarda tanımlı miktarı, 2 dakikalık test süresinin ilk 20 saniyelik periyodunda cihaz tarafından kumaşın üst yüzeyine bırakılır. MMT, kumaşta üç yöne doğru transfer edilen test solüsyonunun bu çoklu doğrultuda kumaş tarafından aktarılma davranışlarını algılar ve ölçer. Cihaz, kendi yazılımı olan MMT System 3.06 versiyonu tarafından kontrol edilmekte, test numunesinin sıvı nem yönetimi performansını karakterize etmek için tanımlanmış bir dizi endeks, bu yazılım tarafından hesaplanmakta ve kaydedilmektedir [7].

MMT şu 6 parametrenin test ile ölçümünü yapmakta ve MMT Sistemi hesaplamaktadır.

- ✓ Islanma süresi (s) (Kumaş üstü ve altı için ayrı ayrı),
- ✓ Absorbsiyon derecesi (%/s) (Kumaş üstü ve altı için ayrı ayrı),
- ✓ Maksimum ıslanan yarıçap (mm) (Kumaş üstü ve altı için ayrı ayrı),
- ✓ Sıvının yayılma hızı (mm/s) (Kumaş üstü ve altı için ayrı ayrı),
- ✓ Birikmiş sıvının kumaştan tek yönlü geçiş endeksi (%),
- ✓ Kumaşın toplam nem yönetimi kapasitesi,

Ayrıca MMT System, test ve ölçüm sonuç değerlerini kendi bünyesinde 5 üzerinden puanlandırabilmekte ve kumaş çeşitlerini kendi terminolojisine göre sınıflandırarak yorumlayabilmektedir. Mamul çorap numunelerin ıslanma süresine ve absorpsiyon derecesine ait değerler aşağıdaki Tablo 4’de verilmiştir.

Tablo 4. Numune çoraplara ait ıslanma süreleri ve absorpsiyon dereceleri

Raw Materials of Socks	Moisture Recovery Properties (Hydrophilicity)									
	Wetting time (s)		The degree of absorption (%)		Maximum wetted radius (r)		Liquid diffusion velocity (mm/s)		Unidirectional Transition Index of	Overall Moisture Management Index
	Top Part Wetting Time (sec)	Bottom Part Wetting Time (sec)	Top Part Absorption Value	Bottom Part Absorption Value	Top Part Max Wetting Radius (mm)	Bottom Part Max Wetting Radius (mm)	Top part of the fabric	Bottom part of the fabric		
Cotton	17.828	35.284	91.372	66.788	5.000	5.000	-0.278	0.090	-46.266	0.187
Bamboo	18.917	81.245	35.539	7.160	5.000	3.333	-0.263	0.033	-406.720	0.005
Modal	19.288	119.933	89.739	0.000	5.000	0.000	-0.257	0.000	-414.884	0.000
Promodal	19.097	119.933	99.364	0.000	5.000	0.000	-0.260	0.000	-418.842	0.000
Micromodal	10.690	10.709	76.416	66.563	13.333	11.667	-1.257	1.405	221.974	0.493
Modal Linen	18.934	106.678	58.590	55.303	5.000	3.000	-0.262	0.033	-468.490	0.053
Lycell	19.320	86.160	77.946	49.043	5.000	3.750	-0.256	0.034	-239.651	0.168
Viscose	19.418	119.933	93.513	0.000	5.000	0.000	-0.255	0.000	-430.105	0.000

TARTIŞMA

Ölçülen Değerlerin İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi

Araştırmada elde edilen veriler SPSS (Statistical Package for Social Sciences) for Windows 25.0 programı kullanılarak analiz edilmiştir. Veriler değerlendirilirken tanımlayıcı istatistiksel metotlar (sayı, yüzde, ortalama ve standart sapma) kullanılmıştır. Kullanılan verilerin normal dağılıma uygunluğu test edilmiştir. Normal dağılıma sahip veriler için istatistik değerlendirmelerde parametrik testler kullanılmıştır. Normal dağılıma sahip verilerde de niceliksel verilerin karşılaştırılmasında ikiden fazla grup karşılaştırılmasında tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Tek yönlü varyans analizi sonucunda fark bulunduğu, fark yaratan grubu bulmak için Post Hoc testlerden Bonferroni ikili karşılaştırma yöntemi kullanılmıştır.

Kategorik değişkenler arasında ilişkiyi test etmek için ki kare analizi, sürekli değişkenler arasındaki ilişkiyi test etmek için ise Pearson Korelasyon uygulanmıştır. Bir bağımsız değişkenin bağımlı değişken üzerindeki etkisini incelemek için basit doğrusal regresyon, birden fazla bağımsız değişkenin bağımlı değişken üzerindeki etkisini incelemek için ise çoklu doğrusal regresyon kullanılmıştır.

Nem yönetim indeksinin dağılımı Tablo 5’ de verilmiştir.

Tablo 5. Değişkenler arası ilişki sonuçları

	1	2	3	4	5	6	7
1- İplik Numarası	1.000	0.338	0.109	0.469	0.541	0.083	0.463
p	-	0.059	0.551	0.007*	0.001*	0.652	0.008*
2- Hava geçirgenliği		1.000	-0.023	-0.272	-0.132	-0.180	0.388
p		-	0.902	0.131	0.470	0.324	0.028*
3- Su Buharı Geçirgenliği			1.000	0.032	0.293	-0.317	0.060
p			-	0.861	0.103	0.077	0.746
4- Kalınlık				1.000	0.736	0.640	0.212
p				-	0.000*	0.000*	0.244
5- Isıl İletkenlik					1.000	-0.014	0.434
p					-	0.939	0.013*
6- Isıl Direnç						1.000	-0.180
p						-	0.324
7- Isıl Soğurganlık							1.000
p							-

*p<0.05

Değişkenler arası ilişkiyi test etmek için Pearson korelasyon kullanılmıştır. Bunun sonucunda, *iplik numarası ile; kalınlık arasında (r=0.469, p<0.05), ısı iletkenlik arasında (r=0.541, p<0.05) ve ısı soğurganlık arasında (r=0.463, p<0.05) istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir.*

Hava geçirgenliği ile ısı soğurganlık arasında istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki

olduğu görülmektedir ($r=0.388$, $p<0.05$). Kalınlık ile; ısı iletkenlik arasında ($r=0.736$, $p<0.05$) ve ısı direnç arasında ($r=0.640$, $p<0.05$) istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir. Isıl iletkenlik ile ısı soğurganlık arasında istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir ($r=0.434$, $p<0.05$).

Basit Regrasyon Denklemleri

$$Y=\beta_0+\beta_1 *X_1+\varepsilon_1$$

Bağımlı Değişken: İplik Numarası

$$\text{Model 1: } Y_{\text{iplik numarası}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl iletkenlik}} *X_1+\varepsilon_1$$

$$\text{Model 2: } Y_{\text{iplik numarası}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl direnç}} *X_1+\varepsilon_1$$

$$\text{Model 3: } Y_{\text{iplik numarası}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl soğurganlık}} *X_1+\varepsilon_1$$

Model 4:

$$Y_{\text{iplik numarası}}=\beta_0+\beta_{\text{nem yönetim indeksi}} *X_1+\varepsilon_1$$

Tablo 6. Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin iplik numaraları üzerindeki etkisine ait basit regresyon sonuçları

Model	Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
1	İplik Numarası	Sabit	27.565	0.684	-	40.307	0.000	12.383	0.001*	0.269
		Isıl İletkenlik	35.282	10.026	0.541	3.519	0.001*			
2	İplik Numarası	Sabit	29.617	0.772	-	38.341	0.000	0.208	0.652	-
		Isıl Direnç	14.829	32.524	0.083	0.456	0.652			
3	İplik Numarası	Sabit	28.744	0.430	-	66.863	0.000	8.179	0.008*	0.188
		Isıl Soğurganlık	0.007	0.003	0.463	2.860	0.008*			
4	İplik Numarası	Sabit	30.138	0.035	-	849.372	0.000	23.943	0.000*	0.597
		Nem Yönetim İndeksi (2)	-0.371	0.054	-0.816	-6.842	0.000*			
		Nem Yönetim İndeksi (3)	-0.238	0.079	-0.357	-2.993	0.006*			

*p<0.05

Yapılan basit regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modellerden birinci modelin (ısı iletkenlik değişkeninin iplik numarası üzerindeki etkisinin) (F=12.383, $p<0.05$), üçüncü modelin (ısı soğurganlık değişkeninin iplik numarası üzerindeki etkisinin) (F=8.179, $p<0.05$) ve dördüncü modelin (nem yönetim indeksinin iplik numarası üzerindeki etkisinin) (F=23.943, $p<0.05$) istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir.

Anlamlı modellerden bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısı iletkenliğin (t=3.519, $p<0.05$), ısı soğurganlığın (t=2.860, $p<0.05$), nem yönetim indeksinin orta olmasının (t=-6.842, $p<0.05$) ve nem yönetim indeksinin yüksek olmasının (t=-2.993,

$p<0.05$) iplik numarası üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olduğu görülmektedir. Açıklanma oranları incelendiğinde, birinci model %26.9'unu, üçüncü model %18.8'ini ve dördüncü model %59.7'sini açıkladığı görülmektedir.

Bağımlı Değişken: Hava Geçirgenliği

$$\text{Model 1: } Y_{\text{hava geçirgenliği}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl iletkenlik}} *X_1+\varepsilon_1$$

$$\text{Model 2: } Y_{\text{hava geçirgenliği}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl direnç}} *X_1+\varepsilon_1$$

Model 2:

$$Y_{\text{hava geçirgenliği}}=\beta_0+\beta_{\text{Isıl soğurganlık}} *X_1+\varepsilon_1$$

Model 3:

$$Y_{\text{hava geçirgenliği}}=\beta_0+\beta_{\text{nem yönetim indeksi}} *X_1+\varepsilon_1$$

Tablo 7. Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin hava geçirgenliği üzerindeki etkisine ait basit regresyon sonuçları

Model	Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
1	Hava Geçirgenliği	Sabit	634.193	201.158	-	3.153	0.004	0.535	0.470	-
		Isıl İletkenlik	-2156.809	2949.165	-0.132	-0.731	0.470			
2	Hava Geçirgenliği	Sabit	677.979	190.356	-	3.562	0.001	1.007	0.324	-
		Isıl Direnç	-8041.264	8014.769	-0.180	-1.003	0.324			
3	Hava Geçirgenliği	Sabit	231.052	111.609	-	2.070	0.047	5.306	0.028*	0.122
		Isıl Soğurganlık	1.546	0.671	0.388	2.303	0.028*			
4	Hava Geçirgenliği	Sabit	510.000	12.565	-	40.589	0.000	4.609	0.018*	0.189
		Nem Yönetim İndeksi (2)	-57.333	19.193	-0.505	-2.987	0.006*			
		Nem Yönetim İndeksi (3)	-10.000	28.096	-0.060	-0.356	0.724			

*p<0.05

Yapılan basit regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modellerden üçüncü modelin (ısıl soğurganlık değişkeninin hava geçirgenliği üzerindeki etkisinin) (F=5.306, p<0.05) ve dördüncü modelin (nem yönetim indeksinin hava geçirgenliği üzerindeki etkisinin) (F=4.609, p<0.05) istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir.

Anlamlı modellerden bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısıl soğurganlığın (t=2.303, p<0.05) ve nem yönetim indeksinin orta olmasının (t=-2.987, p<0.05) hava geçirgenliği üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olduğu görülmektedir. Açıklanma oranları incelendiğinde üçüncü model %12.2'sini ve dördüncü model %18.9'unu açıkladığı görülmektedir.

Tablo 8. Isıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve nem yönetim indeksinin su buharı geçirgenliği üzerindeki etkisine ait basit regresyon sonuçları

Model	Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
1	Su Buharı Geçirgenliği	Sabit	26.143	7.562	-	3.457	0.002	2.821	0.103	-
		Isıl İletkenlik	186.210	110.868	0.293	1.680	0.103			
2	Su Buharı Geçirgenliği	Sabit	51.917	7.153	-	7.258	0.000	3.357	0.077	-
		Isıl Direnç	-551.838	301.166	-0.317	-1.832	0.077			
3	Su Buharı Geçirgenliği	Sabit	37.295	4.711	-	7.917	0.000	0.107	0.746	-
		Isıl Soğurganlık	0.009	0.028	0.060	0.327	0.746			
4	Su Buharı Geçirgenliği	Sabit	39.094	0.542	-	72.152	0.000	1.110	0.343	-
		Nem Yönetim İndeksi (2)	-0.119	0.828	-0.027	-0.143	0.887			
		Nem Yönetim İndeksi (3)	-1.769	1.212	-0.273	-1.460	0.155			

*p<0.05

Yapılan basit regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modellerin istatistiksel olarak anlamlı olmadığı görülmektedir (p>0.05).

Bağımlı Değişken: Kalınlık

$$\text{Model 1: } Y_{\text{kalınlık}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl iletkenlik}} * X_1 + \varepsilon_1$$

Tablo 9. Isıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve nem yönetim indeksinin kalınlık üzerindeki etkisine ait basit regresyon sonuçları

Model	Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
1	Kalınlık	Sabit	0.000	0.000	-	0.92	0.092	35.555	0.000*	0.527
		Isıl İletkenlik	0.023	0.004	0.736	5.963	0.000*			
2	Kalınlık	Sabit	0.000	0.000	-	1.029	0.312	20.791	0.000*	0.390
		Isıl Direnç	0.055	0.012	0.640	4.560	0.000*			
3	Kalınlık	Sabit	0.001	0.000	-	5.833	0.000	1.410	0.244	-
		Isıl Soğurganlık	0.000	0.000	0.212	1.187	0.244			
4	Kalınlık	Sabit	0.002	0.000	-	70.558	0.000	6.122	0.006*	0.248
		Nem Yönetim İndeksi (2)	0.000	0.000	-0.281	-1.725	0.095			
		Nem Yönetim İndeksi (3)	0.000	0.000	-0.556	-3.416	0.002*			

*p<0.05

Bağımlı Değişken: Su Buharı Geçirgenliği

Model 1:

$$Y_{\text{su buharı geçirgenliği}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl iletkenlik}} * X_1 + \varepsilon_1$$

Model 2:

$$Y_{\text{su buharı geçirgenliği}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl direnç}} * X_1 + \varepsilon_1$$

Model 3:

$$Y_{\text{su buharı geçirgenliği}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl soğurganlık}} * X_1 + \varepsilon_1$$

Model 4:

$$Y_{\text{su buharı geçirgenliği}} = \beta_0 + \beta_{\text{nem yönetim indeksi}} * X_1 + \varepsilon_1$$

$$\text{Model 2: } Y_{\text{kalınlık}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl direnç}} * X_1 + \varepsilon_1$$

$$\text{Model 3: } Y_{\text{kalınlık}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl soğurganlık}} * X_1 + \varepsilon_1$$

$$\text{Model 4: } Y_{\text{kalınlık}} = \beta_0 + \beta_{\text{nem yönetim indeksi}} * X_1 + \varepsilon_1$$

Yapılan basit regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modellerden birinci modelin (ısıl iletkenlik değişkeninin kalınlık üzerindeki etkisinin) (F=35.555, p<0.05), ikinci modelin (ısıl direnç değişkeninin kalınlık üzerindeki etkisinin) (F=20.791, p<0.05) ve dördüncü modelin (nem yönetim indeksinin kalınlık üzerindeki etkisinin) (F=6.122, p<0.05) istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir.

Anlamlı modellerden bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısıl iletkenliğin (t=5.963, p<0.05), ısıl direncin (t=4.560, p<0.05) ve nem yönetim indeksinin yüksek olmasının (t=-3.416, p<0.05) kalınlık üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir

etkisinin olduğu görülmektedir. Açıklanma oranları incelendiğinde, birinci model %52.7'sini, ikinci model %39'unu ve dördüncü model %24.8'ini açıkladığı görülmektedir.

Çoklu Regresyon Denklemleri

$$Y = \beta_0 + \beta_1 * X_1 + \beta_2 * X_2 + \beta_3 * X_3 + \dots + \beta_n * X_n + \varepsilon_1$$

Bağımlı Değişken: İplik Numarası

Model 1:

$$Y_{\text{İplik numarası}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl iletkenlik}} * X_1 + \beta_{\text{Isıl direnç}} * X_2 + \beta_{\text{Isıl soğurganlık}} * X_3 + \beta_{\text{nem yönetim indeksi}} * X_4 + \varepsilon_1$$

Tablo 10. Isıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve nem yönetim indeksinin iplik numaraları üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları

Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
İplik Numarası	Sabit	28.242	0.744	-	37.935	0.000*	14.882	0.000*	0.691
	Isıl İletkenlik	23.699	9.366	0.363	2.530	0.018*			
	Isıl Direnç	3.028	18.651	0.017	0.162	0.872			
	Isıl Soğurganlık	0.001	0.002	0.065	0.479	0.636			
	Nem Yönetim İndeksi (2)	-0.315	0.052	-0.694	-6.042	0.000*			
Nem Yönetim İndeksi (3)	-0.110	0.091	-0.165	-1.206	0.238				

*p<0.05

Isıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve nem yönetim indeksinin iplik numaraları üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları Tablo da verilmiştir. Yapılan çoklu regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modelin istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir (F=14.882, p<0.05).

Bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısıl iletkenliğin (t=2.530, p<0.05) ve nem yönetim

indeksinin orta olmasının (t=-6.042, p<0.05) iplik numaraları üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olduğu görülmektedir. Modelin açıklanma oranının ise %69.1 olduğu görülmektedir.

Bağımlı Değişken: Hava Geçirgenliği

Model 1:

$$Y_{\text{hava geçirgenliği}} = \beta_0 + \beta_{\text{Isıl iletkenlik}} * X_1 + \beta_{\text{Isıl direnç}} * X_2 + \beta_{\text{Isıl soğurganlık}} * X_3 + \beta_{\text{nem yönetim indeksi}} * X_4 + \varepsilon_1$$

Tablo 11. Isıl iletkenlik, ısıl direnç, ısıl soğurganlık ve nem yönetim indeksinin hava geçirgenliği üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları

Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
Hava Geçirgenliği	Sabit	1117.216	247.915	-	4.506	0.000	6.089	0.001*	0.451
	Isıl İletkenlik	-10828.881	3119.051	-0.664	-3.472	0.002*			
	Isıl Direnç	-9311.896	6210.772	-0.209	-1.499	0.146			
	Isıl Soğurganlık	2.178	0.724	0.546	3.008	0.006*			
	Nem Yönetim İndeksi (2)	-57.548	17.381	-0.507	-3.311	0.003*			
	Nem Yönetim İndeksi (3)	-85.693	30.285	-0.516	-2.830	0.009*			

*p<0.05

Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin hava geçirgenliği üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları Tablo 12'de verilmiştir. Yapılan çoklu regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modelin istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir (F=6.089, p<0.05).

Bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısı iletkenliğinin (t=-3.472, p<0.05), ısı soğurganlığının (t=3.008, p<0.05), nem yönetim indeksinin orta olmasının (t=-3.311, p<0.05) ve nem yönetim

indeksinin yüksek olmasının (t=-2.830, p<0.05) hava geçirgenliği üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olduğu görülmektedir. Modelin açıklanma oranının ise %45.1 olduğu görülmektedir.

Bağımlı Değişken: Su Buharı Geçirgenliği

Model 1:

$$Y_{su\ buharı\ geçirgenliği} = \beta_0 + \beta_{ısı\ iletkenlik} * X_1 + \beta_{ısı\ direnç} * X_2 + \beta_{ısı\ soğurganlık} * X_3 + \beta_{nem\ yönetim\ indeksi} * X_4 + \varepsilon_1$$

Tablo 12. Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin su buharı geçirgenliği üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları

Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
Su Buharı Geçirgenliği	Sabit	46.630	12.505	-	3.729	0.001	1.540	0.212	-
	Isıl İletkenlik	135.137	157.330	0.213	0.859	0.398			
	Isıl Direnç	-630.154	313.280	-0.362	-2.011	0.055			
	Isıl Soğurganlık	-0.011	0.037	-0.070	-0.299	0.768			
	Nem Yönetim İndeksi (2)	-0.209	0.877	-0.047	-0.238	0.813			
	Nem Yönetim İndeksi (3)	-1.410	1.528	-0.218	-0.923	0.364			

*p<0.05

Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin su buharı geçirgenliği üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları Tablo 12'de verilmiştir. Yapılan çoklu regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine bakıldığında kurulan modelin istatistiksel olarak anlamlı olmadığı görülmektedir (F=1.540, p>0.05).

Bağımlı Değişken: Kalınlık

Model 1:

$$Y_{kalınlık} = \beta_0 + \beta_{ısı\ iletkenlik} * X_1 + \beta_{ısı\ direnç} * X_2 + \beta_{ısı\ soğurganlık} * X_3 + \beta_{nem\ yönetim\ indeksi} * X_4 + \varepsilon_1$$

Tablo 13. Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin kalınlık üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları

Bağımlı Değişken	Bağımsız Değişken	β	Standart Hata	Beta	t	p	F	Model (p)	R2
Kalınlık	Sabit	-0.001	0.000	-	-10.073	0.000	156.691	0.000*	0.962
	Isıl İletkenlik	0.022	0.002	0.698	13.810	0.000*			
	Isıl Direnç	0.056	0.003	0.649	17.662	0.000*			
	Isıl Soğurganlık	0.000	0.000	0.044	0.908	0.372			
	Nem Yönetim İndeksi (2)	0.000	0.000	0.009	0.233	0.818			
	Nem Yönetim İndeksi (3)	0.000	0.000	-0.064	-1.337	0.193			

*p<0.05

Isıl iletkenlik, ısı direnç, ısı soğurganlık ve nem yönetim indeksinin kalınlık üzerindeki etkisine ait çoklu regresyon sonuçları Tablo 13'de verilmiştir. Yapılan çoklu regresyon analiz sonuçlarına göre, F değerine karşılık gelen anlamlılık seviyesine

bakıldığında kurulan modelin istatistiksel olarak anlamlı olduğu görülmektedir (F=156.691, p<0.05).

Bağımsız değişkene ait beta katsayı değerine, t değerine ve anlamlılık seviyesine bakıldığında; ısı

iletkenliğin ($t=13.810$, $p<0.05$) ve ısı direncin ($t=17.662$, $p<0.05$) kalınlık üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisinin olduğu görülmektedir.

Modelin açıklanma oranının ise %96.2 olduğu görülmektedir.

Tablo 3.14. Kumaşlar ile nem yönetim indeksi arasındaki ilişki

	1 (düşük)		2 (orta)		3 (yüksek)		Toplam		χ^2 p
	n	%	n	%	n	%	n	%	
Pamuk	0	0.0	4	100.0	0	0.0	4	100.0	40.736 0.000*
Bambu	4	100.0	0	0.0	0	0.0	4	100.0	
Modal	4	100.0	0	0.0	0	0.0	4	100.0	
Promodal	4	100.0	0	0.0	0	0.0	4	100.0	
Micromodal	0	0.0	0	0.0	4	100.0	4	100.0	
Modal/keten	0	0.0	4	100.0	0	0.0	4	100.0	
Lyocell	0	0.0	4	100.0	0	0.0	4	100.0	
Viskon	4	100.0	0	0.0	0	0.0	4	100.0	
Toplam	16	50.0	12	37.5	4	12.5	32	100.0	

* $p<0.05$

Kumaşlar ile nem yönetim indeksi arasındaki ilişkiyi test etmek için ki kare analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlar ile nem yönetim indeksi

arasında istatistiksel olarak anlamlı bir ilişki olduğu görülmektedir ($p<0.05$).

Tablo 3.15. Kumaşlara göre iplik numaralarının karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	29.75	0.05	27.807	0.000*	2>1, 3>1, 8>1, 2>6, 2>7, 3>4, 3>5, 3>6, 3>7, 8>4, 8>5, 8>6, 8>7
Bambu (2)	30.05	0.05			
Modal (3)	30.27	0.09			
Promodal (4)	29.92	0.09			
Micromodal (5)	29.90	0.08			
Modal/keten (6)	29.72	0.09			
Lyocell (7)	29.82	0.09			
Viskon (8)	30.30	0.08			

* $p<0.05$

Kumaşlara göre iplik numaralarını karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre iplik numaraları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir ($p<0.05$). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Bambu, Modal ve Viskon kumaşlarının iplik numaralarının pamuk kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Bambu kumaşının iplik numarasının Modal/keten ve

Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal kumaşının iplik numarasının Promodal, Micromodal, Modal/keten kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Viskon kumaşının iplik numarasının Promodal, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 16. Kumaşlara göre hava geçirgenliğinin karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	368.00	7.11	158.503	0.000*	2>1, 3>1, 4>1, 5>1, 6>1, 7>1, 8>1, 3>2, 4>2, 6>2, 3>4, 3>5, 3>7, 3>8, 4>7, 4>8, 6>5, 6>7, 6>8
Bambu (2)	490.00	3.55			
Modal (3)	550.00	10.80			
Promodal (4)	520.00	11.51			
Micromodal (5)	500.00	13.36			
Modal/keten (6)	540.00	8.52			
Lyocell (7)	450.00	9.09			
Viskon (8)	480.00	5.88			

* $p<0.05$

Kumaşlara göre hava geçirgenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre hava geçirgenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir ($p<0.05$). Fark

yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. *Bambu, Modal, Promodal, Micromodal, Modal/Keten, Lyocell ve Viskon kumaşlarının hava geçirgenliğinin Pamuk kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal, Promodal ve*

Modal/Keten kumaşlarının hava geçirgenliğinin Bambu kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Modal kumaşının hava geçirgenliğinin Promodal, Micromodal, Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre

daha fazla olduğu görülmektedir. Promodal kumaşının hava geçirgenliğinin Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal/Keten kumaşının hava geçirgenliğinin Micromodal, Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 17. Kumaşlara göre su buharı geçirgenliğinin karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	39.57	0.42	3.184	0.016*	3>5, 3>6
Bambu (2)	37.47	0.28			
Modal (3)	41.82	1.67			
Promodal (4)	39.00	0.00			
Micromodal (5)	37.32	3.80			
Modal/keten (6)	37.37	1.46			
Lyocell (7)	39.97	1.48			
Viskon (8)	38.07	1.85			

*p<0.05

Kumaşlara göre su buharı geçirgenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre su buharı geçirgenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark

yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Modal kumaşının su buharı geçirgenliğinin Micromodal ve Modal/Keten kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 18. Kumaşlara göre kalınlıklarının karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	0.0016	0.00003	13.140	0.000*	1>5, 2>5, 8>3, 8>4, 8>5, 8>6, 8>7
Bambu (2)	0.0016	0.00005			
Modal (3)	0.0015	0.00004			
Promodal (4)	0.0015	0.00012			
Micromodal (5)	0.0014	0.00000			
Modal/keten (6)	0.0015	0.00003			
Lyocell (7)	0.0015	0.00004			
Viskon (8)	0.0018	0.00000			

*p<0.05

Kumaşlara göre kalınlıklarını karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre kalınlıkları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Pamuk ve Bambu

kumaşlarının kalınlıklarının Micromodal kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Viskon kumaşının kalınlığının Modal, Promodal, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 19. Kumaşlara göre ısı iletkenliklerinin karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	0.0702	0.0012	24.896	0.000*	1>2, 1>4, 1>5, 1>6, 1>7, 3>2, 3>4, 3>5, 3>6, 3>7, 8>2, 8>5, 8>6, 8>7
Bambu (2)	0.0665	0.0017			
Modal (3)	0.0710	0.0016			
Promodal (4)	0.0662	0.0005			
Micromodal (5)	0.0640	0.0021			
Modal/keten (6)	0.0667	0.0005			
Lyocell (7)	0.0660	0.0008			
Viskon (8)	0.0742	0.0012			

*p<0.05

Kumaşlara göre ısı iletkenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı iletkenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak

için Bonferroni kullanılmıştır. Pamuk kumaşının ısı iletkenliğinin Bambu, Promodal, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal kumaşının ısı iletkenliğinin Bambu, Promodal, Micromodal,

Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Viskon kumaşına göre ısı iletkenliğinin Bambu, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 20. Kumaşlara göre ısı dirençlerinin karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	0.0240	0.0008	2.560	0.040*	1>3, 2>3, 4>3, 8>3
Bambu (2)	0.0247	0.0009			
Modal (3)	0.0222	0.0012			
Promodal (4)	0.0240	0.0021			
Micromodal (5)	0.0232	0.0009			
Modal/keten (6)	0.0237	0.0005			
Lyocell (7)	0.0230	0.0000			
Viskon (8)	0.0247	0.0005			

*p<0.05

Kumaşlara göre ısı dirençleri karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı dirençleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Pamuk, Bambu, Promodal ve Viskon kumaşlarının ısı dirençlerinin Modal kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

Tablo 21. Kumaşlara göre ısı soğurganlıklarının karşılaştırılması

	\bar{X}	Standart Sapma	F değeri	p değeri	Bonferroni
Pamuk (1)	147.07	2.63	7.260	0.000*	5>1, 8>1, 8>2, 8>4, 8>6, 8>7
Bambu (2)	155.32	12.93			
Modal (3)	169.10	11.06			
Promodal (4)	164.07	1.59			
Micromodal (5)	173.57	12.13			
Modal/keten (6)	163.27	4.20			
Lyocell (7)	165.37	10.28			
Viskon (8)	187.92	8.89			

*p<0.05

Kumaşlara göre ısı soğurganlıklarını karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı soğurganlıkları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Micromodal kumaşının ısı soğurganlığının Pamuk kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Viskon kumaşının ısı soğurganlığının Pamuk, Bambu, Promodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR

Aynı numaradaki farklı iplik hammaddelerinden, aynı çorap örme makinesinde, aynı şartlarda örülüp, terbiye ve bitim işlemleri uygulanan numune çoraplarda;

- Değişkenler arası ilişkiyi test etmek için Pearson korelasyon kullanılmıştır. Bunun sonucunda, iplik numarası ile; kalınlık arasında (r=0.469, p<0.05), ısı iletkenlik arasında (r=0.541, p<0.05) ve ısı soğurganlık arasında (r=0.463, p<0.05) istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir. Hava geçirgenliği ile ısı soğurganlık arasında istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir (r=0.388, p<0.05). Kalınlık ile; ısı iletkenlik arasında (r=0.736, p<0.05) ve ısı direnç arasında (r=0.640, p<0.05) istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir. Isıl iletkenlik ile ısı soğurganlık arasında istatistiksel olarak anlamlı ve pozitif yönde bir ilişki olduğu görülmektedir (r=0.434, p<0.05).

- Kumaşlara göre hava geçirgenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre hava geçirgenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Bambu, Modal, Promodal, Micromodal, Modal/Keten, Lyocell ve Viskon kumaşlarının hava geçirgenliğinin Pamuk kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal, Promodal ve Modal/Keten kumaşlarının hava geçirgenliğinin Bambu kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

- Modal kumaşının hava geçirgenliğinin Promodal, Micromodal, Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Promodal kumaşının hava geçirgenliğinin Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal/Keten kumaşının hava geçirgenliğinin Micromodal, Lyocell ve Viskon kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

- Kumaşlara göre su buharı geçirgenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre su buharı geçirgenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Modal kumaşının su buharı geçirgenliğinin Micromodal ve Modal/Keten kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

- Kumaşlara göre ısı iletkenliklerini karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı iletkenlikleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir (p<0.05). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Pamuk kumaşının ısı iletkenliğinin Bambu, Promodal, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Modal kumaşının ısı iletkenliğinin Bambu, Promodal, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla

olduğu görülmektedir. Viskon kumaşına göre ısı iletkenliğinin Bambu, Micromodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

• Kumaşlara göre ısı dirençleri karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı dirençleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir ($p<0.05$). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Pamuk, Bambu, Promodal ve Viskon kumaşlarının ısı dirençlerinin Modal kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

• Kumaşlara göre ısı soğurganlıklarını karşılaştırmak için tek yönlü varyans analizi uygulanmıştır. Bunun sonucunda, kumaşlara göre ısı soğurganlıkları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark olduğu görülmektedir ($p<0.05$). Fark yaratan grubu bulmak için Bonferroni kullanılmıştır. Micromodal kumaşının ısı soğurganlığının Pamuk kumaşına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Viskon kumaşının ısı soğurganlığının Pamuk, Bambu, Promodal, Modal/Keten ve Lyocell kumaşlarına göre daha fazla olduğu görülmektedir.

BİLGİLENDİRME

Bu çalışma; Pamukkale Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı tarafından yürütülen yüksek lisans çalışmasından oluşturulmuştur. Laboratuvar çalışmaları; Ege Üniversitesi ve Pamukkale Üniversitesi Tekstil Mühendisliği laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Kaynaklar

- 1 Akaydın, M., Gül, R., 2014. A Survey of Comfort Properties of Socks Produced from Cellulose-Based Fibers, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 24(1), pp:37- 46.
- 2 Avcı, H., 2007. Yeni Liflerden Üretilen Mamul Çorapların Konfor Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- 3 Barker, R L., 2002. From Fabric Hanf to Thermal Comfort: The Evolving Role of Objective Measurements in Explaining Human Comfort, *Int. Journal of Clothing Clothing Science and Technology*, 14(3/4), 181-200.
- 4 Cimilli, S., 2007. Modelling of Heat Transfer Behaviors of Socks Made From New Fibers Using Finite Element Method, Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- 5 Hes, L, 2001. Fast Determination of Surface Moisture Absorptivity of Smart Underwear Knits. *Proceedings of International Textile Conference*, Terrassa, Spain.
- 6 Hu, J., Li, Y., Yeung, K., Wong, A S W., Xu, W., 2005. Moisture Management Tester: A Method To Characterize Fabric Liquid Moisture Management Properties. *Textile Research Journal*, 75(1), s. 57-62.
- 7 ITC, 2005. SDL Atlas Ltd. and The Hong Kong Polytechnic University, *Moisture Management Tester Operation Manual Version 3.06*, p. 2-6, 26-29, 55-58.
- 8 Krithika, S M., Sampath, M B., Prakash, C., & Kumar, M. S., 2019. Moisture Management Finish on Woven Fabrics, *Indian Journal of Fibre & Textile Research Vol 44*, December, pp. 486-491.
- 9 Kumar, D., Raja, D., 2020. Influence of Moisture Management Properties on Socks Made from Recycled Polyester, Virgin Cotton and its Blends, *Fibers & Textiles in Eastern Europe* 28, 4(142), pp:76-81.
- 10 Selli, F., Turhan, Y., 2017. Investigation of Air Permeability and Moisture Management Properties of The Commercial Single Jersey And Rib Knitted Fabrics, *Tekstil ve Konfeksiyon* 27(1), pp:27- 31.
- 11 Shivers, J., 1980. Physical Measures of Clothing Comfort: A Literature Review, *Canadian Home Economics Journal*, 30(4), 241-244.
- 12 Slater, K., 1975. Discussion Paper: The assesment of Comfort, *Journal of Textile Institute*, 77(3), 157-171.
- 13 Smith, J E., 1993. The Comfort of Clothing, *Textiles*, 22(1), 18-20.
- 14 Sontag, S M., 1985. Comfort Dimensions of Actual and Ideal Insulative Clothing for Older Women, *Clothing and Textile Research Jorunal*, 4(1), 9-17.
- 15 Suganthi, T., & Senthilkumar, P., 2018. Comfort properties of double face knitted fabrics for tennis sportswear, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, Vol. 43, pp. 9-19.
- 16 Wang, Y., 2002. Heat and Moisture Transfer and Clothing Thermal Comfort, PhD Thesis, Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong.
- 17 Yamini, J., Deepti, G., & Kothari, V K., 2017. Moisture management and wicking properties of polyester- cotton plated knits, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, Vol. 42, pp. 183-188.

A Study on Air Permeability of Recycled Layer Including Nonwovens

ALAN, Gonca^{1*}, TERCAN, Mevlüt^{1**}

¹Textile Engineering Department, Faculty of Engineering, Uşak University

*ORCID:0000-0002-0416-4235, **ORCID:0000-0001-8318-4236

gonca.arin@usak.edu.tr

ABSTRACT

In this study it was aimed to utilize blanket trimmings in the form of layers through needle-punched nonwovens and investigate air permeability of the end products. For this purpose the outer layers from three types of raw materials (polypropylene, recycled polyester and mechanically recycled fibers) and the control groups were produced by classical needle-punching. For the innerlayers which is named as recycled layer (RL), blanket trimmings and mechanically recycled fibers were used in the blend ratio of 25%-75%. Innerlayers including blanket trimmings were produced through the same needle-punching process to be laid down between the top and bottom layers and to complete the mass per unit area of the end products to 500 g/m² for each type of the raw materials. By this way 3 layered end products were obtained at two different needle-punch densities. Air permeability of the end products were investigated considering recycled layer ratio, raw material type and needle-punching density through standard test methods. Test results were analyzed through SPSS 23.0-One way ANOVA method assessing at the 0.05 significance level. The effects of raw material type, recycled layer ratio and needle-punching density on the air permeability of the fabrics were investigated. It was observed that recycled layer ratio of the end products at any type of raw material and for both needling densities significantly affected the air permeability characteristics.

PURPOSE

The purpose of this study was to produce 3 layered needlepunched nonwovens containing recycled layer with blanket trimmings and .investigate air permeability of the end products. By this way it was aimed to obtain environmental and economically benign products for appropriate usage areas.

INTRODUCTION

In recent years recycling has become an important issue in textile sector considering environmentally and economically benign approaches. Textile waste occur in three main ways. Post industrial waste; which can be defined as the waste created during

production processes in mills, pre consumer waste; which is referred to inferior quality products and post consumer waste; which means used and unwanted textile products for any reason¹. Sorting of the waste considering sizes, colors and raw material types is an important step to determine the way of recycling². From this aspect, recycling of textile waste in nonwovens has become an attractive issue because of time and cost effectiveness. Recycled fiber/layer containing nonwovens can be used in many application areas such as filtering, thermal insulation or sound absorption, geotextiles and etc. considering appropriate performance characteristics. Tan et al.³ used recycled random textiles in blend ratio of 78% polyester, 20% cotton and 2%others and produced needlepunched nonwovens. The researchers investigated some mechanical properties of the products including air permeability and reported that the nonwovens geotextiles have good mechanical properties, air permeability and excellent anti-UV aging properties, which can well support the normal growth of plant roots. Öztürk et al.⁴ carried out a study on the air permeability properties of nonwovens. The researchers focused on the parameters related with air permeability properties of layered nonwoven structures. As a result, they reported that that the factor most closely related to the air-permeability was the fabric mass per unit area and the air permeability of nonwoven fabrics decreased with the increase in both thickness and mass per unit area. Kalebek⁵ studied on recycled fibers turning them in to needle punched nonwovens. The reseracher aimed to investigate acoustic behaviour of nonwovens through examining mechanical properties such as thickness, mass per unit area, tensile strength and elongation and air permeability. In conclusion it was revealed out that that air permeability decreases with an increase in the mass per unit area of fabric. Besides, higher air permeability results in higher sound transmission, and therefore less sound insulation.

EXPERIMENTAL

Material

In this study polypropylene fibers (PP), mechanically-thermally recycled polyester fibers (rPET), mechanically recycled fibers (MRF) and blanket trimmings were chosen as raw materials.

Both rPET and polypropylene fibers were 6 denier in fineness and 64 mm in length. Mechanically recycled fibers were with length values in rank of 6 mm-22 mm and fineness values changing between 6-12 dtex. Length values of the blanket trimmings were below 5 mm.

Method

In this study it was aimed to recycle blanket trimmings through needlepunching. For this purpose blanket trimmings are used as inner-layers of the end products. Since they have inevitable sizes to be used directly, they are blended with mechanically recycled fibers. To obtain the most appropriate recycled layer ratio preliminary production trials were carried out and the innerlayers are obtained by pre needle punching. Firstly the top and bottom layers of PP, rPET and mechanically recycled (MRF) raw material were produced at 4 (for PP and rPET) and 3(for MRF) mass per unit area values respectively. After that the innerlayers including blanket trimmings were produced through the same needle-punching process to be laid down between the top and bottom layers and to complete the mass per unit area of the end products to 500 g/m² for each type of the raw materials. .. Needle type was 5 x 18 x 32 x 3 ½ R333 G 1002. Depth of needle penetration was kept constant at 11 mm. Production speed was kept to 3.67 meters/minute. The production processes were carried out at KNG Nonwovens. The air permeability of the end products are evaluated through standard test methods. The results obtained are statistically analysed through SPSS 23 programme and investigated in comparison with the control groups which do not include the recycled layer. Properties of the end products are presented in Table 1 below.

Table1. Properties of the end products

Raw Material Type of The End Product	Mass per unit area of the top and bottom layers (g/m ²)	Ratio of recycled layer to the end product (%)	Average thickness (mm) at I. Needlepunching density	Average thickness (mm) at II. Needlepunching density
PP/RL/PP (500g/m ²)	75	70	3,85	3,615
	100	60	3,919	3,882
	150	40	4,075	3,952
	200	20	4,1	4,12
	250	0	4,391	4,261
rPET/RL/rPET (500g/m ²)	75	70	4,17	4,092
	100	60	4,323	4,234
	150	40	4,541	4,325
	200	20	4,756	4,61
	250	0	4,873	4,792
MRF/RL/MRF (500g/m ²)	100	60	4,033	3,903
	150	40	4,198	4,04
	200	20	4,263	4,234
	250	0	4,45	4,354

Air permeability is expressed as the velocity of the air passing vertically through a test piece whose conditions such as test area, pressure drop and time

are determined. The test was carried out on the Prowhite Airtest II air permeability test device in UBATAM based on the TS 391 EN ISO 9237 standard ⁶. According to the standard, 10 samples were tested for each fabric conditioned for 24 hours under standard atmospheric conditions. The results were expressed as m/s by taking into consideration the unit volume of air (m³/s) that passed through 1 m² of fabric.⁷ The average of the measurement results taken from 10 different regions of each sample fabric was taken, standard deviations and % CV values were calculated.

Fabric thickness determination; It is based on the principle of measuring the distance between the table and the presser foot after pressure is applied to the nonwoven material placed on a reference table with a presser foot parallel to this table. It is prepared in 10 cm x 10 cm dimensions in accordance with TS EN ISO 9073-2 standard and taken from 10 different parts of each fabric and conditioned for 24 hours under standard atmospheric conditions (20°C±2 temperature and 65±2% relative humidity)⁸. The thickness measurement applied to the samples was carried out with the Unitronics brand digital thickness measuring device in Uşak University UBATAM. The measurement results were recorded by reading in mm. The average of the 10 measured values for each fabric was taken, and the standard deviation and % CV value were calculated.

RESULTS AND DISCUSSIONS

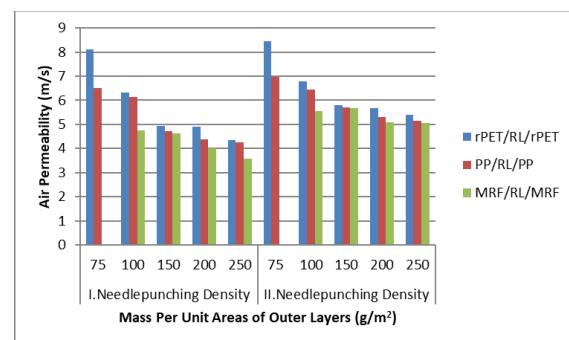


Fig.1. Air permeability values of the end products

For each type of raw materials, it is observed that air permeability increased as the recycled layer ratio of the end product got higher. When it is evaluated from the aspect of raw material type the highest air permeability values were observed at rPET outer layered end products. This can be contributed to the mechanical properties and damages occurred on the fibers during recycling of the PET in comparison with PP. When it comes to MRF outer layered end products the lowest air permeability values are seen in the table 1. This can be in relation with longer fibres entangling during needlepunching and constructing a non bulky structure due to this interlacing. With the increase in needling density,

the air permeability values of the products increased. Here, it is thought that air permeability is increased by wrapping the fibers together with the effect of the needling process and creating a space around them.⁹In addition, with the increase in needling density, the gaps formed in the fabric due to the increase in the number of needle plunges and exits cause an increase in air permeability. Besides thickness is one of the most important parameters affecting the air permeability of the fabrics. In this study when Table 1 and Figure 1 is examined it can be clearly seen that as the thickness of the nonwovens got higher the air permeability decreased for any type of raw material. Air permeability results were statistically analyzed by performing one-way analysis of variance for mass per unit area, raw material type and needling density parameters for the end products produced in both needling densities. It is seen that the effect of all three factors on the air permeability values of nonwoven fabrics is statistically significant at the 95% confidence interval.

CONCLUSIONS

This study was carried out to investigate air permeability property characteristics of the recycled layer including nonwovens. The recycled layer consisted of a blend of blanket trimmings and mechanically opened fibers. The recycled layer was laid down between twin nonwoven structures of three types of raw materials at compatible mass per unit areas. Hence, the three layered end products were produced by needlepunching at two needling densities. Air permeability of the end products are examined through standard test methods. It was revealed out that this property is directly affected from raw material type, recycled layer ratio and needling density. As the recycled layer ratio increased at any type of raw material air permeability raised up due to the bulky form of the inner layer. Highest air permeability values were observed at rPET outer layered nonwovens which can be related to the mechanical properties and damages occurred on the fibers during recycling of the rPET compared to PP. MRF outer layered end products demonstrated the lowest air permeability which can be due to the irregular longer recycled fibers they include which causes higher entanglement. When needling density increased the air permeability values of the end products increased too. This situation can be explained with the increase in needling density, the gaps formed in the fabric due to the increase in the number of needle plunges and exits cause an increase in air permeability. From the results of this study it can be concluded that recycled layer ratio containing

nonwovens can be used at appropriate application areas considering their air permeability characteristics.

SUGGESTIONS FOR FUTURE STUDIES

For future studies, it is environmentally important to carry out studies that evaluate the biodegradability of nonwovens in accordance with the studies in the literature.^{10,11} Evaluation of the hydraulic performance properties of the products obtained in new studies can be performed. In addition, the evaluation of the use of recycled fibers in terms of cost analysis will guide the studies that will contribute economically.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work has been supported by the Usak University Scientific Research Project under grant [2016/MF 008].

LITERATURE

1. Koszewska, M. (2018). Circular economy—Challenges for the textile and clothing industry. *Autex Research Journal*, 18(4), 337-347.
2. Türemen, M., Demir, A., & Özdoğan, E. (2018). Tekstil endüstrisi için geri dönüşüm ve önemi. *Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 25(7), 805-809.
3. Tan, W., Fu, F., Wang, F. F., Li, Y., Wang, P., & Zhang, D. (2020). The mechanical and ultraviolet aging properties of needle-punched nonwoven geotextiles made with recycled fibers. *Journal of Industrial Textiles*, 1528083720921580.
4. Ozturk, M. K., Nergis, B., & Candan, C. (2017). A comparative study on air permeability properties of multilayered nonwoven structures. *International Journal of Materials and Metallurgical Engineering*, 10(12), 1510-1513.
5. Kalebek, N. A. (2016). Sound absorbing polyester recycled nonwovens for the automotive industry. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, (1 (115)), 107-113.
6. TS 391 EN ISO 9237:1999 Tekstil-Kumaşlarda Hava Geçirgenliği Tayini

7. Çinçik, E., & Koç, E. (2012). An analysis on air permeability of polyester/viscose blended needle-punched nonwovens. *Textile Research Journal*, 82(5), 430-442.
8. TS EN ISO 9073-2:1998, Tekstil-Dokunmamış Malzemeler İçin Deney Metotları-Bölüm 2: Kalınlık tayini
9. Çinçik, E. 2010, “İğneleme yöntemiyle üretilen polyester/viskon karışımli dokusuz yüzey özelliklerinin deneysel ve istatistiksel analizi”, Doktora tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana
10. Broda, J., Rom, M., Grzybowska-Pietras, J., Przybylo, S., Laszczak, R., 2016, “Application of textile wastes for the production of innovative geotextiles designed for erosion control”. *Tekstil: Journal of Textil & Clothing Technology*, 65 (5-6), 222-226.
11. Sarsby, R. W., 2007, “Use of ‘Limited Life Geotextiles’(LLGs) for basal reinforcement of embankments built on softclay”, *Geotextiles and Geomembranes*, 25 (4-5), 302-310.

Poliamid Boyamada Proses Optimizasyonu

ELİBÜYÜK ARAS, Sultan¹, ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa¹, GELGEÇ, Esra¹,
TASAN KOPTUR, Perinur¹, DEMİR, Özlem¹, YILDIRIM, F. Filiz¹

Ozanteks Tekstil San. ve Tic. A.Ş. Ar-Ge Merkezi

saras@ozanteks.com.tr

ÖZET

Parça boyama bölümünde birim maliyetlerimizin enerji giderlerimiz kaynaklı yüksek olması ve poliamid boyama proses sürelerinin uzunluğu nedeniyle mevcut sipariş miktarının karşılanabilmesi için mesai yapma ihtiyacının oluşması, süreçte karşılaşılan sorunlar nedeniyle poliamid boyama proseslerimizin ve enerji gider kalemlerimizin detaylı incelenerek, iyileştirilmesi gerekliliğini oluşturmuştur. İyileştirme sonunda koyu renklerde uzun süren boyama adımı düşürülmüş, şarj adı verilen temiz suyun her boyama adımında alıp tekrar boşaltma işleminin azaltılması gerçekleştirilmiştir. Bunu yanında taşarlı yıkama olarak adlandırılan temiz suyun sürekli açık kalıp kirli suyun boşaltılması adımının kaldırılması ile yüksek sıcaklıkta tekrarlı yıkamalar kaldırılarak düşük sıcaklıkta tek yıkama yapılarak boyama prosesi değiştirilmiştir. Değişen proses ile mesai maliyeti kalkmış, enerji, su ve kimyasaldan tasarruf edilmiştir.

AMAÇLAR

Çalışma ile poliamid kumaşların boyanması prosesinde şarj adımlarının ve taşarlı yıkama da tüketilen enerji ve su değerleri incelenerek en ideal kullanımına yönelik çalışmaların gerçekleştirilmesi planlanmıştır. Bu çalışmalardan en önemlisi, boyama adımına kadar olan kısımda en çok su, enerji ve zaman tüketen taşar adımının kaldırılması, şarj sürelerinin azaltılması ve sıcaklığın düşürülüp, yıkama sayısının azaltılması işlemlerinin iyileştirilmesidir. Bu aşamada üretim maliyetleri içerisinde önemli bir yere sahip olan enerji maliyetlerini azaltmaya yönelik olarak enerji tasarrufu olanaklarının belirlenmesi, enerji yönetim programının uygulamaya sokulması hedeflenerek bu çalışma yürütülmüştür. Bu konuda da araştırmalar ve deneysel çalışmaların yapılması amaçlanmaktadır.

GİRİŞ

Artan enerji maliyetleri nedeniyle tekstil sektörü de dâhil olmak üzere bütün sanayi kollarında enerji tasarrufu konusu en çok üzerinde durulan konulardan biri olmuştur. Fiyatların sürekli artış göstermesi ve enerji kaynaklarının güvenilirliğinin azalması neticesinde her alanda enerjinin etkin ve akıllıca kullanılması zorunlu hale gelmiştir. Ülkemiz ihracatında ve toplam enerji tüketiminde önemli bir

paya sahip olan tekstil sektörü, gelişen ve hızla büyüyen rekabet ortamında varlığını sürdürebilmek için üretim maliyetlerini azaltmak durumundadır. Enerji yönetimi, tüm sektörlerde olduğu gibi tekstil sektöründe de büyük önem arz etmektedir. Tekstil terbiye işlemlerinde toplam maliyetin %35'ini ısı enerjisi oluşturmaktadır.

Tekstil endüstrisinin içerdiği endüstriyel işlemler yoğun olarak elektrik tüketimi yapmaktadır. Enerji maliyetlerindeki artış ve gittikçe artan elektrik tüketim değerleri, endüstriyel tesisleri ve hükümeti enerjinin daha “verimli” kullanılması konusunda zorlamaktadır. Tekstil sektöründe, diğer sektörlerde olduğu gibi enerji kayıplarının azaltılması ve bu enerjinin tekrar prosesde kullanılması çok önemlidir. Enerji maliyetlerini düşürmek şirketlerin kar odaklı büyüme stratejilerini belirlemede ve geleceğe yönelik kararlar alma aşamasında oldukça önemli rol almaktadır. Özellikle tekstil sektöründe bu enerji geri kazanılabilir ve prosesin bir kısmında tekrar faydalı olarak kullanılabilir. Bu yolla önemli enerji verimliliği sağlanması olasıdır.

Tekstil boyahane işletmelerinde çok fazla su kullanılmaktadır. Bir kilogram tekstil ürünü üretebilmek için yaklaşık olarak 95-400 litre suya ihtiyaç vardır. Su en önemli doğal kaynaklardan biridir. Bu sebeple işletmeler kullanılan su miktarını azaltma çalışmaları yapmaktadırlar (Türkiye’ nin Su Riskleri Raporu, 2014).

Bir endüstriyel tesiste enerji tüketiminin kontrol altına alınması için, en önemli kriter çalışanlar içinde her kademedeki bilincin uyandırılmasından geçer. Çalışanların, yönetimin ve hissedarların enerji tasarrufu konusunda bilinçlendirilmesinden sonra, bu konuda bilgi seviyesinin artırılması, katılımın sağlanması ve üretim prosesinde ki herkesin proje kapsamında düşünülüp, bir ekip olarak çalışması şarttır. Enerji yönetiminde dikkat edilmesi gereken önemli noktalardan biri de, firma içinde değişik bölümlerin beraber çalışmasının gerekliliğidir ve bu yüzden yüksek seviyede bir koordinasyon tasarrufun sürekliliği ve projenin başarısı için gereklidir.

İçoğlu’ nun yapmış olduğu çalışmada² boyahane işletmelerinde su, kazan suyu ve işletme suyu olarak

kullanılmaktadır. Kazan suyu, su buharı üretmek için kullanılan sudur. İşletme suyu ise tekstil terbiyesinde kullanılan, kumaş ile temas eden ve kumaş kalitesi üzerinde etkili olan sudur (İçoğlu, 2006).

Yazır ve Tamtürk'ün çalışmasında^{2,3}, ön terbiye işlemleri, tekstil terbiyesinde anahtar rolü oynar. Hatasız ve düzgün boyama ve aprenin yapılabilmesi için özellikle pamuğun ön terbiyesi çok önemlidir. Yapılan bir değerlendirmeye göre, tekstil terbiyesi sonucu mamullerde görülen hataların yalnızca %23'ü gerçek boya, %11'i apre hatası olup geri kalanı (yaklaşık %66'sı) dolaylı ve dolaysız ön terbiye hatasıdır (Yazır, 2011).

Ozanteks Tekstil işletmelerinde uygulanan tüm üretim işlemlerinde kaynakları en yüksek verimde ve en yüksek performansta kullanmayı hedeflediği gibi çevre ile dost, ekonomiye katkı sağlayan çalışmalarla desteklemeyi amaçlar. Bu bağlamda boyahane bölümünde de sürekli iyileştirmeler yapmaktadır.

Parça boyama bölümünde poliamid ürünlerin boyanması için, her prosedür adımının gerçekleşmesinde kullanılan, temiz suyun alınıp boşaltılması (şarj işlemi) adımı, temiz suyun sürekli açık kalıp, kirli suyun boşaltılması (taşarlı yıkama) adımı ve yüksek sıcaklıkta tekrarlı yıkamaları gerektiren boyama adımlarından oluşmaktadır. Proje ile, boyahane işletmemizde parça boyama bölümünde şarj ve taşarlı yıkama adımlarında birim maliyetlerimizin enerji ve su giderlerinden dolayı yüksek olması ve Poliamid boyama proses sürelerinin uzunluğu nedeniyle mevcut sipariş miktarının karşılanabilmesi için mesai yapma ihtiyacının oluşması sorunları oluşmaktadır. Süreçte karşılaşılan sorunlar nedeniyle poliamid boyama proseslerimizin ve enerji gider kalemlerimizin detaylı incelenerek, iyileştirilmesi gerekliliğini oluşturmuştur.

DENEYSEL

Materyel

Poliamid boyamada ilk denemeler yapılması için parça numune makinasında 2 kg ağırlığında açık, orta ve koyu renk boyanması için, 6 kg poliamid numuneler seamless makinesinde tüp olarak örülmüştür. Uygulanmakta olan prosedür ve yeni prosedür denemesi üzerine numuneler ayarlanmıştır.

Metot

Çalışmanın dokuz farklı adımda kontrolü gerçekleştirilmiştir. Proje ekibinin oluşturulması ve görev yetki dağılımının yapılması, mevcut durumun analiz edilmesi, literatür analizinin gerçekleştirilmesi, hedef oluşturma, sebep-sonuç analizi, uygulama planlarının oluşturulması ve denemelerin yapılması,

denemeler sonucunda kumaş ile ilgili testlerin ve ölçümlerin yapılması, sonuçların değerlendirilmesi ve yorumlanması, yeni prosesin faaliyete alınmasıdır.

Faaliyetler kapsamında yapılan uygulamada: selülozik lifli kumaşlar için uygulanan ön işlem ve taşar işlemlerine yönelik literatür incelenmiş, üretime uygulanabilecek alternatif prosesler seçilmiştir. Üretim ve Ar-ge ile odak grup toplantıları gerçekleştirilmiştir. Yeni prosedürler ile ilgili süre ve akış denemeleri yapılarak müşteri kalite beklentilerine uygun optimum proses belirlenmiştir. Problem çıkması durumunda literatür araştırmaları derinleştirilecek ve yeni denemelerin yapılması öngörülmüştür. Çalışma kapsamında karşılaşılan en büyük risklerden birisi taşar ve diğer adımların kaldırılması sonucunda kalite kriterlerinin karşılanamaması yani hidrofilit ve haslık değerlerinin müşteri isterilerini karşılamamasıydı. Ayrıca boyamada kullanılan tüm reçetelerin tekrar güncellenmesi gerekmekteydi ve bu da renk tekrarlanabilirliğini riske atmaktaydı. Çalışma kapsamında yapılan deneysel çalışmalar ve optimizasyon için kademeli geçiş prosesleri sayesinde kalite kriterlerini sağlayan boyamalar yapılması sağlanmıştır. Ayrıca reçetelerin güncellenmesi ve renk devamlılığı sağlanabilmiştir.

SONUÇLAR/TARTIŞMA

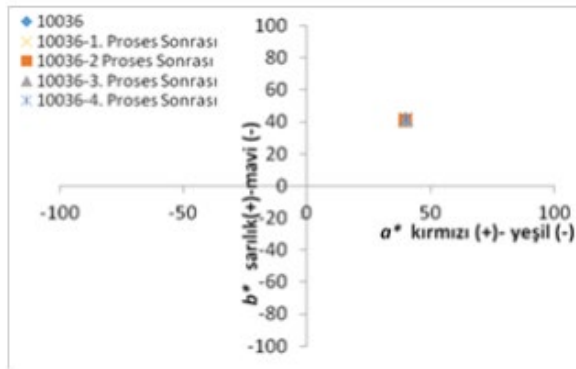
Proje uygulamaları öncesinde koyu renk poliamid bir ürünün boyama prosesleri sırasında 1 kg için 16200 L su tüketilirken proje sonrası 8100 L su tüketilmektedir. Açık ve orta renk ürünler de 1 kg ürün için 9400 L su tüketimi olurken proje sonrası bu miktar 3700 L'ye düşmüştür. En çok su tasarrufu ise koyu renk ürünlerin boyama proseslerinde gerçekleştirilmiştir. Açık-orta ve koyu renk ürünler için proses basamakları farklı olduğu için en çok su tasarrufu koyu renk ürünlerin yıkamalarında gerçekleştirilmiştir.

Proses adımlarının kısaltılması ile zaman tasarrufu da sağlanmıştır. Eski sistemde koyu renklerde toplam boyama süresi 8 saatten, yeni proses de 4,5 saate, açık ve orta renkli ürünlerin boyamasında ise 5 saatten 4 saate düşmüştür. Böylelikle koyu renklerde %44 zamandan iyileşme, orta ve açık renklerde %20 iyileşme sağlanmıştır. Tasarruf yapımı sayesinde mesai ihtiyacı kalkmış, zamandan tasarruf edilmiştir. Mesai daha önce %3,7 iken yeni proses de %0 olmuştur.

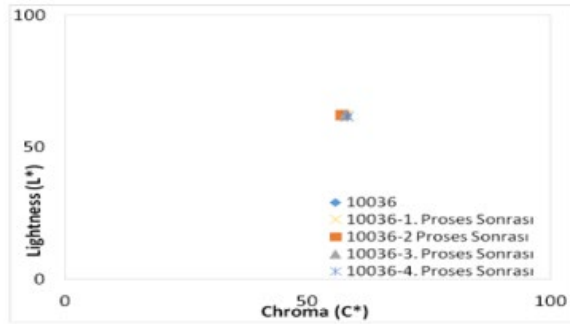
Deney numunelerinin renk ölçümleri spektrofotometre ile yapılmıştır. Renk ölçümlerinin sonuçlarına bir örnek aşağıda (şekil 1-2-3-4) verilmiştir.

	L*	a*	b*	C*	h	dE*
10036	62,26	39,72	41,96	57,78	46,56	
10036-1. Proses öncesi	62,25	39,71	41,99	57,79	46,59	0,033
10036-2. Proses öncesi	62,36	39,56	41,17	57,09	46,14	0,813
10036-3. Proses Sonrası	62,65	39,94	41,64	57,70	46,19	0,554
10036-4. Proses Sonrası	61,79	39,92	42,23	58,11	46,60	0,577

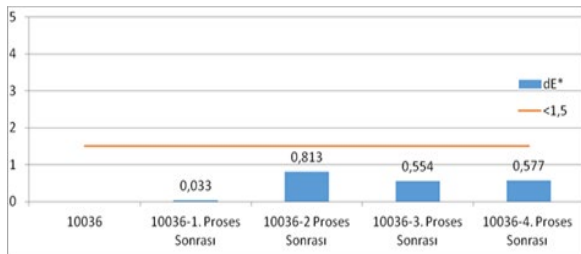
Şekil 1. Numunelerin Proses Öncesi ve Sonrası Spektrofotometre Renk Değerleri



Şekil 1. a* (kırmızılık)- b*(sarılık) değerleri



Şekil 2. L* (açıklık-koyuluk)- C*(doygunluk) değerleri



Şekil 3. dE* (toplam renk farkı) değerleri

Renk ile ilgili sarılık (a*)-kırmızılık (b*) grafikleri (şekil 1), açıklık-koyuluk (L*)- kroma (C*) (şekil 2) grafikleri incelendiğinde tüm verilerin birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. Bu durum renkler arasında bir farklılık olmadığını göstermektedir. Yapılan denemeler sonucunda boyahane işletmesinde Polyamid boyama prosesinde taşarlı yıkama adımının kaldırılması ve proses süresinin azalması sonucunda renk ve haslık değerleri negatif olarak etkilemediği gözlemlenmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Poliamid içerikli koyu ve orta renkli ürünlerde taşarlı yıkama adımının kaldırılması ile çeşitli ürünler üretilmesi sağlanarak firmanın pazardaki rekabet gücünün artırılması ve sürdürülebilirliğine katkı sağlamıştır. Ayrıca proses adımının kısaltılması ile elde edilen su, kimyasal ve enerji tasarrufu sayesinde, boyahanenin çevreye saldırdığı atık su yükü ve enerji kullanımı azaltılıp sınırlı su ve enerji kaynaklarının hızlıca tükenmesi engellenmesine katkıda bulunulmuş, etkin kullanımı gerçekleştirilerek maliyet açısından da uzun vadede kazanım elde edilmiştir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Bu ve benzeri proses optimizasyonu boyahanenin diğer bölümlerine de örnek olmuş, uygulama işlemi başlatılmıştır. Bu proje yeni Ar-Ge proses optimizasyonu projelerinin başlatma potansiyeli yaratmıştır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Ozanteks Tekstil Ar-Ge merkezi tarafından, 21S05 özkaynak proje numarası ile desteklenmiştir. Ayrıca, bu çalışma, 119C070 nolu TÜBİTAK 2244 Sanayi Doktora Programı Projesi kapsamında sürdürülebilir ürünler geliştirilmesine destek vermektedir.

KAYNAKLAR

1. İçoğlu, H. İ., 2006. Pamuklu Dokunmuş Kumaşların Reaktif Boyarmaddelerle Boyanması Ve Uygulama Yöntemlerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi. Adana. 179syf.
2. Yazır, E., 2011. Boyama Kalitesinin İyileştirilmesi Yöntemleri. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Müh. Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi. Denizli. 62 Syf
3. Tamtürk, H. F., 2007. Pamuklu Dokuma Kumaşlara Uygulanan Seçilmiş Ön Terbiye İşlemlerinin Kumaş Performansına Etkisi. Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Adana.

4. Türkiye' nin Su Riskleri Raporu, 2014. Eriřim tarihi: 24.06.2021.

http://awsassets.wftr.panda.org/downloads/turkiyeni_n_su_riskleri_raporu_web.pdf

ORCID numaraları:

ELİBÜYÜK Sultan ARAS:

<https://orcid.org/0000-0002-1866-6332>

ÇÖREKCİOĞLU Mustafa:

<https://orcid.org/0000-0001-7976-6049>

GELGEÇ Esra:

<https://orcid.org/0000-0001-7999-5757>

YILDIRIM F. Filiz:

<https://orcid.org/0000-0003-3490-8538>

KOPTUR TASAN Perinur:

<https://orcid.org/0000-0001-9052-1763>

DEMİR Özlem:

<https://orcid.org/0000-0003-1505-2164>



CHAPTER 2

SÜRDÜRÜLEBİLİRLİK | SUSTAINABILITY

Wool Dyeing by Using Sappan Wood as a Natural Colorant via Metal Chelation

BUKHARI MOHD Nadeem^{1,2}, SHABBIR Mohd², RATHER JAMEEL Luqman²,
MOHAMMAD Faqeer², DEMIR Ali¹

¹Department of Textile Engineering, Istanbul Technical University, Istanbul, Turkey

²Department of Chemistry, Jamia Millia Islamia University, New Delhi, India

bukhari@itu.edu.tr

SUMMARY

Environmental concerns and awareness have favored the development of sustainable products and processes that are less impacting to the environment and human health. In this study, we explore the dyeing properties of extract of Sappan wood as a natural dye for coloration of wool. The extract shows red color and is characterized by FTIR and UV visible spectroscopic techniques. Moreover, three mordants such as ferrous sulphate, potassium aluminium sulphate and stannous chloride have been used to fix and make shades with different hue and tone. Unmordanted dyed wool was used as the reference to know the improvement in the color as well as fastness properties. The typical color of fabric dyed with extracts of sappan wood without mordant varies from yellowish to red. Light yellowish shades were obtained in case of alum mordanted samples whereas, stannous chloride gives vibrant red shades and yellowish shades were obtained by using ferrous sulphate mordant. Light colorfastness of the premordanted dyed samples was relatively better than unmordanted dyed samples. The wash fastness of all samples mordanted as well as unmordanted shows color change fairly good to good level, whereas, the color staining on wool and cotton was found to be negligible. The results of color fastness to crocking were found that at low concentration of dye the woolen yarn samples show better rub fastness properties.

Key words: Sappan wood bark; Dyeing; Mordants; Fastness Properties; Shades

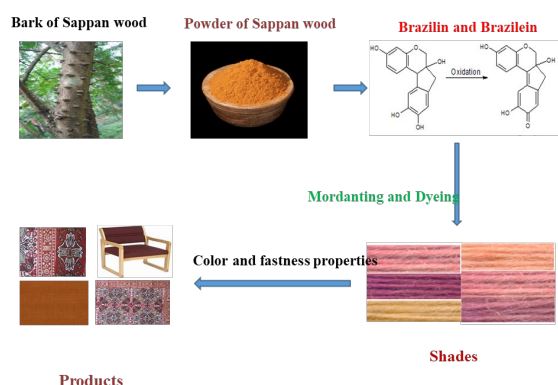
ORCID No:

BUKHARI MOHD Nadeem; 0000-0002-6880-0835

MOHAMMAD Faqeer;

DEMİR, Ali; 0000-0001-8898-941

Graphical abstract



Investigation on modification of hemp fibers with different chemical treatments

KAYA, Seher^{1*}, ASLAN, Mustafa Yasin², ONER, Eren¹,
¹Uşak University, Textile Engineering Department, Uşak, Turkey
²Uşak University, Chemical Engineering Department, Uşak, Turkey
*seherkaya.uu@hotmail.com.tr

ABSTRACT

In this study, it is aimed to investigate the use of raw hemp fibers by using sustainable chemical methods in textile production. For this purpose, biologically pooled and mechanically processed hemp samples are used to obtain hemp fibers. Various types of chemical treatment procedures are applied to remove the pectin and lignin from the structure of hemp plant. The preliminary results of chemical treatments and related analyses are presented within the context of the study. As a result, the removal of lignin and pectin from the structure of hemp without totally damaging the cellulose and hemicellulose structure is achieved for both biologically pooled and mechanically processed hemp samples.

PURPOSE

The use of hemp fibers that have been cottonized with special processes as alone or a blend in short staple spinning can be a promising way of use of natural fibers instead of synthetic equivalents due to their many positive performance properties. In this way, natural equivalents will be used instead of synthetic fibers used for performance, they will gain a more environmentally friendly quality, foreign dependency in production will decrease, their technical and performance characteristics will improve, and significant contributions will be made to the regional and national economy.

In this study, it is aimed to investigate the innovative and ecofriendly cottonizing methods of hemp fibers, to examine the conditions for their use in short staple spinning and to test the performance properties of the specially cottonized fibers.

Procurement of hemp fibers, examining the effects of different chemical applications on the fibers, optimization of the chemical treatment that to be applied to obtain lignin free hemp fibers, finding short staple spinning possibilities with cottonized hemp fibers were determined as the goals of the research study.

As a result of the chemical treatment, it is aimed that the hemp fibers have a fineness and rigidity close to the staple polyester fibers, which are currently used as strength increasing fiber in short staple spinning. By using the hemp fibers to be cottonized with the methods applied within the scope of the study in short fiber spinning, it is aimed to have higher strength, close

friction and unevenness properties compared to the existing conventional short staple yarns.

INTRODUCTION

Today, researchers have aimed both evaluating the cannabis plant according to its characteristics and developing new production methods in their studies on cannabis. The main reason is that when hemp fibers are mixed with cotton and similar raw materials, it allows to produce more durable yarns and the yield per unit area is high. For this reason, hemp fiber is in a competitive position against synthetic fibers, glass fibers and many fibers. In fact, hemp fiber is lighter than glass fiber in the field of use, therefore this characteristics of hemp gives itself priority especially in heat and sound insulation. In addition to this, hemp can be able to be compared with synthetic fibers in terms of durability and stability due to that it has a similar structure and cross-section with them.

Hemp, a member of cannabinaceae family, is an annual woody plant. Hemp fibers contain mainly cellulose/hemicellulose (78%), lignin (9%) and small amount of pectin^{1,2}. The presence of lignin and pectin, both in the fiber structure and between the layers, makes the fiber harder, more frangible, reducing its ability to drawing and spinning³. There are methods such as mechanical separation (decortication), retted, chemical treatment and enzyme application for the separation of the fibers from the stems.

The one of the main problems of using hemp fibers in relevant industries is the lack of a well-established delignification process that removes lignin from the hemp fibers. There are several methods in the literature to remove/dissolve lignin and/or pectin from the plant/tree structures to obtain cellulose and hemicellulose. These methods are generally named as alkaline process and bleaching. In the studies conducted in the literature, the bleach concentration in the solution is given as approximately 5-10 mL/L. Another parameter, the liquor ratio, was used in the range of solution: fiber = 10:1 – 30:1. There are mainly three types of bleaches which are chlorine-based, peroxide-based and sulphur dioxide (reductant)-based bleaches⁴. Although peroxide-based bleached has some disadvantages such as high cost and damaging the fiber strength, using the optimized amounts can open new rooms for use of hemp in textile industry larger amounts.

-
- KAYA, Seher (0000-0003-1796-3375)
 - ASLAN, Mustafa Yasin (0000-0002-4091-2114)
 - ONER, Eren (0000-0003-2770-414X)

Table 1. The chemical procedures applied in the study

	Chemicals Used	Operation Conditions	
		Alkali Treatment	Bleaching
Method 1	NaOH + H ₂ O ₂	80 °C, 1 h	80 °C, 1 h
Method 2	NaOH+ NaBO ₃ .4H ₂ O	80 °C, 1 h	80 °C, 1 h
Method 3	Boric acid+ NaBO ₃ .4H ₂ O	80 °C, 1 h	80 °C, 1 h
Method 4	Boric acid+ H ₂ O ₂	80 °C, 1 h	80 °C, 1 h

Within the scope of this study, it was aimed to investigate the usage of raw hemp fibers by using sustainable chemical methods in textile production.

EXPERIMENTAL

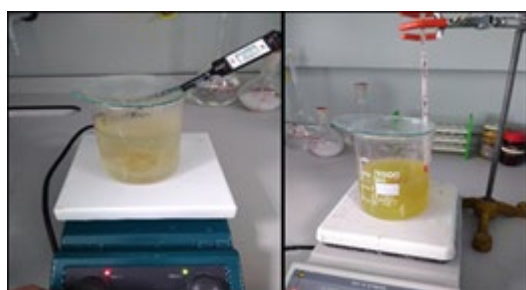
Material and method

Two types of hemp are obtained from the producers. One type of the hemp is retted and the other one is subjected to decorticate. The retted and decorticated hemp samples are treated with different types of chemical procedures. The main details of chemical procedures that are applied to the hems are given in Table 1.

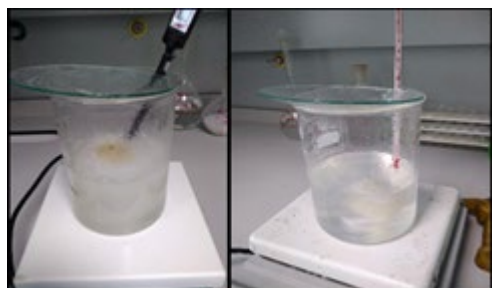
ATR-FTIR analyses were performed in a Perkin Elmer Spectrum Two spectrometer. 64 scans were recorded with 4 cm⁻¹ resolution in the range of 4000–450 cm⁻¹.

EXPERIMENTAL RESULTS/DISCUSSION

The photos of hemp fibers are taken before and after the chemical treatments in order to demonstrate the physical change in hemp fibers as shown in Figure 1. It is observed that during the alkaline treatment the woody, brown and hard structure of hemp has partially vanished as it can be seen in Figure 1.



Before and after alkali treatment



Before and after bleaching

Figure 1. Alkaline and bleaching treatments of hemp fibres

The color of the solution during the alkaline treatment is changed from transparent to a brownish color. This can be attributed to the dissolved lignin in water^{5,6}. The

brownish color of hemp fibers starts changing to the ecru-white color after the solution temperature is reached to the 60°C during bleaching process, which is the indication of oxidation of undesired (lignin and pectin) chemicals and removing of them from the fiber structure⁷.

FT-IR characterization studies are carried out to reveal the chemical content of the hemp fibers after alkaline and bleaching treatments (Figure 2). When the infrared spectra of decorticated and retted hemp fibers before and after chemical treatment are examined, a significant decrease in the magnitudes of the peaks observed at 2900–2800 cm⁻¹, 1750 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹, 1020 cm⁻¹ and 750 cm⁻¹ wavenumbers. The decrease in the peaks that observed at 1454 cm⁻¹ and 1260 cm⁻¹, and 1750 cm⁻¹ wavenumbers can be attributed to the indication of removal of lignin and pectin, respectively^{8,9}.

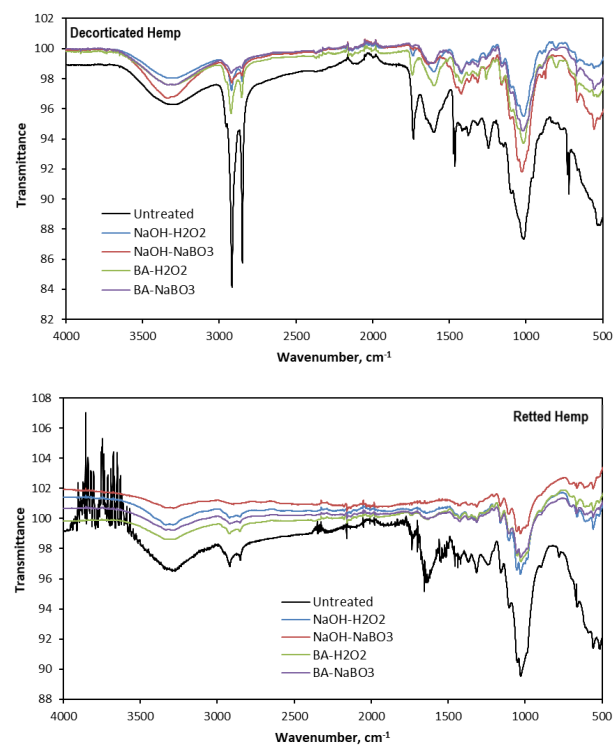


Figure 2. FTIR analysis of decorticated and retted hemp fibers

CONCLUSION

The investigation of chemical composition of hemp fiber before and after chemical treatments showed that lignin and pectin can be removed from the fiber structure efficiently using NaOH as an alkaline solution and

sodium perborate and/or hydrogen peroxide as bleaching agents at high temperature conditions. This chemical treatment procedure is both well-known in textile industry and requires less chemical and process operation, therefore operation costs for hemp delignification decreases proportionally. In the light of preliminary results, it can be said that the production of industrial scale short staple yarn that is obtained from raw hemp plant is promising when chemical treatment methods is applied in optimum conditions.

SUGGESTIONS FOR FUTURE WORK

It is observed during the preliminary study, concerning the bleaching of hemp fibers to get rid of lignin and pectin to obtain cellulose and hemicellulose fibers, that hemp can be used as strength increasing fiber in yarn structure instead of synthetic fibers. However, there should be some improvements on the bleaching process of hemp to use it industrially in terms of both costs and sustainable chemical procedure. The suggestions and future work are listed below:

- It is observed heat and mass transfer problems during the bleaching of hemp fibers when they are stacked in a cylindrical shell. Therefore, a new strategy for performing the bleaching process in an efficient way will be developed.
- The cost of peroxide type bleaches are higher than the commercially used ones. Therefore, a study focused on the optimization of peroxide concentration to decrease the cost will be conducted
- The traditional bleaching process is a high temperature and high pressure process. This also another cost item. Carrying out the process at milder conditions can be a promising way to apply the process industrially.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author extends her appreciation to the Department of Textile Engineering at the Uşak University for helping the work through the research.

REFERENCES

- [1] Başer, İ. 2002. Elyaf Bilgisi. İstanbul: Marmara Üniversitesi Döner Sermaye İşletmesi Teknik Eğitim Fakültesi Matbaa Birimi.
- [2] Ulaş, E. 2018. Gerçek Köye Dönüş Projesi: Kenevir. İstanbul: Hiperlink Yayınları.
- [3] Cierpucha, W., Kozłowski, R., Mankowski, J., Wasko, J., Mankowski, T. 2004. "Applicability of flax and hemp as raw materials for production of cotton-like fibres and blended yarns in Poland", *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 3(47), 12-18.
- [4] Farr, J.P., Smith, W.L., Steichen, D.S. 2003. *Bleaching Agents*. New Jersey: John Wiley & Sons.
- [5] Zhang, H., Bai, Y., Yu, B., Liu, X., Chen, F. 2017. "A practical process for lignin color reduction: fractionation of lignin using methanol/water as a solvent", *Green Chemistry*, 19(21), 5152-5162.
- [6] Irvani, S., Varma, R.S. 2020. "Greener synthesis of lignin nanoparticles and their applications", *Green Chemistry*, 22(3), 612-636.

[7] Zeng, H., Tang, R.-C. 2014. "Application of a novel bleach activator to low temperature bleaching of raw cotton fabrics", *The Journal of Textile Institute*, 106(8), 807-813.

[8] Stevulova, N., Cigasova, J., Estokova, A., Terpakova, E., Geffert, A., Kacik, F., Singovszka, E., Holub, M. 2014. "Properties characterization of chemically modified hemp hurds", *Materials*, 7(12), 8131-8150.

[9] Dai, D., Fan M. 2010. "Characteristic and performance of elementary hemp fibre", *Materials Science and Application*, 1(6), 336-342.

Basic Blue 41 (BB41)'in Tekstil Atık Sularından Manyetik Modifikasyon Yöntemleri ile Hazırlanmış Doğal Klinoptilolit ile Arıtımı

BAŞKAN, Gülşah¹, LEVENT, Menderes², AÇIKEL, Ünsal³

¹Uşak Üniversitesi Teknoloji Transfer Ofisi Proje Destek Birimi, Uşak TÜRKİYE, ²Uşak Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü, Uşak, TÜRKİYE, ³Cumhuriyet Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü, Sivas, TÜRKİYE
gulsah.mersin@usak.edu.tr

ÖZET

Bu çalışmada manyetik olarak modifiye edilmiş doğal Manisa-Gördes klinoptiloliti ile tekstil atık sularından Basic Blue 41 (BB41) adsorpsiyonuna modifikasyon yöntemlerinin ve başlangıç pH'nın etkisi incelenmiştir. Kimyasal birlikte çöktürme ve mekanokimyasal yöntemlerle sentezlenen iki tip manyetik zeolitinin boya giderim performansını incelemek için adsorpsiyon çalışmaları kesikli sistemde 0-600 µ partikül boyutundaki 0,1 g adsorbent ile 250 rpm karıştırma hızı ve 100 mg/L çözelti derişiminde sabit 25°C'de gerçekleştirilmiştir. Deneyler sonunda kimyasal birlikte çöktürme yöntemi ile partikül boyutu küresel olan ve uniform dağılıma sahip partiküller elde edilmiştir. Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen manyetik zeolitinin BB41 giderim performansının pH: 5-10 aralığında mekanokimyasal yöntemle göre sentezlenen manyetik zeolite göre daha yüksek olduğu bulunmuştur. Bu çalışmanın manyetik zeolitlerle katyonik boya adsorpsiyonu için etkili modifikasyon yönteminin seçilmesi konusunda literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

AMAÇLAR

Manyetik zeolitlerin, doğal zeolitlere göre katyonik boya giderim performanslarının daha yüksek olduğu bilinmektedir. Bu nedenle pek çok çalışma adsorbentlerin giderim performanslarının artırılması için manyetik modifikasyon yöntemlerinin geliştirilmesine odaklanmıştır. Manyetik zeolitler yüksek giderim kapasiteleri yanında adsorpsiyon sonrasında çözeltiden kolay ayrılması açısından madde ve enerji kaybını en aza indirmektedir. Bu avantajları nedeniyle bu çalışmada iki farklı manyetik zeolit sentez yöntemiyle elde edilen manyetik klinoptilolitin BB41 giderim performansının incelenmesi amaçlanmıştır.

Literatürde birlikte çöktürme ve mekanik yöntemler ile manyetik kompozit sentezini açıklayan pek çok yöntem belirtilmiştir. Ancak bu yöntemlerin birbirlerine göre avantaj ve dezavantajlarını açıklayan kombine çalışmaların sayısı yetersizdir.

GİRİŞ

Tekstil atık suları, yüksek kimyasal oksijen ihtiyacı (COD), yoğun renk, yüksek pH, yüksek sıcaklık ve düşük biyolojik bozunurluk gibi özellikleri nedeniyle en kirlili atık sularından biridir¹. Atık su içerisindeki renkli bileşenler, atık su ile birlikte su kütlelerine deşarj edildiğinde, alıcı suyun reoksijenasyon kapasitesini durdurur ve güneş ışığını absorbe etmesini engeller. Böylece sudaki biyolojik aktiviteyi bozar². Tekstil ürünleri çeşitliliğinin gün geçtikçe artmasıyla, üretim prosesinde değışken kimyasal özelliklere sahip farklı boya maddeleri kullanılmaktadır. Bu durum tekstil atık sularının arıtılmasını zorlaştırmaktadır¹. Tekstil atık sularının geleneksel arıtım yöntemleri adsorpsiyon, biyolojik arıtma, oksidasyon, çöktürme ve flokülasyon şeklinde sıralanabilir. Bu yöntemler arasında, adsorpsiyon teknolojisi, atık suyu düşük maliyet ve yüksek verimle arıtmak için yaygın ve verimli olarak kullanılmaktadır³⁻⁵. Son yıllarda zeolitler ve bunların kompozitleri, atık sularından boya giderim performanslarının artırılması için modifiye edilmektedir⁶. Atık su arıtımı için modifiye edilmiş zeolitler, sadece yapısal özellikleri değil, aynı zamanda optimize edilmiş performans ve düşük maliyeti nedeniyle de dikkat çekicidir⁷. Genel olarak modifikasyon yöntemleri, fiziksel modifikasyon, kimyasal modifikasyon ve birleşik modifikasyon olarak sınıflandırılabilir. Bu yöntemler arasında manyetik modifikasyon kimyasal birlikte çöktürme, termal ayrışma, hidrotermal sentez, poliol işlemi, sol-gel ve kimyasal indirgenme yöntemleriyle gerçekleştirilebilir⁸. Kimyasal birlikte çöktürme, manyetik kompozitlerin hazırlanması için en çok kullanılan yöntemdir ve farklı işlem basamaklarını içerir. Bunlar:

- BAŞKAN, Gülşah (0000-0002-2852-6114)
- LEVENT, Menderes (0000-0002-6363-1614)
- AÇIKEL, Ünsal (0000-0003-4969-8502)

- a. Demir çözeltisi karışımına (FeSO₄.7H₂O ve FeCl₃.6H₂O veya FeCl₃.6H₂O ve FeCl₂4H₂O veya Fe(NO₃)₃9H₂O) demir nanopartiküllerinin

çökeltilmesi için amonyum veya sodyum hidroksit veya $\text{NH}_3\text{H}_2\text{O}$ ilave edilmesi.

- b. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ kullanılarak nanoparçacıkların (Fe_3O_4) çökeltilmesiyle modifikasyonun $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, EDTA gibi katkı maddeleri ile gerçekleştirilmesi⁹.
- c. İlk olarak, nanopartiküllerin (Fe_3O_4) çökeltilmesi, daha sonra, Fe_3O_4 'ün *Cyclosorus interruptus*, silika ve polimer gibi malzemelerle karıştırılması ve daha sonra, kompozitin nihai uygulamasına göre 3-aminopropiltrioksosilan veya potasyum persülfat ilave edilmesi¹⁰.

Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi dışında, mekanik kuvvetlerin uygulanmasıyla gerçekleşen mekanokimyasal yöntem gibi "çevreye uyumlu" sentez yöntemleri de manyetik demir oksitleri ve ferrit nanoparçacıklarının sentezlemek için kullanılmaktadır¹¹⁻¹³. Mekanokimya, kimyasal aktivasyonun çeşitli yollarından biridir. Katı hal mekanokimyasında, malzemelerin öğütülmesiyle teknik olarak indüklenen katıların deformasyonu ve kırılması nedeniyle termal olmayan kimyasal reaksiyonlar meydana gelir. Bu işlem sırasında mekanik enerji kimyasal reaksiyonlara ve faz dönüşümlerine neden olur¹⁴.

Günümüzde, mekanokimyasal sentez esas olarak demir oksitlerin ve ferritlerin üretimi için kullanılmaktadır. Bununla birlikte, mekanokimya, orijinal olarak manyetik olmayan toz halindeki partiküllerden manyetik olarak tepki veren malzemelerin hazırlanması için de başarılı bir şekilde kullanılabilir.

Bu çalışmada manyetik klinoptilolit ile tekstil atık sularından BB41 adsorpsiyonuna modifikasyon yöntemlerinin ve başlangıç pH'ının etkisi incelenmiştir. Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenen manyetik zeolitler, tekstil atıksularının arıtımında yeni, alternatif ve ucuz bir adsorban olarak kullanılabilir.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada kullanılan BB41 (Blue XGRL) Uşak tekstil organize sanayi bölgesinde faaliyet gösteren Kuyucak Mensucat firmasından, manyetik zeolit sentezinde kullanılan klinoptilolit ise İzmir Bayraklı'da bulunan Gördes Zeolit firmasından temin edilmiştir. Manyetik zeolit sentezi için gerekli olan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, NaOH ve NH_4OH Merck, Boston USA Chemistry, Sigma-Aldrich firmalarından satın alınmıştır.

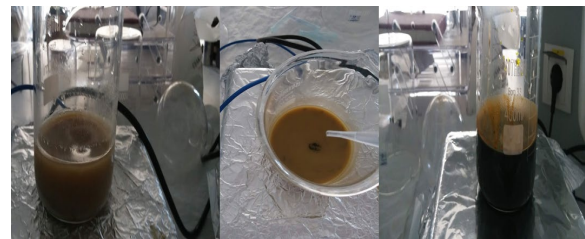
Yöntem

BB41 ön işlemden geçirilmeden, adsorpsiyon çalışmaları için kullanılmıştır. BB41 çözeltisi, susuz BB41 ($\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_6\text{S}_2$, 482,57 g/mol) boyar maddesinden 1 g alınarak 1000 mg/L derişiminde 1 L hacminde balon jodede hazırlanmıştır. Deneylerde kullanılacak manyetik zeolitler, zeolitin demir bileşikleri ile kimyasal birlikte çöktürme yöntemiyle ve mekanokimyasal yöntemle sentezlenmiştir. Birim manyetik zeolit kütlesi tarafından adsorplanan BB41 miktarı Eşitlik 1'deki gibi hesaplanmıştır¹⁵.

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (1)$$

Burada; q_e , dengede adsorbent gramı başına adsorpladığı adsorbat miktarını (mg/g), C_0 , başlangıç adsorbat derişimini (mg/L), C_e , dengede adsorban tarafından adsorplanan adsorbat derişimini (mg/L), m , adsorban kütlesini, V , çözelti hacmini (L) ifade etmektedir.

Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi: Doğal klinoptilolit'in demir oksit parçacıkları ile manyetik modifikasyonunun yapıldığı yöntemde 5 g zeolit, 1,6 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ve 4,2 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 100 mL'lik distile suda ultrasonik karıştırıcı kullanılarak karıştırılmıştır. Çözelti pH'ı 0,1 N NaOH ile 10'a ayarlanmış ve karışım 24 saat boyunca 160 rpm'de karışmaya bırakılmıştır. 24 saat sonunda çözelti rengi turuncudan siyaha dönene kadar damla damla 6.5 M NaOH eklenmiştir. Siyah renk oluşuktan sonra çözelti 1 saat boyunca 160 rpm'de karıştırılmaya devam edilmiştir. Elde edilen çözelti süzülüp üç kez distile su ile yıkandıktan sonra 24 saat boyunca 60 °C'de etüvde kurutulmuştur. Zeolitin manyetik özellik kazanıp kazanmadığı neodyum mıknatıs ile test edilmiştir¹⁶.



Şekil 1. Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi ile manyetik zeolit sentezi

Mekanokimyasal yöntem: 1,35 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 0,50 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 4 g NaCl 10 dk. boyunca havanda ezilmiştir. İçine 1,2 g zeolit eklenerek havan içinde ezme işlemine devam edilmiştir. Daha sonra 1,22 g KOH eklenerek 10 dk. daha hava içinde tüm malzemelerin ezilerek karışması sağlanmıştır. Elde edilen manyetik zeolit üç kez distile su ile yıkanmış ve 55 °C'de 24 saat boyunca kurutulmuştur¹⁷.



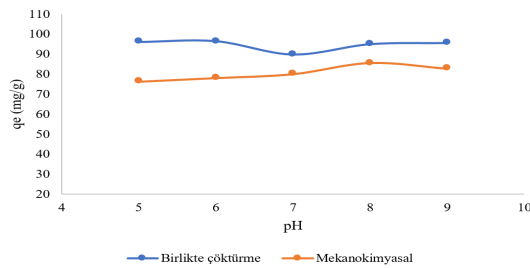
Şekil 2. Mekanokimyasal yöntemle manyetik zeolit sentezi

BB41'in manyetik klinoptilolit ile yapılan adsorpsiyon çalışmaları kesikli sistemde çalışan 100 mL'lik çalışma hacminde 250 mL'lik tepkime kaplarında yürütülmüştür. 100 mg/L derişiminde hazırlanan boya çözeltilerinin adsorpsiyonu 250 rpm karıştırma hızında 298 K'de inkübatörde 240 dk. boyunca incelenmiştir. Çözeltilerin pH değeri 0,1 M NaOH ve HNO₃ kullanılarak ayarlanmıştır. Deneysel çalışmalarda 100 mL'lik erlenlere ayrı ayrı 0-600 µ partikül boyutuna sahip 0,1 g manyetik zeolit eklenmiştir. Belirli zaman aralıklarında BB41 çözeltilerinden alınan 5 mL'lik örnekler 3000 rpm'de 7 dk. santrifüjlenmiştir. Santrifüjleme işleminden sonra 5 mL'lik örnekten 1 mL alınarak hacmi 10 mL'ye seyreltilmiştir. Seyreltilmiş numune örnekleri çözeltide adsorplanmadan kalan adsorbatların derişiminin bulunması için kullanılmıştır. Örneklerin absorbans değerleri 610 nm'de UV-vis spektrometresi kullanılarak ölçülmüştür.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

1. BB41 adsorpsiyonuna başlangıç pH'ının etkisi

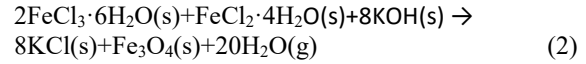
Şekil 3.'de kimyasal birlikte çöktürme yöntemiyle pH: 6'da en yüksek adsorpsiyon kapasitesi elde edilirken mekanokimyasal yöntemle pH: 8'de adsorpsiyon kapasitesi en yüksektir. Ancak her iki durumda da adsorplanan BB41 miktarı birlikte çöktürme yönteminde daha yüksektir. Örneğin pH: 7'de birlikte çöktürme yöntemiyle maksimum adsorpsiyon kapasitesi 89,91 mg/g iken, mekanokimyasal yöntemle aynı pH değerinde 79,96 mg/g olarak hesaplanmıştır.



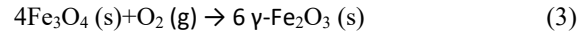
Şekil 3. Farklı modifikasyon yöntemleri ile BB41 adsorpsiyonuna etki eden başlangıç pH değerleri

2. BB41 adsorpsiyonuna manyetikleştirme yönteminin etkisi

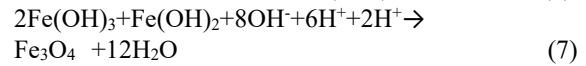
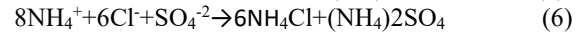
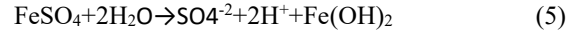
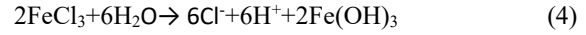
Manyetik klinoptilolit mekanokimyasal sentezinde, hidratlı katı demir bileşikleri manyetit parçacıkları oluşturmak üzere KOH ile reaksiyona girmiştir. Aglomerasyonu önlemek için ise, öğütmeden önce sodyum klorür ilave edilmiştir. Manyetik klinoptilolit sentezindeki reaksiyon aşağıdaki gibidir.



Reaksiyon sonunda elde edilen manyetit parçacıkları inert hava ortamında kararlı olduğu için hava oksidasyonu ile birlikte manyetit parçacıkları magemit parçacıklarına dönüşür¹⁸.



Kimyasal birlikte çöktürme yönteminde ise aşağıdaki reaksiyonlar meydana gelmiştir¹⁹:



BB41'in adsorpsiyon kapasitesinin mekanokimyasal yöntemle hazırlanan manyetik zeolit ile daha düşük çıkmasının sebebi modifiye edilen klinoptilolit kimyasal bileşimi nedeniyle stokiometrik olmayan magemit oluşumu olabilir¹⁷.

Bunun dışında manuel olarak gerçekleştirilen işlemde klinoptilolit kafes yapısının içerisine magemit parçacıklarının tam olarak bağlanacağı reaksiyon sıcaklığına ulaşamaması olabilir. Mekanokimyasal yöntemde homojen olmayan zeolit-Fe₃O₄ etkileşimleri sentezlenen manyetik zeolit manyetik özelliklerini doğrudan etkilemiştir.

Daha önce yapılan çalışmalarda kuru ve yaş mekanokimyasal proseslerde öğütme yoğunluğu, partiküllerin bağ çarpma hızı, partiküllerin homojen dağılımı ve partikül boyutu gibi parametrelerin sentez reaksiyonlarını doğrudan etkilediği bildirilmiştir²⁰⁻²¹.

Bunun dışında kimyasal birlikte çöktürme yönteminde zeolit partikülleri ile demir bileşiklerinin yakın temasını etkileyen iki faktör vardır. Bunlar reaksiyon süresince ısının stabil olmaması ve karıştırma hızıdır. Sürekli karıştırma ve ısıtma sırasında dispersiyon sıvısının buharlaşması, karışma bölgelerindeki homojen olmayan etkileşimler manyetik zeolit sentezini etkileyebilir¹⁹.

GENEL SONUÇLAR

Boya giderim verimi katyonik boyalar için yüksek pH'larda daha yüksektir. Düşük pH'larda, manyetik zeolit yüzeyindeki adsorpsiyon bölgeleri için boyadaki katyon gruplarıyla rekabet eden daha fazla H⁺ iyonu nedeniyle katyonik boyalarda adsorpsiyon yüzdesi daha azdır. Bu durum, pH arttıkça yüzey yük yoğunluğunun azalmasıyla, boya ile adsorbanın yüzeyi arasındaki elektrostatik itmenin azalmasından kaynaklanmaktadır. Bu da yüksek pH'larda adsorpsiyonun büyüklüğünde bir artışa neden olur²².

Tablo 1. Manyetik klinoptilolit sentez yöntemleri ve bunların ürün morfolojisi, avantajları ve dezavantajları açısından karşılaştırılması

Yöntem	Avantajlar/Dezavantajlar
Mekanokimyasal (Manuel)	1. Düzensiz küreler 2. Uygulaması basit 3. Uniform olmayan partikül boyutu 4. Reaksiyon için yetersiz sürtünme sıcaklığı
Kimyasal birlikte çöktürme	1. Küresel uniform partiküller 2. Basit ve verimli 3. Uniform partikül boyutu 4. Sıcaklık ve karıştırma hızının stabil olmaması

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Kimyasal birlikte çöktürme yöntemi basit, izlenebilir ve verimli olması nedeniyle manyetik materyal sentezinde etkili bir şekilde kullanılabilir. Bu yöntemle sentezlenen demir bileşiklerinin manyetik özellikleri; partikül boyutu, kullanılan tuzun tipi, Fe⁺² ve Fe⁺³ oranı, pH ve iyonik güce bağlıdır. Bu nedenle manyetik zeolit sentezinde zeolit/demir bileşiklerinin oranı ve Fe⁺²: Fe⁺³ oranına dikkat edilmelidir. Yüksek demir oksit içeriği nedeniyle kompozitlerin adsorpsiyon kapasitesindeki azalmayı önlemek için zeolit/Fe ve Fe⁺²/Fe⁺³ ağırlık oranı sırasıyla 3:1 ve 1:2 olarak seçilebilir. Bunun dışında sentezlenen manyetik zeolitlerin karakterizasyonu manyetik özellikleri hakkında daha fazla bilgi verecektir. Bunun için sentez sonrasında örneklerin VSM (Vibrating Sample Magnetometer) analizi yapılmalıdır.

FON KAYNAĞI/BİLGİLENDİRME/TEŞEKKÜR

Bu çalışma Sivas Cumhuriyet Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi (BAP/M-764 kodlu proje) tarafından desteklenmektedir. Yazarlar, Kuyucak Tekstil (Uşak-Türkiye) ve Gordes Zeolite (İzmir-

Türkiye) firmalarına BB41 ve klinoptilolit temini için teşekkürlerini belirtiyorlar.

KAYNAKLAR

1. O'Neill, C., Hawkes, F. R., Hawkes, D. L., Lourenço, N. D., Pinheiro, H. M., & Delée, W. (1999). Colour in textile effluents - sources, measurement, discharge consents and simulation: a review. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 74(11), 1009–1018.
2. Akçakoca, E., Korlu, A. (2016). *Textile Wastewater Treatment*. Publisher: InTechOpen.
3. Qadeer, R. (2007). Adsorption behavior of ruthenium ions on activated charcoal from nirtic acid medium. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 293(1-3), 217–223.
4. Ahmad A, Mohd-Setapar SH, Chuong CS, Khatoon A, Wani WA, Kumar R, et al. (2015) Recent advances in new generation dye removal technologies: novel search for approaches to reprocess wastewater. *RSC Adv* 5(30), 801–818.
5. Ghorbani, M., & Eisazadeh, H. (2013). Removal of COD, color, anions and heavy metals from cotton textile wastewater by using polyaniline and polypyrrole nanocomposites coated on rice husk ash. *Composites Part B: Engineering*, 45(1), 1-7.
6. Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. (2014). Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 209, 172–184.
7. Syafalni, R. A. & Nair, P. S. (2013) New approach of heavy metal (Chromium, iron, copper and nickel) removal using surfactant modified zeolite for tin mining wastewater. *WASJ* 27 (5), 614–620
8. Noor, N. M., Othman, R., Mubarak, N. M., & Abdullah, E. C. (2017). Agricultural biomass-derived magnetic adsorbents: Preparation and application for heavy metals removal. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 78, 168–177.
9. Keochaiyom, B., Wan, J., Zeng, G., Huang, D., Xue, W., Hu, L. et al. (2017). Synthesis and application of magnetic chlorapatite nanoparticles for zinc (II), cadmium (II) and lead (II) removal from water solutions. *Journal of Colloid and Interface Science*, 505, 824–835.
10. Vojoudi, H., Badiei, A., Bahar, S., Mohammadi Ziarani, G., Faridbod, F., & Ganjali, M. R. (2017). A new nano-sorbent for fast and efficient removal of heavy metals from aqueous solutions based on modification of magnetic mesoporous silica nanospheres. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 441, 193–203

11. Bellusci, M., Aliotta, C., Fiorani, D., La Barbera, A., Padella et al. (2012). Manganese iron oxide superparamagnetic powder by mechanochemical processing. Nanoparticles functionalization and dispersion in a nanofluid. *Journal of Nanoparticle Research*, 14(6).
12. Das, D., Sureshkumar, M. K., Koley, S., Mithal, N., & Pillai, C. G. S. (2010). Sorption of uranium on magnetite nanoparticles. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 285(3), 447–454.
13. Lin, C.-R., Chu, Y.-M., & Wang, S.-C. (2006). Magnetic properties of magnetite nanoparticles prepared by mechanochemical reaction. *Materials Letters*, 60(4), 447–450.
14. Beyer, M. K., & Clausen-Schaumann, H. (2005). Mechanochemistry: The Mechanical Activation of Covalent Bonds. *Chemical Reviews*, 105(8), 2921–2948.
15. Gougazeh, M., Kooli, F., & Buhl, J.-C. (2019). Removal Efficiency of Basic Blue 41 by Three Zeolites Prepared from Natural Jordanian Kaolin. *Clays and Clay Minerals*.
16. Badeenezhad, A., Azhdarpoor, A., Bahrami, S., & Yousefinejad, S. (2019). Removal of methylene blue dye from aqueous solutions by natural clinoptilolite and clinoptilolite modified by iron oxide nanoparticles. *Molecular Simulation*, 1–8.
17. Safarik, I., Horska, K., Pospiskova, K., Filip, J., & Safarikova, M. (2014). Mechanochemical synthesis of magnetically responsive materials from non-magnetic precursors. *Materials Letters*, 126, 202–206.
18. Lu, J., Yang, S., Ng, K. M., Su, C.-H., Yeh, C.-S., Wu, Y.-N., & Shieh, D.-B. (2006). Solid-state synthesis of monocryalline iron oxide nanoparticle based ferrofluid suitable for magnetic resonance imaging contrast application. *Nanotechnology*, 17(23), 5812–5820.
19. Almásy, L., Creanga, D., Nadejde, C., Rosta, L., Pomjakushina, E., & Ursache-Oprisan, M. (2015). Wet milling versus co-precipitation in magnetite ferrofluid preparation. *Journal of the Serbian Chemical Society*, 80(3), 367–376.
20. Güler, Ö., Evin, E. (2012). Carbon Nanotubes Formation by Short-Time Ball Milling and Annealing of Graphite. *Optoelectronics And Advanced Materials – Rapid Communications*, 6(1-2), 183 – 187.
21. Maurice, D., & Courtney, T. H. (1995). Modeling of mechanical alloying: Part III. Applications of computational programs. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26(9), 2437–2444
22. Mersin, G., Açikel, Ü., & Levent, M. (2021). Efficient adsorption of Basic Blue 41 from textile wastewaters by natural and magnetically modified

Manisa-Gördes clinoptilolite. *Chemical Engineering and Processing- Process Intensification*, 169, 108632.

Preparation Of New Generation Waterborne Polyurethane Dispersions with Non-Isocyanate Route

DALGAKIRAN, Dilek¹

¹Yalova University, Polymer Materials Engineering Department
dilek.dalgakiran@yalova.edu.tr

PURPOSE

The aim of this project is to develop non-isocyanate waterborne polyurethane coatings that are versatile and environmentally-friendly.

New generation polyurethane coating synthesized on a waterborne non-isocyanate route by using different chemical reactants (cyclic carbonate, polydiamine and crosslinker resin).

INTRODUCTION

Polyurethanes (PU) are one of the most versatile plastic materials. The wide availability of raw materials allows the development of polyurethane based industrial and consumer products to solve challenging problems, convert to different shapes, and meet the needs of specific applications. There are many types of polyurethane that can be used in flexible furniture in upholstered furniture, hard foam used as insulation material in walls and roofs, thermoplastic polyurethane used in medical devices and shoes, coatings used in floors and automotive applications, adhesives, sealing compounds and elastomers.

Nowadays, the trend is to reduce the proportion of volatile organic compounds in polyurethane synthesis in order to obtain more sensitive materials towards the environment without reducing the expected performance of the materials. At the same time, restrictions have begun to come to the use of isocyanates due to their toxic properties and studies have focused on non-isocyanate polyurethane synthesis.

However, due to the limitation of the volatile organic compounds (VOC) released into the atmosphere, environmentally friendly polyurethane materials have become popular and accepted in industrial applications¹. Coatings and adhesives dominated the global water-based polyurethane market, with a share of over 75% by volume in total consumption in 2014². The raw materials of WPU dispersions are diisocyanates, polyols, chain extenders (hydrophilic chain extender and difunctional low molecular chain extender), neutralizers and water. The choice of isocyanate and polyol is important as the structure affects the formation of hard and soft parts.

At this point, continuing the use of isocyanate, which is harmful to the environment and human health, cannot be seen as a completely environmental approach. For this reason, studies on the synthesis of isocyanate-free polyurethane are also common in the literature².

Isocyanates, one of the starting materials used in the production of polyurethane, raise some health hazard concerns. The Occupational Safety and Health Administration has published regulations regarding the hazards and exposure limits of isocyanates. During the commercial process of isocyanate production, the reaction of phosgene with amines occurs. Phosgene is a colorless, highly reactive and highly toxic gas³. These concerns have led to the development of alternative polyurethane synthesis methods. At alternative methods, carbon dioxide is directly or indirectly consumed as a sustainable feedstock for polyurethane production⁴. Isocyanate-free polyurethanes (NIPUs) can be obtained by three general polymer synthesis methods: addition polymerization, polycondensation, and ring-opening polymerization. In the synthesis of the most popular and potentially industrially important polyurethanes, the reaction of multifunctional cyclic carbonates with aliphatic primary diamines or polyamines has been identified as an attractive route in isocyanate-free synthesis⁵⁻⁹. In addition, according to the literature, NIPUs are more resistant to chemical degradation, 20% more resistant to abrasion, can be applied on wet surfaces and can be cured under cold conditions when compared to polyurethanes produced by traditional method. It was even observed that they showed 30% more adhesion than conventional polyurethane¹⁰.

EXPERIMENTAL

Material and Methods

A tetraol and diphenyl carbonate were used to synthesis bis-cyclic carbonate. A disulfide, succinic anhydride and sodium bicarbonate (NaHCO₃) were used to prepare WNIPU dispersion. Melamine based resin was used in coating solution as a crosslinking agent. All starting materials and solvents were used without further purification unless otherwise noted.

DALGAKIRAN, Dilek (0000-0001-7292-8666)

We carried out the polyaddition of the bis-cyclic carbonate and disulfide to obtain the corresponding WNIPU (waterborne non-isocyanate polyurethane). The obtained WNIPU was dispersed in water. Then, the waterborne WNIPU coating prepared with commercial melamine resin dispersion via an ultrasonic treatment. The mixture was applied to an aluminum panel with curing process (50 °C 2 h., 60 °C 1 h and 120 °C 20 min.).

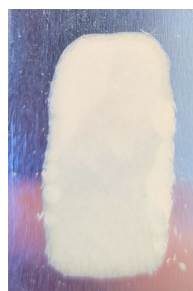
FT-IR spectra are measured on a Perkin Elmer spectrometer spectrum one model between 650 and 4000 cm^{-1} by using ATR mode.

RESULTS AND DISCUSSIONS

WNIPU was prepared using a two-step approach: (1) synthesis of the monomers and (2) preparation of the polymer. The reaction was monitored by FTIR and ^1H NMR.

At the first step, bis-cyclic carbonate is successfully synthesized as a white solid. In the FTIR analysis, 1750 cm^{-1} (stretching) and 1070 cm^{-1} (stretching) peaks confirm the presence of -C=O and -C-O-C- groups in the bis-cyclic carbonate structure, respectively. The ^1H NMR spectrum of crude bis-cyclic carbonate showed a sharp singlet signal at 4.42 ppm assigned to the methylene protons.

At the second step, WNIPU synthesized successfully and monitored by ^1H NMR. WNIPU dispersion is added to melamine resin dispersion and mixed homogeneously via vortex (1300-1500 rpm). WNIPU coating is white and show the possible potential in coating industry (Figure 1).



RESULTS

In conclusion, WNIPU was synthesized successfully in aqueous solution via a new isocyanate- and catalyst-free waterborne polymerization method. NMR analysis demonstrated that molecular weight of the WNIPU grow to as high as 3000 g/mol. The coating was rigid and white color. In summary, this work offers a new

solution for sustainable and greener polyurethane based on bis-cyclic carbonate and demonstrate a good promise for not only conventional solvent-based but also environmentally friendly water-based coatings.

FURTHER WORK

The mechanical and chemical properties will be identified. The ratio of the components will be changed and the results will be compared with each other. The use of water-based non-isocyanate PHU materials in self-healing applications is planned as future studies.

FUNDING

This work was supported by Scientific Research Projects Units of Yalova University [Grant Number 2018/AP/0008].

REFERENCES

- Zhou, X., Li, Y., Fang, C., Li, S., Cheng, Y., Lei, W. ve Meng X. 2015. "Recent Advances in Synthesis of Waterborne Polyurethane and Their Application in Water-based Ink: A Review" *Journal of Materials Science & Technology*, 10.1016/j.jmst.2015.03.002.
- Panda, S. S., Panda, B. P., Sanjay, K. ve Mohanty, N. S. 2017. "A Review on Waterborne Thermosetting Polyurethane Coatings Based on Castor Oil: Synthesis, Characterization and Application", *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, <https://doi.org/10.1080/03602559.2016.1275681>
- Krol, P. 2007. "Synthesis methods, chemical structures and phase structures of linear polyurethanes. Properties and applications of linear polyurethanes in polyurethane elastomers, copolymers and ionomers. *Prog. Mater. Sci.*, 52, 915–1015.
- Santerre, J.P., Woodhouse, K., Laroche, G. ve Labow, R.S. 2005. "Understanding the biodegradation of polyurethanes: From classical implants to tissue engineering materials", *Biomaterials*, 26, 7457–7470.
- Fu, C., Zheng, Z., Yang, Z., Chen, Y. ve Shen, L. 2013. "A fully bio-based waterborne polyurethane dispersion from vegetable oils: From synthesis of precursors by thiol-ene reaction to study of final material", *Prog. Org. Coat.*, 77, 53–60.

- More, A. S., Maisonneuve, L., Lebarb , T., Gadenne, B.; Alfos, C. ve Cramail, H. 2013b. "Vegetable-based building-blocks for the synthesis of thermoplastic renewable polyurethanes and polyesters", *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 115, 61–75.
- Desroches, M., Escouvois, M., Auvergne, R., Caillol, S. ve Boutevin, B. 2012. "From vegetable oils to polyurethanes: Synthetic routes to polyols and main industrial products", *Polym. Rev.*, 52, 38–79.
- Miao, S., Wang, P., Su, Z. ve Zhang, S. 2014. "Vegetable-oil-based polymers as future polymeric biomaterials", *Acta Biomater.*, 10, 1692–1704.
- Figovsky, O. L., Beilin, D. ve Leykin, A. 2013a. "Advanced patented protective nanomaterials and Coatings", *Int. Lett. Chem. Phys. Astron.*, 10, 102-109.

Propolis Katkılı Antibakteriyel Nişasta Film Üretimi

YAVUZ, Betül¹, AYDIN, Gülsüm², KALEMTAŞ, Ayşe¹

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

²Selçuk Üniversitesi, Fen Fakültesi, Biyoteknoloji Bölümü, Konya, Türkiye
ayse.kalemtas@btu.edu.tr

ÖZET

Düşük maliyeti ve sürdürülebilir bir malzeme olması sebebiyle tercih edilen nişastanın su tutma özelliği, gıda ürünlerinin raf ömrünü kısaltmakta ve bakteri oluşumuna izin vermektedir. Dolayısıyla nişastanın gıda ambalaj uygulamalarında kullanılabilmesi için çeşitli ilavelerle desteklenerek su bariyer özelliğinin iyileştirilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada arıcılık faaliyetleri sonucu üretilen propolis katkıları, biyolojik olarak parçalanabilen nişasta bazlı filmler üretilmiştir. Propolis içeriğinde bulunan bileşikler ve miktarlarına bağlı olarak, yüksek antioksidan, antikanser, antimikrobiyal ve antiviral özelliğe sahip bir malzemedir. Film üretim sürecinde propolis halkalı öğütücüde toz formuna getirildikten sonra, bilyalı değirmende öğütme işlemi uygulanarak, etken maddelerin suya geçmesi sağlanmıştır. Elde edilen biyokompozit filmlerin ilk karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Üretilen filmlerin Gram pozitif bir bakteri olan *Staphylococcus aureus*'a karşı antibakteriyel etkisi disk difüzyon yöntemi aracılığı ile incelenmiş ve katkısız filmler antibakteriyel aktivite göstermezken propolis özütü katkılı filmlerin bakteri gelişimini inhibe ettiği gözlenmiştir. Filmlerin mekanik özelliklerini geliştirmek amacıyla propolis-nişasta filmlere doğal selüloz lifi takviye edilmiştir. Böylece tamamen doğal malzemeler kullanılarak, düşük maliyetle gıda güvenliğine katkı sağlayabilecek doğal gıda ambalajlarının geliştirilmesi hedeflenmiştir.

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı, antibakteriyel etkinliği kanıtlanmış arıcılık faaliyetleri sonucu üretilen propolisin, yenilebilir film sentezinde daha etkili yöntemlerle geliştirilerek, geleceğin temel sorunu olarak bildirilen sınırlı gıda kaynaklarının korunması ve raf ömrünün uzatılmasıdır. Günümüzde yapılan antibakteriyel film kaplamalarında propolis içerikli çalışmalar incelendiğinde, proses aşamalarında farklı sıkıntılarının sonuçları etkilendiği raporlanmıştır. Dolayısıyla propolis-nişasta-selüloz lifi sentezi yönteminde yeni bir bakış açısı geliştirerek etkinliği yüksek bir antibakteriyel yenilebilir film üretimi gerçekleştirilmiştir.

GİRİŞ

Gıda teknolojisinde özellikle son yıllarda uygulanan yenilebilir filmler taze ve işlenmiş gıda ürünlerinin raf ömrünün uzatılması ve kalitesinin iyileştirilmesi amacıyla geliştirilmektedir. Ayrıca, doğal polimerlere dayalı yeni ambalajların tercih edilmesi, günümüzde ciddi çevre kirliliği sorunu oluşturan sentetik ambalajların kullanımının azaltılmasına imkan sağlamaktadır¹⁴.

Polisakaritler, proteinler ve lipitlerden hazırlanan yenilebilir film ve kaplamalar, biyolojik olarak parçalanabilir, yenilebilir, biyoyumlu, estetik görünümü, oksijen ve fiziksel strese karşı bariyer özellikleri gibi çeşitli avantajlara sahiptir¹⁸. Hem ambalaj filmleri hem de yenilebilir kaplamalar, gıda için yalnızca nem, mekanik ve gaz bariyerleri sağlamakla kalmaz, aynı zamanda antimikrobiyal ve antioksidan aktiviteleri olan doğal biyoaktif maddeler (polifenolik bileşikler, nanopartiküller ve uçucu yağlar) için taşıyıcı görevi de görmektedir⁴².

Biyobozunur paketleme ile ilgili olarak, nişasta, yenilebilir bir kaynak olması, yaygın olarak bulunması, işlenmesi nispeten kolay ve ekonomik olması nedeniyle yaygın olarak kullanılan tarımsal hammaddedir¹⁵. Nişasta, lineer D-glukan amiloz ve yüksek oranda dallanmış amilopektin olmak üzere iki polimerin karışımıdır. Bu iki polimer, jelleşme ve kristallenme gelişimi açısından farklı davranışlar sergilemektedir. Jel oluşumunda, amiloz ve amilopektin, bir makromoleküler ağ oluşturmak için moleküller arası fiziksel çapraz bağlar oluşturur²⁰. Nişastanın makromoleküler ağındaki fiziksel çapraz bağlar, esas olarak, filmlerin daha yüksek gerilme mukavemetine katkıda bulunan mikrokristal amiloz alanları tarafından oluşturulur³². Literatürde tatlı patates nişastası⁴¹, bezelye nişastası⁵, mısır nişastası²⁶ ve manyok nişastası⁴⁰ gibi çeşitli nişasta bazlı filmler üzerine birçok çalışma yer almaktadır. Ancak nişasta esaslı filmlerin kırılma, işlenmesinin zor olması ve suya karşı dayanıklı olmaması gibi önemli sorunları bu filmlerin daha geniş uygulama alanlarında kullanımını önemli ölçüde kısıtlamaktadır. Bununla birlikte, bu sınırlamalar birkaç yaklaşımla aşılabilir. Plastikleştiricilerin eklenmesi³⁴, nişastanın sentetik polimerlerle karıştırılması²⁹ ve

nişastanın kimyasal olarak modifiye edilmesi⁴ nişasta filminin özelliklerini iyileştirmeye yönelik yaklaşımlar arasındadır.

Sisal³⁰, pamuk⁶, bambu³⁵ ve buğday¹ gibi doğal selüloz liflerinin nişasta filmlerde takviye malzemesi olarak kullanılması nişasta esaslı filmlerin özelliklerinin geliştirilmesine yardımcı olabilmektedir. Doğal liflerden elde edilen selüloz liflerinin biyo-plastiği güçlendirmek için kullanılması sadece kırılabilirlik sorununu çözmek için bir alternatif değil, aynı zamanda biyolojik olarak parçalanabilirlik ve düşük maliyet gibi bazı avantajlar da sunmaktadır⁴¹.

Arı tutkalı olarak da adlandırılan propolis, işçi arılar tarafından çeşitli bitkilerin müsilaj, sakız ve reçinesinden toplanan doğal bir reçinedir³. Propolis, bal arıları tarafından kovanlardaki çatlağı tıkamak ve bal peteğinin mikrobiyal enfeksiyondan korunması için kullanılmaktadır. Ayrıca propolis, insanlar tarafından MÖ 300'den beri geleneksel bir ilaç olarak kullanılmaktadır²⁵. Propoliste şimdiye kadar amino asitler, aromatik asitler, uçucu yağlar, polifenolik bileşikler ve mumlar dahil olmak üzere 400'den fazla kimyasal madde tanımlanmıştır²⁸. Literatür incelendiğinde bu maddelerin, propolisin antioksidan, antimikrobiyal, antitümör, antiinflamatuvar, antiviral, immünomodülatör, prebiyotik, hepatoprotektif, kardiyoprotektif, nöroprotektif ve yara iyileştirici aktivitelerine katkıda bulunduğu gösterilmiştir¹².

Doğal bir kaynak oluşu, düşük maliyeti ve yüksek biyoaktivitesi nedeniyle propolis, gıda ve ilaç endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır²³. Gıda endüstrisinde propolis, güçlü antioksidan ve antimikrobiyal aktivitelere sahip polifenol bakımından zengin ekstre elde etmek için yaygın olarak çözücüler (örneğin etanol ve su) içinde ekstraksiyon edilir. Hazırlanan propolis ekstresi, lezzeti iyileştirmek ve gıda ürünlerinin mikrobiyal büyümesini engellemek için doğrudan gıdaya eklenebilmektedir. Ayrıca propolis ekstresi, aktif ambalaj filmleri ve yenilebilir kaplamalar geliştirmek için diğer maddelerle (örneğin biyopolimerler, plastikleştiriciler, emülgatörler ve güçlendirici maddeler) karıştırılabilmektedir²⁴. Polifenol bakımından zengin propolis özütünün eklenmesi, biyopolimer bazlı filmlerin yapısal karakterizasyonunu ve fiziksel özelliklerini büyük ölçüde değiştirmektedir. Aynı zamanda, polifenol bakımından zengin propolis özü, filmlerin ve yenilebilir kaplamaların antimikrobiyal ve antioksidan aktivitelerini önemli ölçüde artırabilmektedir. Dolayısıyla, propolis ekstresi bazlı aktif ambalaj filmleri ve yenilebilir kaplamalar, meyve, sebze, et ve balık gibi farklı gıda ürünlerinin muhafazasında yaygın olarak kullanılmaktadır^{9, 11, 22, 33}.

Costa ve arkadaşları¹⁰ tarafından gerçekleştirilen çalışmada, propolis ekstresi içeren filmlerin antimikrobiyal aktivitesi, gerçek gıda ürünleri üzerinde doğrulanmıştır. Propolis ekstresi ve selüloz nanokristalleri ile hazırlanmış manyok nişasta filmlerinin, 28 günlük depolama süresince dilimlenmiş peynirde *Staphylococci Coagulase* pozitifin çoğalmasını engellediği belirlenmiştir. Bununla birlikte söz konusu çalışmada, propolis etanolik özü içermeyen film ve ticari PE film, antimikrobiyal aktivite göstermemiştir.

Skowron ve arkadaşları³¹ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise, propolis etanol çözeltisiyle elde edilen ekstre ve kaplanmış PE filmler, *Listeria monocytogenes* ile kontamine peynir, somon ve salam dilimleri üzerinde farklı antimikrobiyal etkiler göstermiş, bu durum filmlerin antimikrobiyal aktivitesinin gıda türünden etkilendiğini göstermiştir.

Doğal bir koruyucu antibakteriyel ajan olan propolis, et ürünlerine doğrudan eklenebilir, ancak etkinliği konsantrasyona bağlıdır. Ali ve arkadaşları² tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise düşük konsantrasyonlarda (%0,5 – 1,0) propolisten gelen etanol ekstraktları hem proteolitik ve lipolitik mikrofloranın büyümesini hem de taze doğu sosisleri ve taze mısır sığır sosislerinde küf ve mayaların büyümesini engellemiştir.

Vargas-Sánchez ve arkadaşları³⁷ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise sığır köftelerine ve Tuscanstyle sosislerine %2 propolis ekstresi eklendikten sonra daha iyi sonuçlar elde edilmiştir. Mezofilik ve psikrotrofik bakteri sayılarını azaltmış ve bu da sosislerin raf ömrünün önemli ölçüde uzamasına neden olmuştur.

Payandan ve arkadaşları²³ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada soğuk depolama sırasında kıyılmış *Cyprinus carpio* etine eklenen daha yüksek konsantrasyonlarda (%3 - 7) propolis ekstreleri, toplam plaka sayıları, psikrotrofik ve laktik asit bakterileri dahil olmak üzere mikroorganizmaların bozulmasına karşı etkili olduğunu raporlamıştır.

Propolis ekstraktlarının et ürünlerinde gıda kaynaklı patojenlerin büyümesini engellemedeki aktivitesi de Viera ve arkadaşları³⁸ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada araştırılmış ve %2'lik propolis ekstreleri, sosislerde *S. aureus* ve toplam koliformun inhibisyonu üzerinde hiç bir etkiye sahip olmadığı belirlenmiştir.

Casquete ve arkadaşları⁸ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise propolis ekstrelerinin, *Listeria*

monocytogene'e et ürünlerinde *S. aureus*'tan daha duyarlı olduğu tespit edilmiştir. Anti-listeryal etki, fermente et sosisi "Alheira" 0,28 mg/ml konsantrasyonda Portekiz propolis ekstresinin eklenmesinden sonra gözlemlenmiştir.

Koç ve arkadaşları¹³ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise polen ve propolis, bazı mantar patojenlerini kontrol etmeye yardımcı olabileceği belirlenmiştir.

Ali ve arkadaşları² %0,6 oranında propolis ekstresinin taze doğu sosise eklemesiyle, sucuktaki lipidlerin oksidatif değişikliklerini önemli ölçüde geciktirdiğini gözlemlenmiş ve sosisin raf ömrünü uzattığını raporlamıştır.

Ulloa ve arkadaşları³⁶ ise çalışmalarında biraya 0,05-0,15 ve 0,25 g/L propolis ekstresi eklenmesinin oksidasyonu azalttığını ve demleme işleminin kaynama, filtrasyon, şişeleme ve depolama aşamaları sırasında tipik olarak azalan fenolik içeriği güçlendirdiğini raporlamıştır.

Sagdic ve arkadaşları²⁷ elma suyuna %2 ve %5 propolis ekstresinin eklenmesinin, 25 °C'de 24 saat içinde *E. coli* ve *E. coli* O157:H7 hücrelerinin öldürülmesiyle sonuçlandığını bildirmektedir. İlginç bir şekilde bu çalışmada, propolis ekstresinin 25 °C'de 4 °C'ye göre daha yüksek bakterisidal aktiviteye sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Düşük dozlarda (0,2 mg/mL) hafif ısı (20 °C) ile kombinasyon halinde propolis özütünün, pH=4,0'lık bir tamponda *L. monocytogenes* inhibisyonu üzerinde olumlu bir etkisini, Luis-Villaroya ve arkadaşları¹⁶ çalışmalarında gözlemlenmiştir.

Candir ve arkadaşları⁷ tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada ise Akşehir Napolyon kirazı hasattan hemen sonra çeşitli konsantrasyonlarda etanol ile ekstrakte edilmiş propolis (EEP) ve su ile ekstrakte edilmiş propolis (WEP) içerisine daldırılmış ve 4 hafta süreyle 0°C, %85-90 bağıl nemde tutulmuştur. Meyvelere şu işlemler uygulanmıştır; suya daldırma, etanol (%70) içine daldırma, %1, 5 ve %10 etanol ile ekstrakte edilmiş propolise daldırma ve %1, 5 ve %10 konsantrasyonlarda su ile ekstrakte edilmiş propolise daldırma. Propolisin mantar çürümesi insidansı ve meyve kalitesi (ağırlık kaybı, toplam çözünür katılar, titre edilebilir asitlik, kabuk rengi, gövde esmerleşmesi, yüzey çukurlaşması, görünüm ve tat) üzerindeki etkileri depolama sırasında haftalık aralıklarla değerlendirilmiştir. Etanol ile ekstrakte edilen propolis uygulamaları, kirazlarda 4 hafta boyunca mantar çürümesini önlemede etkili olurken, kirazların duyuşal

kalitesini ve gövde rengini olumsuz yönde etkilediği bildirilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Biyokompozit film üretiminde yerli üretim propolis, doğal selüloz lifi ve mısır nişastası kullanılmıştır. Plastikleştirici olarak Tekkim/Türkiye'den temin edilen gliserol takviyesi yapılmıştır.

Yöntem

Film Üretimi

Propolis-selüloz lifi-nişasta filmini üretmek için öncelikle propolisin istenilen tane boyutuna getirilmesi için halkalı öğütücüde 900 rpm, 3 dakikada kuru öğütme işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen toz propolis, %1 oranında tartılarak 100 ml saf su içerisinde bilyalı değirmende öğütme uygulanarak propolisteki etken maddelerin suya geçmesi sağlanmıştır. Ekstreya ağırlıkça %5 mısır nişastası ve %2 selüloz lifi katılarak doğal kökenli gıda ambalajı döküm yöntemiyle üretilmiştir.

Antibakteriyel aktivite

Üretilen propolis özütü katkılı ve katkısız nişasta filmlerin antibakteriyel aktiviteleri Gram pozitif bir bakteri olan *Staphylococcus aureus*'a karşı disk difüzyon yöntemi kullanılarak test edilmiştir. Bunun için öncelikli olarak, bakteri Nutrient broth'a ekilerek 18 saat, 37 °C'de çalkalamalı olarak inkübe edilmiştir. Daha sonra serum fizyolojik kullanılarak bakteri konsantrasyonu 10⁶ kob/ml olacak şekilde seyreltilmiş ve yayma yöntemi ile katı Nutrient agar plaklarına ekilmiştir. Filmlerden kesilen 10 mm çapındaki diskler, 10 dakika UV ışık altında tutulmak suretiyle sterilize edildikten sonra bakteri ekilen plaklara yerleştirilmiştir. 24 saat, 37 °C'de inkübasyon yapıldıktan sonra filmler etrafında oluşan şeffaf inhibisyon zonları gözlemlenerek filmlerin antibakteriyel aktivitesi değerlendirilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Bu çalışma kapsamında nişasta esaslı gıda ambalajı üretimi öncelikli faaliyetleri sonucu elde edilen propolis katılarak döküm yöntemiyle üretilmiştir. Döküm yöntemi ekonomik oluşu ve kolay uygulanabilir olması nedeniyle tercih edilmiştir. Nişasta esaslı filmlerin özelliklerini geliştirmek amacıyla doğal fiber takviyesi gerçekleştirilmiştir. Doğal fiber olarak selüloz lifi tercih edilmiştir. Seçilen sistemde

hem biyolojik olarak parçalanabilen, hem de özellikleri nişasta filmlere oranla daha iyi olan nişasta bazlı filmler üretilmiştir. Propolis içeriğinde bulunan bileşikler ve miktarlarına bağlı olarak, yüksek antioksidan, antikanser, antimikrobiyal ve antiviral özelliğe sahip bir malzeme olduğu için bu çalışmada antibakteriyel özellik sağlaması amacıyla kullanılmıştır. Film üretim sürecinde istenen yüzey kalitesinde özellikler geliştirmek amacıyla propolis öncelikle halkalı öğütücüde kuru formda öğütülerek ince toz formuna getirildikten sonra, bilyalı değirmende öğütme işlemi uygulanarak, etken maddelerin suya geçmesi sağlanmıştır. Elde edilen biyokompozit filmlerin ilk karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiş olup bu alandaki çalışmalarımız halen devam etmektedir.



Şekil 1. Üretilen Propolis-nişasta-selüloz lifi filmine ait makroskopik görüntü

Şekil 1’de üretilen biyokompozit filme ait makroskopik görüntü sunulmaktadır. Üretilen filmlerin dalgalı yüzey görüntüsüne sahip olduğu görülmektedir. Propolisin moleküller arası etkileşimi azaltmasıyla, filmlerdeki nem alma kapasitesi azalmaktadır. Tablo 1’de görüldüğü üzere % nem oranı katkısız nişasta film için ~%60,1 oranında, selüloz lif katkılı nişasta film ~%28,5 ve propolis katkılı selüloz lif takviyeli nişasta film için ise ~%14,0’dır. Gerçekleştirilen selüloz lif ve propolis katkısının nişasta filmin suya karşı afinitesini önemli oranda azalttığı görülmektedir.

Üretilen propolis katkılı antibakteriyel filmlere, fiziksel özelliklerinin iyileştirilmesi için ayrıca doğal selüloz lifi takviye edilmiştir. Doğal atıklardan ambalaj materyalinin temel yapısını oluşturacak matrisin özelliklerini geliştirecek katkı/dolgu maddeleri elde edilebilmektedir. Bunun önde gelen örneklerinden selüloz lifi ve nişasta polimeri birbirleri ile uyumlu ve karışabilen iki biyopolimerdir³⁹. Bu iki polimer kullanılarak hazırlanan film formülasyonunda, propolis

dolgu maddesi ve katkısız selüloz lifi-nişasta kompozit filmi içerdiği hidroksil grupları sebebiyle su moleküllerine karşı çok hassastır²¹. Üretilen propolis-nişasta-selüloz lifi filimine ait makroskopik görüntü Şekil 2’de sunulmaktadır. Genel olarak kullanılan takviyelerin yapıda homojen olarak dağıldığı ancak yapıda belirli oranda yüzey kalınlığı bulunduğu gözlemlenmiştir.

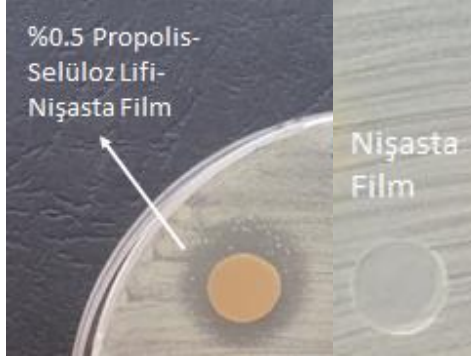
Tablo 1. Propolis-nişasta-selüloz lifi, nişasta ve nişasta-selüloz lifi içeren filmlerin fiziksel özelliklerinin karşılaştırılması

Film İçeriği	Film Kalınlığı (mm)	Nem Oranı (%)
Nişasta	0,11 ± 0,03	60,06 ± 2,430
Nişasta-Selüloz Lifi	0,22 ± 0,01	28,53 ± 0,010
Propolis-Nişasta-Selüloz Lifi	0,19 ± 0,01	14,02 ± 0,001



Şekil 2. Üretilen propolis-nişasta-selüloz lifi filmine ait makroskopik görüntü

Disk difüzyon yöntemi ile elde edilen antibakteriyel test sonuçlarına göre, propolis biyoaktif bileşenlerini içeren filmlerin *S. aureus* bakteri türü üzerinde antimikrobiyal etki gösterdiği gözlemlenmiştir (Şekil 3). Buna karşın, katkılanmamış nişasta bazlı filmin bakteri türüne karşı herhangi bir etki göstermediği anlaşılmaktadır. Martinotti ve Ranzato¹⁷ tarafından gerçekleştirilen çalışmada propolis etken maddelerinin gram pozitif bakterilere karşı daha etkili olduğu ve gram negatif bakterilere karşı sınırlı etki gösterdiği bildirilmektedir. Propolisin etki şekli, fenolik maddeler ile pinokembrin, galangin ve pinobanksin gibi diğer bileşikler arasındaki etkileşimden kaynaklanmaktadır.



Şekil 3. Propolis-nişasta-selüloz lifi katkılı film ve nişasta filmin antibakteriyel test sonuçları

Machado ve arkadaşları⁴³ tarafından gerçekleştirilen çalışmada propolis, bakteri hücresinin bölünmesini durdurmak, hücre duvarını ve bakteriyel sitoplazmayı yok etmek ve protein sentezini durdurmak için bakterisidal bir ajan görevi gördüğü bildirilmektedir. Filmlerin gram pozitif bir bakteri olan *S. aureus*'a karşı aktivite göstermesi, Pinocembrin gibi propolis bileşenleri yoluyla gerçekleştiğini göstermektedir.

- YAVUZ, Betül (0000-0002-6332-4016)
- KALEMTAŞ, Ayşe (0000-0001-7515-5427)
- AYDIN, Gülsüm (0000-0002-3868-8563)

GENEL SONUÇLAR

- Bu bildiriye sunulan çalışma bu sistemde gerçekleştirilmiş olan ilk film üretim ve test sonuçlarını içermekte olup, bu sistemde çalışmalara henüz yeni başlanmıştır.
- Literatür incelendiğinde propolisin pek çok farklı film sisteminde kullanılmakta olduğu görülmektedir. Bu çalışmanın özgünlüğü propolis ile alkol ya da su sisteminde ekstre hazırlayıp kullanmak yerine sulu sistemde bilyalı değirmen sisteminde öğütme işleminin gerçekleştirilmesidir. Ekstraksiyon işleminde sıcak su ile muamele edildikten sonra belirlenen sürelerde beklenmesi gerekirken, bilyalı değirmen sisteminde buna gerek kalmamaktadır. Böylece kısa zamanda etkili bir antibakteriyel ajan solüsyonu hazırlanabilmektedir.
- Propolis-nişasta filme katkılanan doğal selüloz lifi, biyokompozit filmin fiziksel özelliklerini geliştirmiş, nem içeriğini azaltmıştır.
- Antibakteriyel test sonuçlarına göre, propolis biyoaktif bileşenlerini içeren filmlerin *S. aureus* bakteri türü üzerinde antimikrobiyal etki gösterdiği gözlemlenmiştir. Buna karşın,

katkılanmamış nişasta bazlı film, bakteri türüne karşı herhangi bir etki göstermemiştir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Bu bildiriye sunulan çalışma bu sistemde gerçekleştirilmiş olan ilk film üretim ve test sonuçlarını içermekte olup, bu sistemde çalışmalara henüz yeni başlanmıştır. Çalışmanın devamında farklı propolis ve lif içeriğinde nişasta filmlerin üretimi gerçekleştirildikten sonra fiziksel, kimyasal, antibakteriyel ve yapısal karakterizasyon çalışmalarının gerçekleştirilmesi amaçlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Betül Yavuz YÖK 100/2000 Programı, “Koruyucu Tıbbi Malzemeler” öncelikli alanı kapsamında doktora çalışmalarını gerçekleştirmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] Alemdar, A., & Sain, M. (2008). Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. *Composites Science and Technology*, 68(2), 557-565.
- [2] Ali, F. H., Kassem, G. M., & Atta-Alla, O. A. (2010). Propolis as a natural decontaminant and antioxidant in fresh oriental sausage. *Veterinaria italiana*, 46(2), 167-172.
- [3] Anjum, S. I., Ullah, A., Khan, K. A., Attaullah, M., Khan, H., Ali, H., ... & Dash, C. K. (2019). Composition and functional properties of propolis (bee glue): A review. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 26(7), 1695-1703.
- [4] Averous, L. (2004). Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch: a review. *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, 44(3), 231-274.
- [5] Badri, K. H. (2019, June). Effect of cellulose fiber loading on the properties of starch-based films. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 2111, No. 1, p. 050009). AIP Publishing LLC.
- [6] Bismarck, A., Mohanty, A. K., Aranberri-Askargorta, I., Czapla, S., Misra, M., Hinrichsen, G., & Springer, J. (2001). Surface characterization of natural fibers;

- surface properties and the water up-take behavior of modified sisal and coir fibers. *Green chemistry*, 3(2), 100-107.
- [7] Candir, E. E., Ozdemir, A. E., Soyulu, E. M., Sahinler, N., & Gul, A. (2009). Effects of propolis on storage of sweet cherry cultivar Aksehir Napolyon. *Asian J. Chem*, 21, 2659-2666.
- [8] Casquete, R., Castro, S. M., Jácome, S., & Teixeira, P. (2016). Antimicrobial activity of ethanolic extract of propolis in “Alheira”, a fermented meat sausage. *Cogent Food & Agriculture*, 2(1), 1125773.
- [9] Cazón, P., Velazquez, G., Ramírez, J. A., & Vázquez, M. (2017). Polysaccharide-based films and coatings for food packaging: A review. *Food Hydrocolloids*, 68, 136-148.
- [10] Costa, S. S., Druzian, J. I., Machado, B. A. S., de Souza, C. O., & Guimarães, A. G. (2014). Bi-functional biobased packing of the cassava starch, glycerol, licuri nanocellulose and red propolis. *PLoS one*, 9(11), e112554.
- [11] da Cunha, M. C., Passos, F. R., Mendes, F. Q., Pigozzi, M. T., & de Carvalho, A. M. X. (2018). Propolis extract from different botanical sources in postharvest conservation of papaya. *Acta Scientiarum. Technology*, 40, e31074-e31074.
- [12] El-Seedi, H. R., Khalifa, S. A., Abd El-Wahed, A., Gao, R., Guo, Z., Tahir, H. E., ... & Abbas, G. (2020). Honeybee products: An updated review of neurological actions. *Trends in Food Science & Technology*, 101, 17-27.
- [13] Koç, A. N., Silici, S., Kasap, F., Hörmet-Öz, H. T., Mavus-Buldu, H., & Ercal, B. D. (2011). Antifungal activity of the honeybee products against *Candida* spp. and *Trichosporon* spp. *Journal of medicinal food*, 14(1-2), 128-134.
- [14] Krasniewska, K., & Gniewosz, M. (2012). Substances with antibacterial activity in edible films—a review. *Polish journal of food and nutrition sciences*, 62(4).
- [15] Lourdin, D., Della Valle, G., & Colonna, P. (1995). Influence of amylose content on starch films and foams. *Carbohydrate polymers*, 27(4), 261-270.
- [16] Luis-Villaroya, A., Espina, L., García-Gonzalo, D., Bayarri, S., Pérez, C., & Pagán, R. (2015). Bioactive properties of a propolis-based dietary supplement and its use in combination with mild heat for apple juice preservation. *International journal of food microbiology*, 205, 90-97.
- [17] Machado, B., Pulcino, T. N., Silva, A. L., Tadeu, D., Melo, R. G. S., & Mendonça, I. G. (2017). Propolis as an alternative in prevention and control of dental cavity. *immunity*, 19, 24.
- [18] Maizura, M., Fazilah, A., Norziah, M. H., & Karim, A. A. (2007). Antibacterial activity and mechanical properties of partially hydrolyzed sago starch–alginate edible film containing lemongrass oil. *Journal of Food Science*, 72(6), C324-C330.
- [19] Martinotti, S., & Ranzato, E. (2015). Propolis: a new frontier for wound healing?. *Burns & trauma*, 3(1), 1-7.
- [20] Miles, M. J., Morris, V. J., Orford, P. D., & Ring, S. G. (1985). The roles of amylose and amylopectin in the gelation and retrogradation of starch. *Carbohydrate research*, 135(2), 271-281.
- [21] Muppalla, S. R., Kanatt, S. R., Chawla, S. P., & Sharma, A. (2014). Carboxymethyl cellulose–polyvinyl alcohol films with clove oil for active packaging of ground chicken meat. *Food Packaging and Shelf Life*, 2(2), 51-58.
- [22] Passos, F. R., Mendes, F. Q., Cunha, M. C. D., Pigozzi, M. T., & Carvalho, A. M. X. D. (2016). Propolis extract in postharvest conservation banana'Prata'. *Revista Brasileira de Fruticultura*, 38.
- [23] Payandan, E., Sayyed-Alangi, S. Z., Shamloofar, M., & Koohsari, H. (2017). Study of chemical composition and efficacy of different extracts of Iranian propolis on the microbiological and sensory parameters of minced *Cyprinus carpio* meat at 4° C storage. *Journal of Aquatic Food Product Technology*, 26(5), 593-603.
- [24] Pobiega, K., Krasniewska, K., & Gniewosz, M. (2019). Application of propolis in antimicrobial and antioxidative protection of food quality—A review. *Trends in food science & technology*, 83, 53-62.
- [25] Rojczyk, E., Klama-Baryła, A., Łabuś, W., Wilemska-Kucharzewska, K., & Kucharzewski, M. (2020). Historical and modern research on propolis and its application in wound healing and other fields of medicine and contributions by Polish studies. *Journal of Ethnopharmacology*, 113159.
- [26] Saberi, B., Thakur, R., Vuong, Q. V., Chockchaisawasdee, S., Golding, J. B., Scarlett, C. J., & Stathopoulos, C. E. (2016). Optimization of physical and optical properties of biodegradable edible films based on pea starch and guar gum. *Industrial Crops and Products*, 86, 342-352.

- [27] Sagdic, O., Silici, S., & Yetim, H. (2007). Fate of escherichia coli and E. coli O157: H7 in apple juice treated with propolis extract. *Annals of microbiology*, 57(3), 345-348.
- [28] Santos, L. M., Fonseca, M. S., Sokolonski, A. R., Deegan, K. R., Araújo, R. P., Umsza-Guez, M. A., ... & Machado, B. A. (2020). Propolis: types, composition, biological activities, and veterinary product patent prospecting. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100(4), 1369-1382.
- [29] Sanyang, M. L., Sapuan, S. M., Jawaid, M., Ishak, M. R., & Sahari, J. (2016). Effect of plasticizer type and concentration on physical properties of biodegradable films based on sugar palm (*Arenga pinnata*) starch for food packaging. *Journal of food science and technology*, 53(1), 326-336.
- [30] Shah, U., Naqash, F., Gani, A., & Masoodi, F. A. (2016). Art and science behind modified starch edible films and coatings: a review. *Compr Rev Food Sci Food Saf* 15: 568–580.
- [31] Skowron, K., Kwiecińska-Piróg, J., Grudlewska, K., Gryń, G., Wiktorczyk, N., Balcerek, M., ... & Gospodarek-Komkowska, E. (2019). Antilisterial activity of polypropylene film coated with chitosan with propolis and/or bee pollen in food models. *BioMed research international*, 2019.
- [32] Stading, M., Hermansson, A. M., & Gatenholm, P. (1998). Structure, mechanical and barrier properties of amylose and amylopectin films. *Carbohydrate Polymers*, 36(2-3), 217-224.
- [33] Suhag, R., Kumar, N., Petkoska, A. T., & Upadhyay, A. (2020). Film formation and deposition methods of edible coating on food products: A review. *Food Res. Int*, 136, 109582.
- [34] Suppakul, P., Chalernsook, B., Ratisuthawat, B., Prapasitthi, S., & Munchukangwan, N. (2013). Empirical modeling of moisture sorption characteristics and mechanical and barrier properties of cassava flour film and their relation to plasticizing–antiplasticizing effects. *LWT-Food Science and Technology*, 50(1), 290-297.
- [35] Tiexeira, M., Lotti, C., Correa, A. C., Teodoro, B. R., Morcancini, M., & Mattoso, H. C. (2010). Thermoplastic corn starch reinforced with cotton cellulose nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 120, 2428-2433.
- [36] Ulloa, P. A., Vidal, J., Ávila, M. I., Labbe, M., Cohen, S., & Salazar, F. N. (2017). Effect of the addition of propolis extract on bioactive compounds and antioxidant activity of craft beer. *Journal of Chemistry*, 2017.
- [37] Vargas-Sánchez, R. D., Torrecano-Urrutia, G. R., Acedo-Félix, E., Carvajal-Millán, E., González-Córdova, A. F., Vallejo-Galland, B., ... & Sánchez-Escalante, A. (2014). Antioxidant and antimicrobial activity of commercial propolis extract in beef patties. *Journal of Food science*, 79(8), C1499-C1504.
- [38] Viera, V. B., Piovesan, N., MORO, K. I. B., Rodrigues, A. S., Scapin, G., ROSA, C. S. D., & Kubota, E. H. (2016). Preparation and microbiological analysis of Tuscan sausage with added propolis extract. *Food Science and Technology*, 36, 37-41.
- [39] Villarruel, S., Giannuzzi, L., Rivero, S., & Pinotti, A. (2015). Changes induced by UV radiation in the presence of sodium benzoate in films formulated with polyvinyl alcohol and carboxymethyl cellulose. *Materials Science and Engineering: C*, 56, 545-554.
- [40] Xu, Y. X., Kim, K. M., Hanna, M. A., & Nag, D. (2005). Chitosan–starch composite film: preparation and characterization. *Industrial crops and Products*, 21(2), 185-192.
- [41] Yacob, N., Yusof, M. R., Mohamed, A. Z., & Badri, K. H. (2019, June). Effect of cellulose fiber loading on the properties of starch-based films. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 2111, No. 1, p. 050009). AIP Publishing LLC.
- [42] Yong, H., & Liu, J. (2021). Active packaging films and edible coatings based on polyphenol-rich propolis extract: A review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 20(2), 2106-2145.

Beden Boyama Makinelerinde Sürdürülebilir Batık Boyama Prosesi

MESTANLI, Sena¹, EMİROĞLU, Filiz²

¹Yeşim Tekstil Araştırma ve Geliştirme Merkezi (Almaxtex Tekstil Sanayi ve Ticaret A.Ş.)

sena.mestanli@yesim.com

ÖZET

Teknolojinin hızla gelişimiyle birlikte, artan sanayileşme faaliyetlerinde hazır giyim ve moda oluşumlarının ekonomik, çevresel ve aynı zamanda sosyal problemlere yol açmasını engellemek üzere bilinçli ve sürdürülebilir tüketim yapan endüstrilerin sayısı günden güne artmaktadır. Ekolojik ve çevresel sorunlara neden olabilecek endüstrilerin başında gelen tekstil sanayisi, çevre dostu ve sürdürülebilir üretimler yapmak amacıyla büyük yatırımlar yapmış ve yapmaya devam etmektedir. Bu çalışma, piyasaya kıyasla beden boyama alanında, geliştirilen boyama prosesi ile kısa sürede, düşük flottede daha az su tüketimi sağlayarak sürdürülebilir batık etkili bedenler üreterek, aynı zamanda kurumiçinde ticari değer gören bir projedir.

GİRİŞ

Günümüzde bilindiği üzere tekstil sektörü en büyük su sarfiyatı yapan endüstrilerin başında gelmektedir. Teknolojinin gelişmesi ile beraber artan yeni teknolojik makineler, iyileştirilen prosesler ile su/enerji tüketiminin azaltılması, oluşan atıkların indirgenmesine yönelik akademide ve endüstride birçok yeni çalışmalar yapılmıştır. Bilindiği üzere su, en büyük doğal yaşam kaynağımız ve sağlıklı yaşam anahtarımızdır fakat günden güne artan dünya nüfusu, bilinçsiz sanayileşme faaliyetleri ile birlikte su kaynakları, geri dönüşü olmayacak şekilde ekolojik işleyişi tehlikeye atarak tükenmektedir¹. Tüketim davranışlarında 'yeşil çevre' bilinci ile çevresel sorunları odağına alan bilinçli tüketici ve üreticiler faaliyetlerini önemli oranda arttırmıştır². Özellikle tekstil endüstrisi gibi deşarj suyun çevre için toksisite potansiyeline sahip olması çevreci üretim yapmak isteyen tekstil sanayinin, sürdürülebilirlik ve atık su yönetimi ile

AMAÇ

Bu çalışmanın amacı, kurumiçinde yıkama proseslerinin gerçekleştirildiği beden boyama makinelerinin işlevselliği artırılarak, sürdürülebilir beden boyama proseslerinin geliştirilmesidir. Piyasadaki normal beden boyama prosesleri ve jet makinelerinde yapılan boyama prosesleri ile ayrı ayrı kıyaslandığında, su, enerji tüketimi, kullanılan kimyasal ve atık boya sarfiyatının indirgenerek, daha çevreci ve sürdürülebilir bir proses geliştirmektir.

İlgili büyük potansiyelde proje ve atılımlar yapmasına neden olmuştur. Bu kapsamda, boyahane süreçlerinden biri olan beden boyama proseslerinde de sürdürülebilir ve çevreci prosesler önem kazanmıştır. Literatürde yapılan çalışmalara göre, geleneksel tambur tipi beden boyama makinelerinde, bedenler makineye yüklendikten sonra makine su ile doldurulmakta ve boyama reçetesine göre boya ve kimyasallar dozajlanmaktadır. Proseste flotte oranı 1:10 ila 1:30 arasında değişmekle birlikte 1 kg'lık bedenin boyanması için yaklaşık olarak 130-390 litre suyun harcandığı bilinmektedir³. Nihai ürüne kısa sürede ulaşma, düşük maliyet, farklı boyama efektlerini ürüne uygulayabilme gibi avantajları olan beden boyama prosesleri, tükettiği su sarfiyatı nedeniyle endüstride düşük kapasiteli üretim yapmaktadır³. Bu alanda yüksek kapasiteli üretim yapabilmek adına, sürdürülebilir proseslerin geliştirilmesi için çalışmalar hız kazanmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada, iplik olarak 28/1 Ne 100% pamuk süprem kumaşlar kullanılmaktadır. Boyama prosesinde kimyasal olarak tuz, soda, fiksator, tampon asit, yumuşatıcı, boyarmadde olarak direkt boyarmadde grubu kullanılmıştır.

Yöntem

100% pamuk kalitesinden oluşan süprem kumaşlar, kasar yapıldıktan sonra konfeksiyonda beden haline getirilmektedir. Eşzamanlı olarak 100% polyester kalitesinden oluşan polyester mesh kumaş 30x60cm boyutlarında file haline getirilmektedir. Konfeksiyon sürecindeki tüm adımlar tamamlandıktan sonra bedenler eşit bir şekilde filelerin içine batik efekti elde etmek amacıyla rastgele olacak şekilde yerleştirilerek boyama adımı başlatılmaktadır. Proses 1:5 flottede gerçekleştirilerek, 40 derecede belirli oranlarda tuz ve soda verilerek, filelenmiş bedenler ile 10 dakika boyunca işleme tabii tutulmaktadır. Daha sonra, direkt boyarmaddelerle 80 derecede 15 dakika boyunca boyama işlemi gerçekleştirilmektedir. Boyama adımı tamamlandıktan sonra fileler açılarak bedenler serbest halde makinenin içine boşaltılıp, kumaş yüzeyine tutunmamış boyayı uzaklaştırmak ve haslıkları iyileştirmek amacıyla fiksator kimyasalı verilerek 50 derecede 10 dakika boyunca işleme tabii tutulmuştur. En son adım olarak, 40 derecede 10 dakika yumuşatıcı kimyasalı verildikten sonra bedenler makineden çıkartılmıştır, kurutma makinesinde 80 derecede 20-30 dakika kurutulmuştur. Texcolour Numune beden boyama yıkama makinesinde yapılan deneysel çalışma süprem bedenler ile 8 farklı renk için farklı konsantrasyonlardaki boyarmadde ile gerçekleştirilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Deneysel numune çalışmaları sonucunda 8 farklı renk için bedenlerden, test standartlarına uygun bir şekilde yıkama (ISO 105-C06), su (ISO 105-E01), asit ter (ISO 105-E04), sürtme (AATCC 8), pH testi (AATCC 81) ve ışık (ISO 105-B02) haslıkları alınmıştır. Numune bazında çalışılan 8 farklı renkte boyanmış süprem kalite bedenlerin haslık sonuçları tablolardaki gibidir.

Tablo1. Numunlerin Yıkama Haslık Sonuçları

Deneme	Boya	Yıkama		
		Cot.	Nyl.	Pes.
1	%0.5 Grey CGLL	4/5	4	4/5
2	%0.5 Yellow 2G	4/5	1/2	4/5
3	%1 Red F3B	4/5	3/4	4/5
4	%1 Dark Blue	4/5	2	4/5
5	%1 Red BWS	4/5	2	4/5
6	%1 Scarlet 4G	2/3	4/5	4/5
7	%2 Blue BRR	4/5	4/5	4/5
8	%2BlackVSF1200	3/4	4	4/5

Tablo 2. Numunlerin Su Haslık Sonuçları

Deneme	Boya	Su		
		Cot.	Nyl.	Pes.
1	%0.5 Grey CGLL	4/5	4/5	4
2	%0.5 Yellow 2G	4/5	2	2/3
3	%1 Red F3B	4/5	4/5	4/5
4	%1 Dark Blue	4/5	4/5	4/5
5	%1 Red BWS	4/5	4/5	4/5
6	%1 Scarlet 4G	4/5	4/5	4/5
7	%2 Blue BRR	3/4	4	3
8	%2BlackVSF1200	4/5	4/5	4/5

Tablo3. Numunelerin Ter Asit Haslık Sonuçları

Deneme	Boya	Ter Asit		
		Cot.	Nyl.	Pes.
1	%0.5 Grey CGLL	4/5	4/5	4
2	%0.5 Yellow 2G	4/5	3/4	4
3	%1 Red F3B	4/5	4/5	4/5
4	%1 Dark Blue	4/5	4/5	4/5
5	%1 Red BWS	4/5	4/5	4/5
6	%1 Scarlet 4G	4/5	4/5	4/5
7	%2 Blue BRR	4/5	3	4
8	%2BlackVSF1200	4/5	4/5	4/5

Tablo 4. Numunlerin Sürtme, Işık ve pH Haslık Sonuçları

Deneme	Boya	Sürtme		Işık	pH
		Kuru	Yaş		
1	%0.5 Grey CGLL	4/5	2/3	3	4.46
2	%0.5 Yellow 2G	4/5	3	4	4.86
3	%1 Red F3B	4/5	3	2/3	4.65
4	%1 Dark Blue	4/5	2/3	2/3	5.90
5	%1 Red BWS	4/5	2/3	2	5.95
6	%1 Scarlet 4G	4/5	2/3	2/3	5.26
7	%2 Blue BRR	4/5	2/3	3/4	5.60
8	%2BlackVVSF1200	4/5	2	3	4.85

Tablo 1'den görüldüğü gibi farklı konsantrasyonlardaki boya oranları ile farklı renklerde boyanmış süprem kalitesindeki bedenlerin haslık sonuçları yorumlandığında, yıkama, su, ter asit, sürtme, kuru sürtme haslıklarının standartlara uygun olduğu tespit edilmiştir. Deneme 2'deki sarı renginin düşük konsantrasyonda olmasına rağmen yıkama, su ve ter asit haslıklarında naylonu kirlettiği ve düşük derecelendirildiği görülmüştür. Deneme 8'in haslık sonuçları diğer denemeler ile kıyaslandığında, yüksek konsantrasyon ve siyah boyanın verdiği etki ile yaş sürtme haslığının diğer denemelere göre düşük çıktığı tespit edilmiştir. Boyalı tekstil ürünlerinde, özellikle reaktif boyarmadde grubu ile boyanan kalitelere güneş ışığından kaynaklı solmalar meydana gelmektedir⁴. Tüketiciler için önemli kullanım özelliklerinden biri olan ışık haslıkları incelendiğinde özellikle kırmızı renk içeren direkt boyarmadde grubunda ticari değer gören standartların altında kaldığı tespit edilmiştir. Tüm denemelerin pH testinin (AATCC 81) standartlara uygun olduğu tespit edilmiştir. Tüm numuneler ve veriler incelendiğinde, haslık değerlerinin ticari değer gören değerler arasında yer aldığı ve kabul gördüğü bilinmektedir.

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmanın sonunda, direkt boyarmadde grubu ile çalışıldığında istenilen batik efektinin düşük flottede sağlandığı ve diğer beden boyama prosesleri ile kıyaslandığında su, süre ve enerji tüketiminin daha düşük olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca kurumisinde geliştirilen filede beden boyama

yöntemi sayesinde her ürünün birbirinden farklı efektlerde olması, çevreci ve sürdürülebilir bir proses olmasının yanısıra özgün ve biricik efektler oluşmasını sağlayarak süreci eşsiz kılmıştır.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Numune denemeleri incelendiğinde, siyah gibi boya şiddetinin büyük olduğu grupta yaş sürtme haslığının düşük olduğu, sarı gibi karışım boyarmadde grubunda yıkama ve su haslıklarında naylonu kirlettiği yapılan testlerde görülmüştür. Bu durumda haslıkların iyileştirilmesi için bir sonraki çalışmalarda son banyoda verilen fiksator miktarının koyu gruplarda, %2 ve üzeri konsantrasyonlarda artırılmasına yönelik çalışmalar yapılmalıdır.

Diğer bir öneri olarak boya verimini arttırmak adına, kumaş jette yapılan kasar adımından sonra kationizasyon işlemine tabii tutulabilir ve daha sonra beden haline getirilip aynı beden boyama süreci uygulanabilir. Bu sayede, daha düşük konsantrasyonlarda boya kullanılarak aynı renkte efektler elde edilmiş olup, kumaşa tutunmayan boya miktarını azaltılıp, boya alımı artırılmış olacaktır. Bu önerilerin tamamı, bu çalışmada olduğu gibi numune bedenler üzerinde denemeli ve nihai ürünlere uygulanan testlerle karşılaştırılmalıdır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Türkiye Sanayi ve Teknoloji Bakanlığının desteklediği Almaxtex Tekstil Ar-Ge Merkezi tarafından AGM-S2-P14 özkaynak projesi ile yapılmıştır.

KAYNAKLAR

1. ODABAŞOĞLU H. Y., AVİNÇ O.O., YAVAŞ A., (2013). "Susuz Boyama, Tekstil ve Mühendis", 20: 90, 63-79.
2. METLİOĞLU H.H., YAKIN V., (2021). "Tekstilde Sürdürülebilirlik: Hızlı Moda Markalarının Sürdürülebilirlik Stratejileri".
3. Wahab A., Hussain T., (2020). "Eco-Friendly garment processing using aerosol technology".
4. DEMİR A., ÖKTEM T., SEVENTEKİN N., (2008), " Reaktif Boyalı Pamuklu Materyallerinin Işık Haslığına UV Absorplaticılarının Etkisi".

Ceviz Kabuğu Esaslı Polilaktik Asit (PLA) Kompozit Filamentlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu

ÇAKIR YİĞİT, Neşe¹, KARAGÖZ, İdris¹

¹Yalova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü, Yalova, TÜRKİYE
nese.cakir@yalova.edu.tr

ÖZET

Bu çalışmada, yenilenebilir kaynaklardan elde edilen biyo-bazlı ve biyobozunur olan polilaktik asit'in (PLA) düşük olan biyobozunurluğunun ceviz kabuğu (CK) katkısı ile artırılması ve 3D yazıcılarda kullanılabilen bir filament dönüştürülmesi amaçlanmıştır. Çalışmada kullanılan ceviz kabuklarının sert ve yumuşak kısımları birbirinden ayrılmış ve kırıcı/öğütücü değirmende öğütülerek toz haline getirilmiştir. Toz halindeki ceviz kabukları eleme makinesi yardımıyla boyutu <100 mikron olacak şekilde sınıflandırılmıştır. Dört farklı oranda PLA + CK karışımları (%CK-%10/20/30/40) hazırlanmış ve ekstrüzyon makinesinde granül haline getirilmiştir. Hazırlanan CK katkılı karışımlar filament haline getirilmek için tekrar öğütücü değirmende kırılmış ve boyutu <40 mikron altına indirilmiştir. Çalışmada, PLA ve CK karışımları eriyik harmanlama yöntemiyle hazırlanmıştır. 3D yazıcılarda kullanılması amaçlanan CK esaslı PLA filamentlerin ürün performansını arttırmak, mekanik özelliklerini iyileştirmek ve homojen bir renk dağılımı sağlamak için tanecik boyutunun önemli olduğu, büyük boyutlardaki taneciklerin 3D yazıcının nozulünü tıkadığı ve baskı esnasında problemlere neden olduğu tespit edilmiştir.

AMAÇLAR

Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü'nün (FAO) 2019 yılı verilerine göre ceviz üretimi sert kabuklu meyveler içerisinde %9,3'lük pay ile ilk üçte yer almaktadır. Dünya genelinde 2019 yılında toplam 4,5 milyon ton ceviz üretimi gerçekleşmiştir. TÜİK verilerine göre ülkemizde 2020 yılında ceviz üretimi bir önceki yıla göre %27,4 oranında artarak 287 bin ton olarak gerçekleşmiştir. 2021 yılında ise toplam ceviz üretiminin 360-375 bin ton aralığında gerçekleşeceği tahmin edilmektedir. Bu miktarın büyük bir kısmı ayıklanmış olarak satılmakta ve kabuk kısmı genellikle evlerde ve endüstride yakacak olarak kullanılmaktadır. Ceviz kabuğunun selülozik esaslı olması, göreceli olarak sert bir yapıda olması ve ülkemizde bol miktarda bulunması nedeniyle plastik matrisli kompozitlerde dolgu maddesi olarak kullanılabilir. Biyopolimer olmasına rağmen, en iyi biyobozunurluk özelliklerine sahip olmayan, ancak hem endüstride hem de 3D yazıcılarda filament olarak yaygın kullanılan polilaktik asit ceviz kabuğunun dolgu olarak kullanılabilen yüksek potansiyele sahip bir malzeme olarak ön plana

çıkılmaktadır. Bu çalışmada; tarımsal bir atık olan ve atık halinde ülkemiz ekonomisinde bir katma değer üretmeyen ceviz kabuklarının dolgu şeklinde polilaktik asit (PLA) ile birlikte eriyik harmanlama yöntemiyle üretilmesi ve FT-IR spektroskopisi ile yapıdaki fonksiyonel grupların, bağların durumunun ve bağlanma yerlerinin incelenmesi amaçlanmaktadır.

GİRİŞ

Daimî olma yeteneği olarak adlandırılan sürdürülebilirlik, ürün ve hizmetleri hayata geçirirken, kaynakları yenisine ihtiyaç olmadan yerine koymayı, tüm toplum ve bireylerin refahına yönelik üretim ve tüketimi ve çevreye zarar vermemeyi gözetmek şeklinde de tanımlanabilir. Dünyada hızla azalan doğal kaynaklar, çevresel kaygılar vb. birçok nedenle sürdürülebilir ve geri dönüştürülebilir ürünlerin üretilmesi, son yıllarda çevrecilerin ve üretim alanında çalışanların üzerinde önemle durduğu konulardan biridir¹. Bu kapsamda düşük çevresel etki, dünyada bol olarak bulunması, geri dönüştürülebilir olması ve proses kolaylığı gibi nedenlerle termoplastik kompozitlerin üretiminde ceviz kabuklarının kullanımı giderek artmaktadır^{2,3}. Şekil 1'de ceviz ve cevizden elde edilen yan ürünler şematik olarak gösterilmiştir.

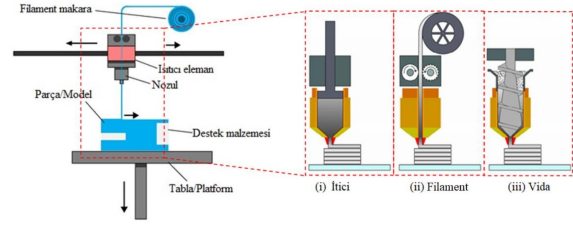


Ceviz kabukları kompozit malzeme üretiminde hem termoset hem de termoplastiklerle birlikte kullanılabilir. Balcıoğlu ve ark.⁴ polyester reçineye eklenen ceviz kabuğu dolgusunun malzemelerin aşınma davranışını iyileştirdiğini gözlemlemişlerdir. Onat ve ark.⁵ polyester reçine, çift eksenli cam elyaf cam elyafli kumaşlar ve ceviz

kabuğu kullanarak hazırladıkları kompozitlerde, katkı olarak kullanılan ceviz kabuğu boyutlarının artmasıyla ısı yalıtımının daha iyi sağlandığını, küçük partikül boyutlarındaki ceviz kabuğu katkısının ise mekanik özellikleri iyileştirdiğini tespit etmişlerdir. Nitin ve Singh⁶, epoksi kompozitlerde ceviz kabuğu oranının artmasıyla kompozit malzemelerin yoğunluğunun azaldığını, farklı oranlardaki ceviz kabuğu katkısının mekanik özellikleri değiştirdiğini gözlemlemişlerdir. Singh tarafından yapılan farklı bir çalışmada⁷, kompozit yapı içerisinde iyi dağılım sağlayan ceviz kabuğu partiküllerinin elastisite modülünü ve sertliği arttırdığı, çekme mukavemeti ve eğilme dayanımının ise azaldığını rapor etmiştir. Alkali ile işlenmiş ceviz kabuklarının kullanıldığı bir çalışmada⁸, termal stabilitenin arttığı ve malzemelerin Tg sıcaklıklarının yükseldiği bulunmuştur.

Mohammed⁹, ceviz kabuğu ile takviye ettiği düşük yoğunluklu polietilenin kopma uzamasını saf polietilene göre daha düşük, ancak elastisite modülünü ise daha yüksek olarak elde etmiştir. Polimer kompozitlerde kullanılan ceviz kabuğunun termal dayanımı ve kristalliliği arttırdığı bilinmektedir^{10,11}.

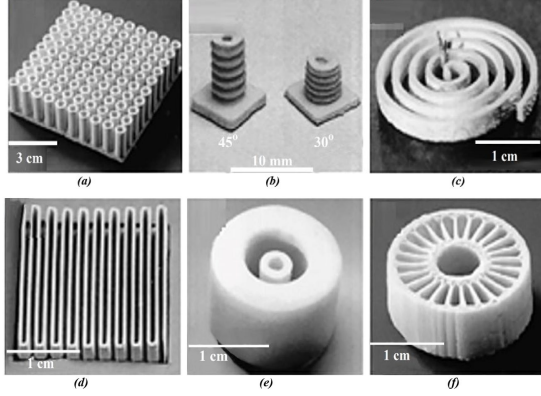
3D yazıcılar, 3D yazıcı teknolojilerindeki gelişmelerle birlikte son yıllarda hem endüstriyel hem de bireysel kullanım açısından oldukça fazla kullanılmaktadır¹². 3D yazıcılar ile üretilmiş ürünlerin geri dönüştürülmesi ve çevre ile uyumlu ekolojik ürünlerin üretilmesi biyobozunurluğu yüksek filamentlerin üretilmesiyle yakından ilgilidir. 3D yazıcı teknolojilerinde filamentlerin kullanılarak üç boyutlu parçaların üretildiği malzeme ekstrüzyonu (material extrusion) yöntemi en yaygın kullanılan yöntemlerden biridir. Bu süreçteki en bilinen teknoloji katmanlı üretim teknolojisi olarak da bilinen Eriyik Yığılma Modellemesi (FDM) olup 1998 yılında Stratasys firmasının kurucusu olan Scott Crump tarafından geliştirilmiştir¹³. FDM yönteminde; Şekil 2'de de görüldüğü gibi filament halindeki malzeme, nozulda yarı eriyik hale getirilerek üretim tablası üzerine katman katman eklenerek model oluşturulmaktadır¹⁴. Sistemde yer alan nozul, yatay olarak hareket edebilir ve bir katmanın yapımı tamamlandıktan sonra platform hareket eder ve nozul diğer katmanları inşa eder¹⁵. Bu yöntem ile çok parçalı, hareketli mekanizmaların ve fonksiyonel parçaların üretimi mümkündür. Yadav ve ark.¹⁶, FDM yöntemindeki önemli proses parametreleri arasından, ekstrüzyon sıcaklığının çekme mukavemeti üzerinde katman yüksekliğinden daha fazla etkili olduğunu belirtmişlerdir. FDM yönteminde model katman katman olduğundan, proses süresince malzemenin sabit basınç altında sürekli bir akışta nozulden geçirilmesi üretilen ürünün özelliklerinde iyileştirme göstermektedir. Ürünün yüzey kalitesi, nozul çapı ve son işlemlere göre değişiklik göstermektedir.



Şekil 2. FDM yöntemi şematik gösterim¹⁵

Alsoufi ve Elsayed¹⁷, nozul çapı ve katman yüksekliğinin, üretim süresi ve parça maliyetini etkilediğini ve yüzey pürüzlülüğünün dış yüzeylere oranla iç yüzeylerde daha fazla olduğunu gözlemlemişlerdir. Proseste sıcaklığın doğru ayarlanması veya kimyasal ajanların kullanımı ile modeli oluşturan katmanlar başarılı bir şekilde birleştirilebilir. FDM yönteminde parçanın soğutma prosesi, üretilen parçanın çarpılma oranı ve gözeneklilik üzerinde etkilidir ve üretilen ürünler genel olarak yüksek gözeneklidir. Genel olarak bakıldığında, üretilen parçanın mekanik özellikleri üzerinde yapı platformu, bölmeler ve katmanlar arasındaki sıcaklık farklılıkları, katmanların birbirine bağlanması, katkı ve dolgu maddeleri ilavesi vb. de önemli rol oynamaktadır¹⁸. Weng ve ark.¹⁹ ABS filamentine ağırlıkça %5 oranında montmorillonit ilave edildiğinde çekme mukavemetinin %43 arttığını gözlemlemişlerdir. Aynı ürün enjeksiyon yöntemiyle üretildiğinde ise, çekme mukavemeti %28,9 oranında artmıştır. Araştırmacılar, daha iyi mekanik ve termal özellikler gösteren bu yeni ABS nanokompozitlerin 3D yazıcılar için umut verici malzemeler olabileceğini belirtmişlerdir. Akhoundi ve ark.²⁰, 3D baskı teknolojisinde kullanılacak sürekli elyaf takviyeli termoplastik kompozitler üretmişlerdir. Çalışmada, sürekli elyaf takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerinin iyileştirildiği ve kullanılan takviye elemanının türüne göre mekanik değerlerin farklılık gösterebileceği belirtilmiştir. FDM yönteminin günümüzde popüler bir teknoloji haline gelmesinin başlıca sebepleri arasında; ucuz ve çevre dostu olması, üretim sonrası kimyasal bir işlem gerektirmemesi, ekipman kullanımının kolay olması ve karmaşık geometriye sahip parçaların kolay üretilmesi gibi nedenler gelmektedir²¹. Bu faktörlerden dolayı, FDM 3D teknolojisi kişinin evinde kendi tasarladığı ürünü somut bir nesneye dönüştürmek amacıyla ev kullanıcıları arasında oldukça popüler hale gelmiştir. Bununla birlikte, FDM yöntemi enjeksiyonla kalıplamaya göre oldukça pahalıdır, ancak üretim adedi az olan parçaların üretimi düşünüldüğünde enjeksiyon kalıplamadan

daha ekonomik olacaktır^{15,22}. FDM yönteminde kullanılan nozulün çapı, üretim hızındaki değişiklikler, malzemenin viskoelastik davranışı gibi faktörler parçanın şeklinde değişiklik oluşturmaktadır²³. Şekil 3’de FDM yöntemiyle üretilmiş farklı geometri ve tipteki dönüştürücü örnekleri gösterilmektedir.



Şekil 3. FDM yöntemiyle üretilmiş farklı tipteki dönüştürücü örnekleri. (a) Tüp dizilişi, (b) Körükler, (c) Spiral, (d) Kavisli, (e) İç içe geçmiş, (f) Radyal aktüatörler²⁴

FDM yönteminde PC, ABS, poli(fenilen sülfon) (PPSU), PC-ABS karışımları, PLA gibi termoplastik malzemeler yaygın olarak kullanılmaktadır^{19,25}. Bunlara ek olarak; yöntem, seramik veya metal tozlarının termoplastik malzemeler ile karıştırılmasına da olanak sağlamaktadır ve iyi mekanik ve tasarımsal özelliklere sahip kompozit malzemelerin üretilmesi için çalışmalar devam etmektedir^{13,26}. Literatürde ceviz kabuğunun termoplastiklerde dolgu malzemesi olarak polimer kompozit üretiminde kullanılmasıyla ilgili olarak çalışmalar mevcuttur²⁷⁻³². Benzer şekilde PLA ile birlikte farklı biyokütleler kullanılarak filament üretimi ve kompozit malzeme üretimi ile ilgili çalışmalar da yapılmıştır³³⁻³⁸. Ancak ceviz kabuğu katkılı PLA’nın 3D yazıcılarda filament olarak kullanılmasıyla ilgili yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır³⁹. Bu çalışmada, ceviz kabuğu katkılı PLA filamentlerinin 3D yazıcılarda kullanılacak şekilde eriyik harmanlama yöntemiyle üretilebilirliği, maksimum katkı oranının belirlenmesi, tanecik boyutlarının kırıcı/öğütücü değirmenler kullanılarak sınıflandırılması ve bağ yapılarının incelenmesi amaçlanmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Deneysel çalışmalarda PLA/CK (Ceviz Kabuğu) karışımının hazırlanmasında matris malzemesi olarak, Ingeo Biopolymer 4032D ticari ismi ile bilinen PLA kullanıldı. Malzemeye ait mekanik, fiziksel ve ısı özellikler Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Ingeo Biopolymer 4032D teknik özellikler⁴⁰

Özellik	Tipik Değer	Birim	Test Standardı
Yoğunluk	1,24	g/cm ³	D1505
MFI (230 °C)	3,2	g/10 min	ISO 1133
Izod Çentikli Darbe Dayanımı	2,5	kJ/m ²	ISO 1801A
Elastiklik Modülü	3,44	GPa	D882
Çekme Mukavemeti	103,2	MPa	ASTM D882
Eğme Mukavemeti	44	MPa	ASTM D790
Eğme Modülü	2,85	GPa	ASTM D790
Erim Sıcaklığı	160	°C	D3418

Çalışmada kullanılan ceviz kabukları Kahramanmaraş, Çağlayancerit ilçesinde yetişen Maraş18 cinsi cevizlerden elde edilmiştir. Ceviz kabuğu yapı itibarıyla iki bölümden oluşmaktadır. Dışta bulunan odunsu kabuk sert bir yapıdadır. Kabuk kalınlığı içte bulunan bariyer ise dış katmana göre daha yumuşaktır. Ceviz kabuğunun sertliği mohs sertlik ölçeğine göre 2.5-3.5 mohs sertliğindedir. Bu skalaya göre ceviz kabuğu çakı ve iğneyle çizilenler sınıfına girmektedir. Özgül ağırlığı 1,0-1,2 g/cm³ aralığında olan ceviz kabukları, yaklaşık 170 °C derecede yanmaya başlamaktadır. Ceviz kabuğunun kimyasal bileşimi; %23,9 selüloz, %22,4 hemiselüloz, %50,3 lignin ve %3,4 oranında külden oluşmaktadır. Lignin ceviz kabuğunun odunsu yapısını oluşturan ve dayanıklı olmasını sağlayan malzemedir. Ligninden sonra ceviz kabuğunda en fazla bulunan malzeme selüloz’dur. Bu çalışmada ceviz kabuklarından yumuşak olan bariyer kısmı ayrıştırılacak ve çalışma da yalnızca sert dış kabuk kısmı kullanılacaktır. Ceviz kabuğu selüloz içerikli diğer malzemeler gibi neme ve suya karşı oldukça duyarlıdır. Bu nedenle toz haline getirilmiş ceviz kabukları, ekstrüderde PLA ile karışım şeklinde getirilmeden önce etüvde kurutulacaktır. Ceviz, kabuk ve ceviz içine ait genel görüntüler Şekil 4’de verilmiştir.



Şekil 4. Ceviz kabuğu ve ceviz içinin görünümü

Yöntem

Ceviz Kabuğunun Öğütülmesi ve Elenmesi

Maraş18 cinsi cevizlerden elde edilen ceviz kabukları, kırıcı/öğütücü değirmen (Lavion HC-500Y Marka) kullanılarak öğütüldü. Kırma ve öğütme işlemi öncesinde ceviz sert kabuk kısmı ve daha

yumuşak olan ve iç kısımda bulunan bariyer kısmı birbirinden ayrıldı. Filament üretiminde dolgu malzemesi olarak kullanılacak olan dış kısımdan (sert kabuk) mümkün olduğu kadar küçük ölçüde tane boyutuna sahip ceviz kabuğu tozu elde edilmeye çalışıldı. Kırma işleminde kullanılan öğütücü ve kırma/öğütme işlemine ait görüntüler Şekil 5’de verilmiştir.



Şekil 5. Fındık kabuklarının öğütülmesinde kullanılan öğütücü değirmen ve ceviz kabuklarının öğütülmesi

Toz haline getirilen ceviz kabukları, üretilmesi düşünülen filamentin mekanik özelliklerini negatif olarak etkileyebilecek çok geniş dağılıma sahip tanelerden meydana geldiğinden daha dar dağılımlı ceviz kabuğu tozları elde etmek amacıyla maksimum tane boyutu <100 mikron olacak şekilde elendi. Eleme işleminde kullanılan titreşimli elek makinesi ve ceviz kabuğunun farklı boylarda sınıflandırılmasına ait görüntü Şekil 6’da verilmiştir.



Şekil 6. Ceviz kabuklarının elenmesinde kullanılan cihaz ve eleme işleminin görüntüsü

Ceviz Kabuğu Karışımlarının Hazırlanması ve Ekstrüderde Granül Haline Getirilmesi

CK tozu PLA ile karıştırılmadan önce 100 °C’de iki saat süreyle kurutuldu. Ceviz kabuğu Tablo 2’de verilen ağırlıkça karışım oranlarına uygun bir şekilde terazide tartıldı. Ekstrüderin dozajlama ünitesine sahip olmaması nedeniyle karışımlar yaklaşık 100’er gramlık partiler halinde hazırlandı ve Şekil 7’de resmi verilen çift vidalı ekstrüderde (Gülmar, L/D=24) granül hale getirildi. Şekil 8’de %20 CK katkıli PLA granüllerine ait resim verilmiştir.

Tablo 2. Çalışmada kullanılan karışım oranları

Kod	PLA (%)	CK (%)	Plastikleştirici (%)
Referans	100	-	-
PLACK10	90	10	0,5
PLACK20	80	20	1,0
PLACK30	70	30	1,5
PLACK40	60	40	2



Şekil 7. Çalışmada kullanılan ekstrüder makinesi

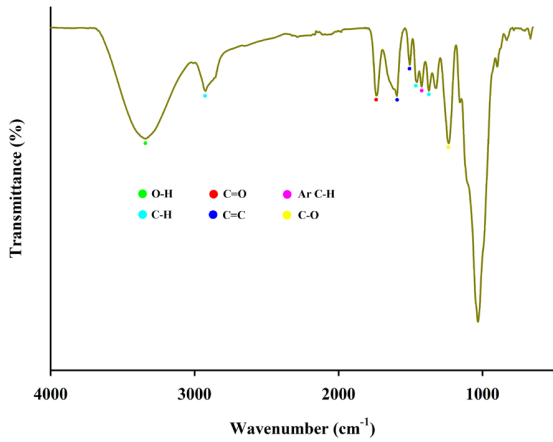


Şekil 8. %20 Ceviz kabuğu katkıli PLA granül

FT-IR Analiz Sonuçları

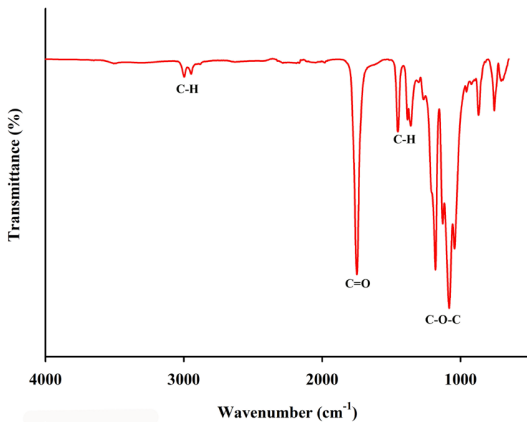
Farklı oranlarda ceviz kabuğu (CK) ilavesi ile hazırlanan PLA karışımlarının kimyasal yapılarını

incelemek için Fourier transform kızılötesi (FTIR) spektroskopisi ile 4000 cm^{-1} ile 400 cm^{-1} dalga sayısı aralığında çalışılmıştır. Elde edilen spektrumlarda, fonksiyonel grupların verdiği pikler yardımıyla karışımların yapıları tanımlanmıştır. Saf CK'nın FTIR spektrumunda (Şekil 9) 3350 cm^{-1} 'de O-H gerilmesi; 2930 cm^{-1} 'de alifatik C-H gerilmesi; 1740 cm^{-1} 'de hemiselülozlar ve pektin içindeki karboksilik grupların karbonil C=O gerilmesi; 1596 ve 1507 cm^{-1} 'de aromatik C=C gerilmesi; 1462 ve 1373 cm^{-1} de alifatik grupların C-H gerilmesi; 1423 cm^{-1} 'de dalga boyunda ise C-H aromatik halka titreşimi; 1240 cm^{-1} 'de lignin içindeki asetil gruplarının C-O gerilmesi olduğu görülmektedir.



Şekil 9. Saf ceviz kabuklarının (CK) FTIR spektrumu

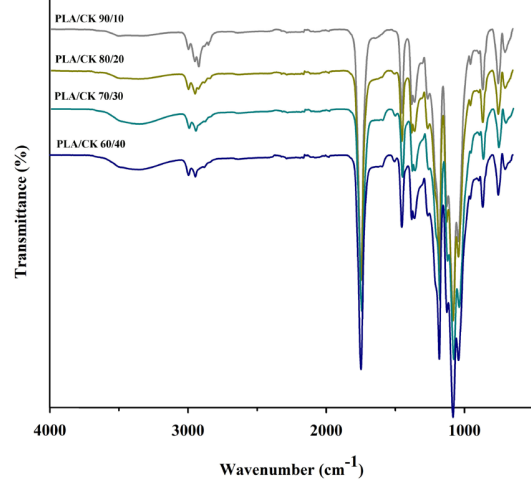
Şekil 10'da saf PLA'ya ait FTIR spektrumu verilmiştir. 2997 ve 2947 cm^{-1} 'de CH_3 kaynaklı C-H gerilim pikleri; 1750 cm^{-1} 'de karbonil C=O piki; 1451 ve 1360 cm^{-1} 'de metilol gruplarının C-H gerilimi; 1180 ve 1080 cm^{-1} 'de C-O gerilim frekansı görülür.



Şekil 10. Saf PLA'nın FTIR spektrumu

Farklı oranlarda CK içeriği ile hazırlanan PLA karışımların FTIR spektrumları incelendiğinde genel itibarıyla yapılarının benzer olduğu söylenebilir (Şekil 11). Genel olarak, karışımlarda CK oranı arttıkça O-H

bandı daha belirgin ve geniş hale geldi ve biraz daha düşük dalga boylarına kaydı. Bu durumun sebebi olarak ortamdaki serbest hidroksil gruplarının hidrojen bağı oluşturduğu düşünülmektedir.



Şekil 11. Farklı oranlarda CK ile karıştırılan PLA örneklerinin FTIR spektrumu

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Ceviz kabukları kırılmış, sert ve yumuşak kısımlar birbirinden ayrılarak kırıcı öğütücü değirmende başarılı bir şekilde öğütülmüştür. Ceviz kabuklarının yumuşak ve sert kısımlarının birbirinden ayrılarak toz haline getirilmesi, ceviz kabuğu ve PLA'nın ekstrüderde granül haline getirilmesi ve enjeksiyonla kalıplanması esnasında topaklaşmayı önleyecektir. Ayrıca eleme işlemiyle eşit boyutlardaki ceviz kabuğu tozlarının kullanımı karışım esnasında daha homojen bir karışımın oluşmasına destek olacaktır.

Öğütücü değirmende toz haline getirilen ceviz kabukları eleme makinesi yardımıyla boyutsal olarak sınıflandırılmıştır. Sınıflandırma işlemi sonrası boyutu <100 mikron olan ceviz kabukları PLA'ya katılarak granül haline getirilmiştir. Toplamda dört farklı karışım hazırlanmıştır. Hazırlanan ceviz kabuğu tozu katkılı karışımlar filament haline getirilmek için tekrar Şekil 12'de verilen İKA 10 marka öğütücü değirmende kırılmış ve <40 mikron altına indirilmiştir. Bu işlem PLA+CK katkılı filamentlerin 3D yazıcılarda kullanımı ve ergitilmiş karışımın kontrol edilebilmesi için oldukça önemlidir. Aksi takdirde nozul tıkanacak ve 3D yazıcıda yazdırma işlemi başarısız olacaktır. CK katkılı PLA filamentlerin hazırlanmasında bir diğer önemli parametre ise; dozajlama ünitesi olmayan ekstrüderlerle üretilen granüllerde yoğunluk farkına sebep olmamak amacıyla malzemelerin 100 gr 'lık karışımlar şeklinde hazırlanmasıdır. Bu durum PLA+CK filamentlerin mekanik ve ısıl özelliklerinin değişmemesi ve 3D yazıcılardaki ürün

performansının artırılmasını sağlayacaktır. Aksi takdirde malzeme özelliklerini olumsuz etkileyecek olan bu durum karışımlardan beklenen özelliklerin elde edilmesini zorlaştıracak ve 3 D yazıcılarla yazdırılan ürünlerden beklenen performansların elde edilmesini zorlaştıracaktır.



Şekil 12. Ceviz kabuğu katkıli PLA granül boyutlarının öğütme işlemi ile <40 mikron altına indirilmesi

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada; ceviz kabukları toz haline getirilmiş, farklı boyutlarda elek sallama makinesinde elenmiş, ekstrüder makinesinde karışım oranlarına göre granül olarak hazırlanmıştır. Bu çalışmadan elde edilen genel sonuçlar aşağıdaki gibi listelenebilir:

1. Toz haline getirilen ve tarımsal bir atık olan ceviz kabukları polimer kompozitlerin üretiminde dolgu malzemesi olarak kullanılabilir. Bu sayede ülkemizde bolca bulunan ve atık olarak görülen ceviz kabukları polimer sektöründe çevreye duyarlı ve biyobozunurluğu geliştirilmiş katma değeri yüksek ürünlere dönüştürülebilir.
2. Ceviz kabuğu ile farklı inorganik katkıları bir arada kullanılarak yüksek ısı ve mekanik özelliklere sahip hibrit kompozitler elde edilebilir.
3. Ceviz kabuğu tozlarının yanmaması ve yapı içerisinde olumsuz bir etki göstermemesi için ekstrüder sıcaklık parametreleri ve vida dönme hızı doğru bir şekilde ayarlanmalıdır. Aksi takdirde yanan ceviz kabukları karışımın özelliklerini değiştirecek ve istenilen özelliklerin elde edilmesini zorlaştıracaktır.

4. 3D yazıcı filament üretiminde kullanılacak ceviz kabuğu ve PLA karışımlarının hazırlanmasında en önemli aşama karışımların ekstrüzyon makinesinde doğru bir şekilde granül haline getirilmesidir. Eğer bu süreç başarılı bir şekilde tamamlanırsa, granül haline getirilmiş malzemelerin 3D yazıcı filament makinelerinde filament haline getirilmesinde ve 3D yazıcılarda kullanılmasında çok ciddi problemlerle karşılaşılacaktır. En önemli problemlerden biri, ceviz kabuğu tozlarının iyi karışmaması ve topaklanan bu tozların nozulü tıkayarak malzeme akışına engel olmasıdır.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Sonraki dönem içerisinde, enjeksiyonla hazırlanmış test numunelerinin mekanik ve ısı testlerinin yapılması (Çekme testi, eğme testi, izod darbe testi, sertlik ölçümü, MFI, DSC, HDT, VICAT, TGA vb.), SEM’de mikro yapı görüntülemelerinin yapılarak yapı içerisindeki dağılımların incelenmesi hedeflenmiştir. Sonrasında tüm sonuçlar karşılaştırılarak en uygun mekanik ve ısı özelliklere sahip karışımın belirlenmesi ve amaca uygun endüstriyel kullanıma sahip olacak bir 3D yazıcı filamentinin üretilmesi planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Yazarlar 2020/F/001 nolu proje ile çalışmaya verdiği destek nedeniyle Yalova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi’ne teşekkür eder.

KAYNAKLAR

- [1] Ambrogi V, Cerruti P, Carfagna C, Malinconica M, Marturano V, Perrotti M, Persico P. 2011. “Natural antioxidants for polypropylene stabilization”, Polymer Degradation and Stability, 96, 2152-2158.
- [2] Cengiz, Ö. Karagöz, İ., Demirel, H. (2021). “Fındık Kabuğu ve Talk Dolgulu Polipropilen Kompozitlerin Mekanik ve Isıl Özelliklerinin İncelenmesi”, 8. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu, 18-19 Haziran, Eskişehir, Türkiye, 152-159.
- [3] Alizada, A. (2020). “Alkali ve çeşitli asitlerle modifiye ceviz kabuğu atığının fenolik epoksi reçinede dolgu olarak kullanımı”, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, Türkiye.
- [4] Balcıoğlu, H.E., Yeşil, Ö., Aktaş, M. (2012). “Ceviz kabuğu takviyeli polyester reçinenin aşınma

dirençlerinin belirlenmesi”, 1. Ulusal Geri Kazanım Kongre ve Sergisi, Uşak, 2-4 Mayıs, 40-46.

[5] Onat, A., Pazarlıoğlu, S.S., Sancak, E., Ersoy, S., Beyit, A., Erdem, R. (2013). “Thermal and mechanical properties of walnut shell and glass fiber reinforced thermoset polyester composites”, *Asian Journal of Chemistry*, 25(4), 1947-1952.

[6] Nitin, S., Singh V.K. (2013). “Mechanical behavior of walnut reinforced composite”, *Journal of Materials and Environmental Science*, 4(2), 233-238.

[7] Singh, V.K. (2015). “Mechanical behavior of walnut (*Juglans L*) shell particles reinforced bio-composite”, *Science and Engineering of Composite Materials*, 22(4), 383-390.

[8] Shah, A., Li, X., Wang, S., Bai, J., Wang, J., Liu, W. (2018). “Effect of alkali treated walnut shell (*Juglansregia*) on high performance thermosets study of curing behavior, thermal and thermomechanical properties”, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 13(3), 857-873.

[9] Mohammed, A.J. (2014). “Study the effect of adding powder walnut shells on the mechanical properties and the flame resistance for low density polyethylene (LDPE)”, *International Journal of Science and Technology*, 3(1), 18-22.

[10] Harini, K., Mohan, C.C., Ramya, K., Karthikeyan, S., Sukumar, M. (2018). “Effect of *Punica granatum* peel extracts on antimicrobial properties in Walnut shell cellulose reinforced Bio-thermoplastic starch films from cashew nut shells”, *Carbohydrate Polymers*, 184, 231-242.

[11] Salasinska, K., Barczewski, M., Górny, R., Kloziński, A. (2018). “Evaluation of highly filled epoxy composites modified with walnut shell waste filler”, *Polymer Bulletin*, 75, 2511-2528.

[12] Karagöz, İ., Bekdemir, A.D., Tuna, Ö. (2021). “3B yazıcı teknolojilerindeki kullanılan yöntemler ve gelişmeler üzerine bir derleme”, *Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 9, 1186-1213.

[13] W. Gao, Y. Zhang, D. Ramanujan, K. Ramani, Y. Chen, C.B. Williams, C.C.L. Wang, Y.C. Shin, S. Zhang, and P.D. Zavattieri, “The status, challenges, and future of additive manufacturing in engineering,” *Computer-Aided Design*, vol. 69, pp. 65-89, 2015.

[14] A. Goyanes, H. Chang, D. Sedough, G.B. Hatton, J. Wang, A. Buanz A, S. Gaisford, and A.W. Basit, “Fabrication of controlled-release budesonide tablets via desktop (FDM) 3D printing,” *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 496, pp. 414-420, 2015.

[15] Loughborough University Additive Manufacturing Research Group. (2021, Jan 3). *7 Categories of additive manufacturing* [Online]. Available: <https://www.lboro.ac.uk/research/amrg/about/the7categoriesofadditivemanufacturing/>.

[16] D. Yadav, D. Chhabra, R.K. Gupta, A. Phogat, and A. Ahlawat, “Modeling and analysis of significant process parameters of FDM 3D printer using ANFIS,” *Materials Today: Proceedings*, vol. 21, pp. 1592-1604, 2020.

[17] M.S. Alsoufi and A.E. Elsayed, “How surface roughness performance of printed parts manufactured by desktop FDM 3D printer with PLA+ is influenced by measuring direction,” *American Journal of Mechanical Engineering*, vol. 5, no. 5, pp. 211-222, 2017.

[18] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker, “Ekstrusion-Based Systems,” in *Additive Manufacturing Technologies, 3D Printing, Rapid Prototyping, and Direct Digital Manufacturing*, 2nd ed., New York, USA: Springer, 2015, pp. 147-173.

[19] Z. Weng, J. Wang, T. Senthil, and L. Wu, “Mechanical and thermal properties of ABS/montmorillonite nanocomposites for used deposition modeling 3D printing,” *Materials and Design*, vol. 102, pp. 276-283, 2016.

[20] B. Akhouni, A.H. Behraves, and A.B. Saed, “Improving mechanical properties of continuous fiber-reinforced thermoplastic composites produced by FDM 3D printer,” *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, vol. 38, no. 3, pp. 99-116, 2019.

[21] V.G. Surange and P.V. Gharat, “3D printing process using fused deposition modelling (FDM),” *International Research Journal of Engineering and Technology*, vol. 3, no. 3, pp. 1403-1406, 2016.

[22] R. Melnikova, A. Ehrmann, and K. Finsterbusch, “3D printing of textile-based structures by fused deposition modelling (FDM) with different polymer materials,” *Materials Science and Engineering*, vol. 62, May 2014, Art. no. 012018.

[23] P. Stavropoulos and P. Foteinopoulos, “Modelling of additive manufacturing processes: a review and classification,” *Manufacturing Rev.*, vol. 5, no. 2, pp. 1-26, 2018.

[24] Z. Chen, Z. Li, J. Li, C. Li, C. Lao, Y. Fu, C. Liu, Y. Li, P. Wang, and Y. He, “3D printing of ceramics: A review,” *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 39, pp. 661-687, 2019.

[25] K.V. Wong and A. Hernandez, “A review of additive manufacturing,” *ISRN Mechanical Engineering*, vol. 2012, Aug 2012, Art. no. 208760.

[26] P. Dudek, “FDM 3D printing technology in manufacturing composite elements,” *Archives of Metallurgy and Materials*, vol. 58, no. 4, pp. 1415-1418, 2013.

[27] Orue, A., Eceiza, A., Arbelaiz, A. (2020). “The use of alkali treated walnut shells as filler in plasticized poly(lactic acid) matrix composites”, *Industrial Crops & Products*, 145, Article ID: 111993.

[28] Gang, W., Aimin, L. (2008). “Thermal decomposition and kinetics of mixtures of Poly(lactic

acid and biomass during copyrolysis”, Chinese Journal of Chemical Engineering, 16(6), 99-933.

[29] Carrillo, L.Q., Montanes, N., Garcia, D.G., Verdu, A.C., Balart, S., Giner, T. (2018). “Effect of different compatibilizers on injection-molded green composite pieces based on polylactide filled with almond shell flour”, Composites Part B, 147, 76-85.

[30] Zheng, H., Sun, Z., Zhang, H. (2020). “Effects of walnut shell powders on the morphology and the thermal and mechanical properties of poly(lactic acid)”, Journal of Thermoplastic Composite Materials, 33(10), 1383-1395.

[31] Sarsari, N.A., Pourmousa, S., Tajdini, A. (2016). “Physical and mechanical properties of walnut shell flour-filled thermoplastic starch composites”, 11(3), 6968-6983.

[32] Ogah, A.O., Afiukwa, J.N. (2014). “Characterization and comparison of mechanical behavior of agro fiber-filled high-density polyethylene bio-composites”, Journal of Reinforced Plastics & Composites, 33(1), 37-46.

[33] Haryńska, A., Janik H., Sienkiewicz, M., Mikolaszek, B., Justyna, K.L. 2021. “PLA-Potato thermoplastic starch filament as a sustainable alternative to the conventional PLA filament: processing, characterization, and FFF 3D printing”, 9, 6923-6938.

[34] Chávez, C.R.A., Acosta, D.L.S., Encinas, J.C.E., Esquer, J., Owen, P.Q., Santana, T.J.M. (2017). “Characterization of extruded poly(lactic acid)/pecan nutshell biocomposites”, International Journal of Polymer Science, Article ID:3264098.

[35] Altun, M., Celebi, M., Ovali, S. (2021). “Preparation of the pistachio shell reinforced PLA biocomposites: Effect of filler treatment and PLA maleation”, Journal of Thermoplastic Composite Materials.

[36] Chun, K.S., Husseinsyah, S., Osman, H. (2012). “Mechanical and thermal properties of coconut shell powder filled polylactic acid biocomposites: effects of the filler content and silane coupling agent”, J. Polym. Res., 19, Article ID:9859.

[37] Kuram, E. (2020). “Rheological, mechanical and morphological properties of hybrid hazelnut (*Corylus avellana L.*)/walnut (*Juglans regia L.*) shell flour-filled acrylonitrile butadiene styrene composite”, Journal of Material Cycles and Waste Management, 22, 2107-2117.

[38] Song, X., He, W., Qin, H., Yang, S., Wen, S. (2020). “Fused Deposition Modeling of Poly (lactic acid)/macadamia composites-thermal, mechanical properties and scaffolds”, Materials, 13, Article ID:258.

[39] Song, X., He, W., Yang S., Huang G., Yang, T. (2019). “Fused Deposition Modeling of Poly(lactic acid)/walnut shell biocomposite filaments-Surface

treatment and properties”, Appl. Sci., 9, Article ID:4892.

[40] Technical Data Sheet, http://ifbb-knvh.wp.hs-hannover.de/db/files/downloads/TechnicalDataSheet_4032D_films_pdf_1430990149.pdf

-
- ÇAKIR YİĞİT, Neşe (0000-0002-4714-4488)
 - KARAGÖZ, İdris (0000-0002-2644-8511)

Kapok Lifiyle Geliştirilen Kumaşların Performans ve Akustik Özelliklerinin İncelenmesi

BAKKAL İLDENİZ, Aysu¹, YAVUZKASAP AYAKTA, Duygu²

^{1,2}Yünsa Yünlü Sanayi ve Ticaret A.Ş. Ar-Ge Merkezi, Çerkezköy, Tekirdağ, Türkiye

aysubakkal@gmail.com

textilengineer.duygu@gmail.com

ÖZET

Günümüzde nüfus ve şehirleşmenin oluşturduğu gürültü kirliliği, insanların yaşam alanlarını ve konforunu etkileyen en önemli faktörlerden bir tanesi olup giderek artmaktadır. Mevcut durumda gürültü kirliliğinin insan yaşamında oluşturduğu olumsuz etkileri azaltmak amacıyla sektörde ses yalıtım malzemeleri ve ses geçirmez paneller kullanılmaktadır. Bu yapılar hafif olmamakla birlikte maliyet açısından pahalı olup genellikle inşaat malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ses yalıtım malzemesi olarak kullanılan cam yünü gibi malzemeler, özellikle uygulama sırasında insan sağlığı için zarar verici olmaktadır. Bu nedenle de pek çok alanda olduğu gibi, ses yutum özelliğine sahip malzemeler için doğal malzeme arayışı son yıllarda daha önemli hale gelmiştir. Yapılan çalışmada; doğal lif tohumundan elde edilen kapok lifi kullanılarak geliştirilen kumaşın akustik üzerinde etkisi ve performans özellikleri incelenmiştir.

AMAÇLAR

Çalışma da kapok lifinin tekstil hammaddeleri arasında iyi bir ses yutum özelliğine sahip olduğunu incelemek ve performans özelliklerinin akustik üzerindeki etkisini tespit etmek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Aynı zamanda kapok lifinin akustik özelliklerini tespit etmek amacıyla farklı oranlarda kullanılan kapok lifleriyle fiziksel özellikleri ilişkilendirilmiştir.

GİRİŞ

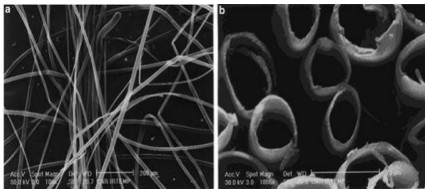
Kapok malzemesi içi boş yapısı, hidrofobik/oleofilik karakteri, düşük yoğunluğu ve su üzerinde batmadan yüzebilme kabiliyeti ile bilinen selülozik liflerden farklı bir profil sergileyen kapok lifleri ayrıca kolay ulaşılabilir, yenilenebilir, biyobozunur ve tekrar kullanılabilir olması ile son yıllarda ilgi gören bir araştırma materyali haline gelmiştir. Sürdürülebilirlik hedefleri altında yenilenebilir alternatif yeşil kaynakların daha fazla dikkat çekmeye başladığı şu günlerde kapok lifleri oldukça önemli bir hammadde kaynağı olarak ön plana çıkmıştır. Kapok lifleri hafif, antialerjik yapısı ile yorgan, yastık, oyuncak gibi malzemelerde dolgu maddesi olarak kullanılmaya oldukça uygun bir tekstil malzemesidir. Ayrıca suda

batmayan özelliği sayesinde can yeleği gibi su üzerinde yüzebilmesi istenen ürünlerin üretilmesinde uzun yıllar kullanılmıştır. Kapok lifleri, kapok ağacının kapsül şeklindeki meyvesinin içinde bulunan bir tür tohum lifidir⁶. Botanik olarak malvaceae ailesine ait Ceiba pentandra olarak bilinen kapok ağacı, bir diğer adıyla “Java kapoğu”, genellikle Asya, Afrika ve Güney Amerika’da yetiştirilmektedir². 10. yüzyıldan itibaren bir tarım ürünü olarak üretimi yapılan kapok elyafının ihracatçıları arasında Endonezya, Tayland ve Amerika Birleşik Devletleri gibi ülkeler yer alırken; Japonya, Çin ve Hong Kong kapok elyafını ithal eden ülkelerin başında gelmektedir⁵. Birçok sentetik lifte dahi bulunmayan sıra dışı özelliklere sahip kapok lifleri günümüzde tekstil lifi olarak pek bilinen bir lif türü değildir. Tohum lifi denildiğinde ilk akla gelen doğal lif pamuk olduğundan ve her ikisi de bir tohum lifi olduğundan, kapok lifleri gerek lif yapısı gerekse lif özellikleri bakımından çoğunlukla pamuk lifleri ile kıyaslanırlar. Fakat kapok lifleri pamuk liflerinin aksine, ince ve kolay kırılan bir yapısı ile dokumaya ve eğilmeye pek uygun değildir⁷. Ancak, son yıllarda sürdürülebilirlik kavramının endüstriyel hayata girmesi ve bu bilincin tüketiciye aktarılması ile birlikte, tüm endüstri alanlarında olduğu gibi tekstil endüstrisinde de sürdürülebilir bir geleceğe katkı sağlama arayışı başlamıştır. Sürdürülebilir bir tekstil üretimi için dikkat edilmesi gereken birçok parametre bulursa da, hammadde olarak petrol türevli sentetik malzemeler yerine çevre-dostu, yenilenebilir ve biyobozunur doğal maddelerin kullanımı sürdürülebilirliği destekleyen yöntemler arasında gelmektedir. Bu noktada, kapok lifleri özellikle teknik tekstiller gibi fonksiyonel özelliklerde tekstil malzemelerinin üretiminde oldukça önemli bir hammadde kaynağı olma potansiyeline sahiptir. Liflerin suda batmayan, ses ve ısı yalıtımı sağlayan yapısı ve hidrofobik özelliğinin aksine yüksek oranda yağ çekme özelliğine sahip olması kapok liflerini birçok sentetik lif türünden üstün kılmaktadır¹⁰. Şekil 1’de kapok elyafı gösterilmiştir.



Şekil 1. Kapok lifi

Kapok lifinin yapısı: Kapok lifleri, içi boş ince tüp şeklinde doğal mikro borucuklardan (yaklaşık 8-10 μm çap ve yaklaşık 0,8-1,0 μm duvar kalınlığı) oluşmaktadır. Lifin bir noktaya doğru incelen bir ucu kapalıdır ve diğer ucu da bombeli bir şekle sahip olmaktadır. Şekil 2’de kapok lifinin boyuna ve enine kesitte çekilmiş SEM görüntüleri verilmektedir. Kapok lifinin boyuna görüntüsünde düz ve silindirik bir yüzey görülürken, enine kesit görüntüsünde geniş bir iç boşluk gözlemlenmektedir. Kapok liflerinin yüzeyindeki mumsu yapı uzaklaştırıldığında, liflerin kendine has içi boş yapısı lifin özgül yüzey alanını artırarak life üstün bir nem aktarma özelliği kazandırmaktadır. Genelde sentetik liflere üretimi sırasında kazandırılan içi boş yapı, kapok liflerinin karakteristik bir özelliği olduğundan, bu lifleri hem doğal yapısı hem de sentetik liflere alternatif oluşturduğundan çevre-dostu bir lif türü olarak nitelendirmek mümkün olmaktadır. Kapok liflerinin temel bileşenleri; selüloz, lignin ve ksilan olarak kabul edilmektedir⁹. Kapok liflerinin kimyasal bileşimleri üzerine yapılan araştırmalar incelendiğinde, literatürde farklı oranlarda bileşenlere rastlanmaktadır. Doğal selülozik liflerin yapısal ve performans özellikleri bitkinin yetiştirildiği iklim şartları, toprak türü, liflerin olgunluğu gibi parametreler ile doğrudan ilişkili olduğundan, kapok liflerinin yapısında farklı oranlarda bileşenlerin gözlemlendiği düşünülmektedir. Kapok liflerinin polimerizasyon derecesi yaklaşık 3300 olarak belirtilmektedir¹.



Şekil 2. Kapok lifinin boyuna (100x büyütme oranında)-(a) ve enine kesitte (1855x büyütme oranında)-(b) çekilmiş SEM görüntüleri

Kapok lifi kahverengimsi sarı ya da beyazımsı bir renge sahiptir, nadiren saf beyaz renkte olanları da bulunmaktadır. Kapok liflerinin yaklaşık lif uzunluğu 18 mm ve lif inceliği 30-36 μm verilse de literatürde çeşitli değerlere rastlanmaktadır. Bu değerler derlendiğinde, kapok liflerinin uzunluğu 8-35 mm arasında (8-12 mm; 10-35 mm) ve lif çapı 20-43 μm arasında değişmektedir. Hücre duvarı incedir ve 1-3 μm ’ dir Kokusuz ve yumuşak olan kapok lifleri, toksik ya da alerjik değildir ve çürümeye karşı dayanıklıdır. Bunun nedeni lifin ince mumsu tabakayla kaplı olmasıdır. Pamuk liflerinin sekizde biri ağırlığında olan kapok lifleri, yapısında %70-80 oranında hava içermektedir. Kapok liflerinin %74 lümen oranı göz önüne alındığında lif yoğunluğu 0.384 g/cm^3 iken, kapok hücre duvarının tek başına yoğunluğu 1.474 g/cm^3 ’ tür. Literatür incelendiğinde, kapok lifinin özgül ağırlığı ile ilgili farklı değerlerin verildiği çalışmalar bulunmaktadır. Kapok lifleri hidrofobik kimliklerinin aksine liflerin geniş lümenlerinden dolayı yüksek oleofilik karakter sergilemektedirler. İnce ve yumuşak yapıda olan kapok lifleri pamuk liflerine göre daha kırılğan yapıya sahip olmaktadır¹¹.

Geleneksel akustik malzemeler çoğunlukla lifler, köpükler, oluklu paneller, membranlar ve bunların kompozit yapılarından oluşmaktadır. Birçok doğal lif türünden farklı olarak geniş lümen ve ince hücre duvarına sahip kapok lifleri, yapısında %70-80 oranında hava içerdiğinden oldukça iyi ısı ve ses yalıtımı sağlamaktadır. Bu özel yapısı sayesinde ses dalgaları ile lifler arasındaki sürtünmeyi artırarak üstün bir ses emme performansı göstermektedir¹². Yapılan araştırmalara göre kapok liflerinin ses emme kabiliyeti lif kümesinin yoğunluğuna, inceliğine ve liflerin lif öbeği içerisindeki dizilişine önemli ölçüde bağlı iken; liflerin uzunluğu kapok liflerinin ses emme kabiliyeti üzerinde oldukça düşük bir etkiye sahip olmaktadır. Kapok liflerinin ses yutum katsayısı performansı ticari cam lifleri ve yağı uzaklaştırılmış pamuk lifleri ile karşılaştırıldığında: aynı kalınlıktaki fakat daha az yoğunluktaki kapok lif kümesinin diğerlerine benzer ses yutum katsayısına sahip olduğu kaydedilmektedir¹³.

Liu ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, kapok lifiyle geliştirilen dokusuz kumaşların ses yutum özellikleri, empedans tüp yöntemi kullanılarak 100-2500 Hz frekans bölgesinde araştırılmıştır. Çalışmada lif karışım oranı, kütle yoğunluğu ve kalınlık gibi fiziksel parametrelerin kompozitlerin ses absorpsiyon özellikleri üzerindeki etkileri incelenmiştir. Kapok lifinin, polipropilen lifi ve içi boş polyester lifi ile karşılaştırılması, doğal bir lif olarak kapok lifin düşük frekansta üstün akustik özelliklere sahip olduğu göstermiştir³.

Liu ve arkadaşlarının yaptığı diğer çalışmada, empedans tüp yöntemi kullanılarak düşük frekansta ses yutum karakterlerini optimize etmek için, iki katmanlı, üç katmanlı ve dört katmanlı polietilen film takviyeli kapok lif dokunmamış kumaşların ses yutum katsayıları ve özgül yüzey empedansı üzerinde çalışılmıştır. Dokusuz kumaşların katmanlama sırası, polietilen film kalınlığı ve gradyan kalınlık yapısı 100-2500 Hz frekans aralığında ses absorpsiyon özelliklerini etkilemiştir. Sonuçlar, çok katmanlı kompozit malzemelerin düşük frekansta tek katmanlı dokuma olmayan kumaşlardan daha iyi ses absorpsiyonuna sahip olduğunu göstermiştir. Polietilen filmin elastik titreşimi, düşük frekansta ses absorpsiyonunun iyileşmesine katkı sağlamıştır¹².

Veerakumar ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, farklı oranlarda kapok ve polipropilen lif karışımlarından (30:70, 40:60, 50:50) elde edilen dokusuz yüzey kompozit yapıların incelik, yoğunluk, gözeneklilik ve 250-2,000 Hz frekans aralığında ses emme kabiliyeti vb. özellikleri incelenmiştir. Ses emme katsayıları ve gürültü azaltma katsayıları kapok lifli kompozit yapıların tüm 250-2,000 Hz frekans aralığında çok iyi ses emme davranışına sahip olduklarını göstermektedir⁸.

DENEYSEL

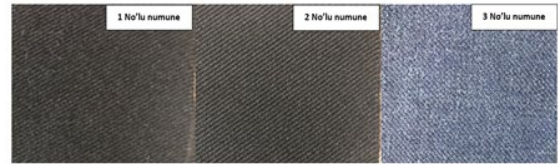
Malzeme

Yapılan çalışmada kapok lifi içeren iplikler ile geliştirilen dokuma kumaşların akustik özellikleri incelenmiştir. Bu kapsamda kapok lifi içeren iplikler tedarik edilmiştir. Tedarik edilen iplikler ekru renkte olup, renklendirme işlemi için firma da 80 °C de 60 dakika da bobin boyama işlemi gerçekleştirilmiştir. Kapok lifi içeren ipliklerin boyama işlemi tamamlandıktan sonra Dimi 2/2 kontrüksiyon tasarımında kumaş numuneleri geliştirilmiştir. Geliştirilen numuneler sert şiş ve kancalı atkı atım sistemine sahip Dornier HTVS6/S tip 1998 model armürlü tezgâhta, 180 cm tarak eninde (boy cımbarı ile), 350 devir/dk'da 6 çerçeve düz tahar düzeninde, leno kenar yapısında 15 cN leno kenar iplik geriliminde üretimi gerçekleştirilmiştir. Dokuma işlemi gerçekleştirilen ipliklerin özellikleri Tablo 1'de gösterilmiştir.

Tablo 1. Dokuma parametrelerinin özellikleri

Numune No	Konstrüksiyon Tasarımı	Çözgü-Atkı İplik No (Nm)	Çözgü Sıklık (tel/cm)	Atkı Sıklık (adet/cm)	Kumaş Harman Bilgisi
1	Dimi 2/2	68/2	40	24	%80 Pamuk- %20 Kapok
2	Dimi 2/2	17/1	28	16,5	%60 Pamuk- %40 Kapok
3	Dimi 2/2	24/1	18	20	%28 Pamuk- %47 Tencel- %20 Kapok- %5 Elastan

Bobin boyama ve dokuma işlemleri tamamlanan numunelerin görselleri Şekil 3'de gösterilmiştir.



Şekil 3. Dokuma işlemi tamamlanan kumaş görselleri

Yöntem

Üretimleri tamamlanan numunelere yıkama ve kurutma bitim işlemleri yapılarak 48 saat standart atmosfer koşullarında (20±2°C sıcaklık, %65±2 bağıl nem) bekletilerek kondisyonlama yapılmıştır. TSE-ISO-EN ISO 9001:2015 Kalite Yönetim Sistemi, ISO 14001:2004 Çevre Yönetim Sistemi, ISG-OHSAS 18001:2007 İşçi Sağlığı ve Güvenliği Yönetim Sistemine uygun olarak çalışma süresince elde edilen çıktılara ulusal ve uluslararası standartlara uygun olarak yürütülmüştür. Ana hatlarıyla numunelere TSE 251 gramaj, DIN ISO 5084 kalınlık, ISO 13934-2 kopma mukavemeti, ISO 13937-1 yırtılma mukavemeti, ISO 13936-1 dikiş açma, ISO 12945-2 pilling, EN 24920 Sprey, temas açısı ölçüm ve TS 391 EN ISO 9237 hava geçirgenliği testleri standartlara uygun yapılmıştır. Geliştirilen numunelerin performans testleri uygun standartlarda yapıldıktan sonra akustik ölçümleri için empedans tüpü ölçüm yöntemi kullanılmıştır. Testte kullanılan empedans tüpü SCS marka SCS 902 model olmaktadır. Empedans tüp metodunda kullanılan cihaz Şekil 4'de gösterilmiştir.



Şekil 4. Empedans tüpü görüntüsü

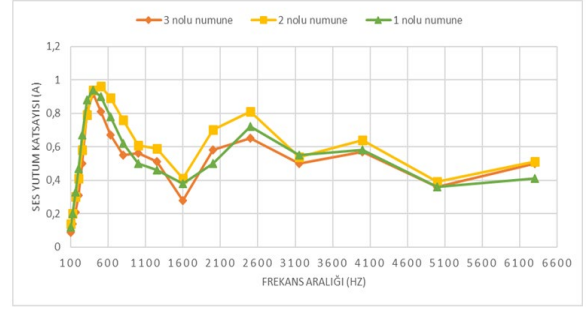
Ses yutum katsayısı için çift empedans tüp metodunda, 23,4 °C sıcaklık, %41,9 bağıl nem ve 100,9 kPa basınç ortam koşulları altında, 30 mm (200-6400 Hz) ve 100 mm (100-6,3 kHz) çapında iki ayrı tüp ile ölçüm yapılarak sonuçlar elde edilmiştir. Testler TS EN ISO 10534-2:2003 standardına uygun yapılmıştır. Empedans testinde kullanılan mikrofonlar GRAS marka, GRAS Type 40PL model 1/8" Mikrofon olmaktadır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Kumaş performans test sonuçları Tablo 2'de verilmiştir. Akustik test sonucu Şekil 5'de yer verilmiştir.

Tablo 2. 1 No'lu numunenin performans test sonuçları

Numune No		1 no'lu numune		2 no'lu numune		3 no'lu numune	
Test Adı	Kumaş Yönü	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma	Ortalama	Standart Sapma
Kopma Mukavemeti (N)	Çözgü Yönü	87,6	2,0	72,3	3,7	51	0,8
	Atkı Yönü	80	0,8	38,3	0,9	48,6	1,7
Yırtılma Mukavemeti (g)	Çözgü Yönü	6000	0	3,5	102,3	6.000	0
	Atkı Yönü	5024	90,9	2,4	100,4	6.000	0
Dikiş Açma Testi (N)	Çözgü Yönü	20	0	20	0	8,6	1,2
	Atkı Yönü	20	0	13,3	0,4	13,3	2,8
Pilling Testi	-	3,5	0	3,5	0	2,8	0,2
Hava Geçirgenliği Testi (l/m ² /s)	-	164	7	64,6	0,7	81,6	3
Kalınlık Tayini (mm)	-	0,4	0	0,8	0,01	0,7	0,0
Gramaj (g/m ²)	-	172	0,8	303,3	0,4	291	0,8



Şekil 5. Numunelerin akustik test sonuçları grafiği

GENEL SONUÇLAR

Yapılan çalışmada kapok lifiyle geliştirilen dokuma kumaşların performans ve akustik özellikleri incelenmiştir. Kumaşların kopma ve yırtılma mukavemeti test sonuçları incelendiğinde beklendiği üzere; Nm 68/2 iplikli 1 no'lu numune de en yüksek olduğu gözlenmiştir. Kumaş numunelerinin hepsinde kopma ve yırtılma mukavemeti test sonucu başarılı bulunmuştur. Kumaş numunelerinin dikiş açma testleri incelendiğinde 1 no'lu numunenin en iyi değerlere sahip olduğu gözlenmiştir. Pilling test sonucu incelendiğinde 1 ve 2 no'lu numunelerinin birbirine eşit ve 3 no'lu numuneden daha iyi sonuç gösterdiği gözlenmiştir. Bunun sebebi 3 no'lu numune de yer alan kumaş harmanının da %47 Tencel bulunması olmaktadır. Numunelerinin kalınlık ve gramajları incelendiğinde; en ince iplik numaralarına sahip olan 1 numaralı numunenin en ince ortalama kumaş kalınlık (0,43 mm), en hafif ortalama gramaj değerine (164 g/m²) sahip olduğu gözlenmiştir. En kalın iplik numaralarına sahip olan 2 numaralı numunenin en fazla ortalama kumaş kalınlık (0,83 mm), en fazla ortalama gramaj değerine (303 g/m²) sahip olduğu görülmüştür. Numunelerin hava geçirgenliği test sonuçlarına bakıldığında; kalınlık ölçüm sonuçlarıyla ters orantılı (kalınlık değeri arttıkça hava geçirgenliğinin azalması) olduğu gözlenmiştir. Kalınlık oranı ve gramaj değeri arttıkça kumaşların akustik özelliklerinde iyileşme gözlenmiştir. Ayrıca kapok oranının en yüksek olduğu 2 numaralı numunede hava geçirgenliği değerinin, içi boşluklu lif kesit yapısı sebebiyle ses yutum katsayısının en yüksek ortalama değere sahip olduğu görülmüştür. Spray test sonuçları incelendiğinde; 1 ve 3 numaralı numuneler de aynı oranda kapok elyafı kullanılmasına rağmen su emicilik özellikleri 1 numaralı numune de kullanılan pamuk elyafının fazla olmasından dolayı daha emici çıkmıştır. Kapok elyafının kumaşa su iticilik özelliği kazandırdığı gözlenmiştir. Temas açısı ölçüm sonuçlarına bakıldığında; pamuk oranının en yüksek olduğu 1 numaralı numune de temas açısı değeri 0

çıkarak su emici özellik göstermiştir. Kapok elyafi kullanım oranı en yüksek olan 2 numaralı numunenin en yüksek su itici özellik tespit edilmiştir. Elde edilen temas açısı ölçüm ve spray test sonuçları birbiriyle örtüştüğü görülmüştür.

Geliştirilen numunelerin ses yutum katsayılarının ölçümünde çift mikrofona empedans tüp metodu (100 Hz ile 6300 Hz frekans aralığında) kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda; %40 kapok elyafi kullanılan 2 numaralı numunede en yüksek ses yutum katsayıları tespit edilmiştir. Aynı oranlarda kapok elyafi kullanılan 1 ve 3 numaralı numuneler arasında karşılaştırma yapıldığında Tencel ve elastan lifi içeren 3 numaralı numunenin ses yutum katsayı değerlerinin daha düşük çıktığı ölçüm sonuçlarıyla değerlendirilmiştir. Pamuk lifinin, Tencel ve elastan lifine göre daha iyi ses yutum özelliği kazandırdığı anlaşılmıştır.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Yapılan çalışma sonucunda kapok lifinin tekstil hammaddeleri arasında iyi bir ses yutum özelliğine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Kapok lifinin sahip olduğu ses absorpsiyon özelliğinden dolayı geliştirilen numunelerin ses yalıtım malzemesi olarak kullanılması uygun bulunmuştur. Aynı zamanda geliştirilen numunelerin gramaj olarak hafif, ince yapıda, kolaylıkla şekil alabilmeleri ve tek katmanlı yapıya sahip olmaları nedeniyle akustik amaçlı farklı sektörlerde (mimari, dekoratif, inşaat, ev tekstil, vb.) kullanılabilir olduğu sonucuna varılmıştır. Geliştirilen numunelerde, akustik özellik sağlanırken, kimyasal işlem olmaması ve doğal elyaflardan elde edilmesi sürdürülebilirliği desteklemektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma Yünsa Yünlü Sanayi ve Ticaret A.Ş., Ar-Ge Merkezi kapsamında yürütülmüştür. Bu kapsamda Ar-Ge Merkezi ve operasyon ekibine teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Lewin, M., 2010. "Handbook of Fiber Chemistry, New York, USA: CRC Press",
- [2] Lim, T., Huang, X. 2007. "Evaluation of Kapok (Ceiba Pentandra (L.) Gaertn.) as a Natural Hollow Hydrophobic-Oleophilic Fibrous Sorbent for Oil Spill Cleanup", Chemosphere, pp. 955-963.
- [3] Liu, X., Li, L., Zhang, H., 2015. "Sound-Absorption Properties of Kapok Fiber Nonwoven Fabrics at Low Frequency", Journal of Natural Fibers, pp. 12:4, 311-322.

[4] Liu, X., Tang, X., Deng Z., 2020. "Sound absorption properties for multi-layer of composite materials using nonwoven fabrics with kapok", pp. 1-15.

[5] Mwaikambo, L., 2006. "Review of the History, Properties and Application of Plant Fibres, African Journal of Science and Technology", pp. 120-133.

[6] Mohanty, A., Misra, M., Drzal, L. 2005. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites, Publisher of Humanities, Social Science & Stem Books.

[7] Sinclair, R., 2014. Textiles and Fashion: Materials, Design and Technology, Cambridge, UK: Woodhead Publishing Limited.

[8] Veerakumar, A., Selvakumar, N., 2012. "A Preliminary Investigation on Kapok/Polypropylene Nonwoven Composite for Sound Absorption", Indian Journal of Fibre and Textile Research, pp. 385-388.

[9] Turkoğlu, K., Kalaycı, E., Avıncı, O., Yavaş A., 2019. "Oleofilik Buoyans Özellikli Kapok Lifleri ve Yenilikçi Yaklaşımlar", Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, 61-89.

[10] Wang, J., Zheng Y., Wang A., 2012. "Superhydrophobic Kapok Fiber Oil-Absorbent: Preparation and High Oil Absorbency", Chemical Engineering Journal, pp. 1-7.

[11] Xu, W., Liu, Y., Wang, F., 2009. "Analysis of the Tensile Property of Kapok Fiber, Journal of Donghua University (Natural Science)", pp. 8.

[12] Zheng, Y., Wang, A., 2014. "Kapok Fiber: Applications, Biomass and Bioenergy: Applications", Cham, Switzerland: Springer.

[13] Xiang, H., Wang, H., Liua, H., Zhao N., ve Xu, J., 2013. "Investigation on Sound Absorption Properties of Kapok Fibers", Chinese Journal of Polymer Science, pp. 521-529.

Suda Çözünen Kitosan Türevlerinden Hidrojel Sentezi ve Karakterizasyonu

KILIÇ GÜNGÖR, Ece¹, KOÇOĞLU, Songül², ÇELEBİ, Mithat³, CEYLAN, Özgür⁴

^{1,2}Yalova Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, 77200, Yalova, Türkiye

³Yalova Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü, 77200, Yalova, Türkiye

⁴Yalova Üniversitesi, Merkezi Araştırma Laboratuvarı, 77200, Yalova, Türkiye

ece.kilicungor@gmail.com

ÖZET

Kitin, selülozdan sonra doğada en çok bulunan polimerdir. Bu kadar çok bulunmasına rağmen çözücü olarak toksik kimyasalların kullanılması ve uygulanabilirliğinin çok az olması sebebiyle kullanım alanları sınırlıdır. Kitinin deasetilasyonu sonucunda oluşan kitosan, zayıf asitlerin seyreltik çözeltilerinde kolayca çözünür ve çözelti içinde katyonik olarak bulunur. Böylece birçok bileşenle kolaylıkla reaksiyona girebilir. Kitosan ve türevleri sıklıkla biyofarmasötikler için oral uygulama amacıyla nanotaşıyıcı olarak önerilmiştir. Kitosanın, zayıf emilen ilaçların biyoyararlanımını artırmak için uygun özelliklere sahip güçlü bir absorpsiyon artırıcı olduğu ve ince bağırsağa ulaşmadan önce aktif bileşenleri koruyan koruyucu ajan olduğu iyi bilinmektedir. Literatürde bulunan çalışmalarda biyoyumlu ve biyobozunur bir biyomateryal olarak kitosan türevlerinden olan kitosan klorürün kullanımının önemi vurgulanmıştır. Buna rağmen kitosan klorür esaslı hidrojel üretim metodları hakkında yeterli kaynak görülmemiştir. Kitosan klorürden hidrojel sentezi için çapraz bağlayıcı kullanılarak üretilen hidrojellerin özelliklerinin belirlenmesi hedeflenmiştir.

AMAÇLAR

Kitosanın suda çözünen türevlerinin sentezi ve elde edilen üründen hidrojel eldesi amaçlanmaktadır.

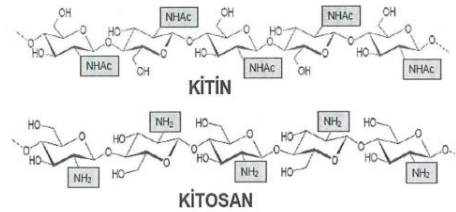
Hidrofobik ilaçlar, kanser ilaçları, antihipertansif ilaçlar ve antioksidanların taşınması gibi tıbbi kullanım alanları oldukça fazla olan kitosanın bir türevi olan kitosan klorür esaslı hidrojel sentezi ile ilaç etken maddelerinin canlı vücudunda tedavi amacıyla kullanıldığı durumlarda taşıyıcı olarak görev alan doğal polimerik bir yapının elde edilmesi hedeflenmektedir [1].

GİRİŞ

Kitosan, doğada en fazla bulunan selülozdan sonra ikinci sırada olan kitin biyopolimerinin kimyasal modifikasyonu ile elde edilen biyoyumlu, biyobozunur ve antimikrobiyal bir polimerdir. Kitin, kabuklu deniz canlılarının ana yapısını oluşturur. Kitin,

doğada deniz yosunları, kamçılılar, amip kirpikliler gibi tek hücreli canlı yapılarda, selenterlerde, yumuşakçalarda, eklembacaklılar, solucanlar, bakteriler, böceklerin iskelet sisteminde, mantarların membran yapılarında ve bazı bitkilerde bulunur [2].

Kitin uygulamaları, kitosan ile karşılaştırıldığında sınırlıdır çünkü kitin, yapısal olarak selüloza benzer ancak kimyasal olarak inert olduğundan uygulamada zorluklar yaşanmaktadır. Bundan dolayı çeşitli modifikasyonlar yapılmaktadır. Kitin ve kitosanın kimyasal yapısı Şekil 1'de gösterilmektedir [2]. Kitosan, β -(1-4) glikozidik bağlarından meydana gelir. Kitosan glukozaminin baskın yinelenen birim olduğu D-glikosamin ve N-asetil D-glikozamin monomerlerin oluşan lineer bir kopolimeridir. Kitin ve kitosanın molekül kütlesi birkaç milyon dalton'a kadar olan uzun zincirli polimeri temsil eder [2].



Şekil 1. Kitin ve kitosanın zincir bağ yapıları

Kitosan, β -(1-4) bağlı 2-asetamido-2-deoksi- β -D-glukopiranoz (A birimi) ve 2-amino-2-deoksi- β -D-glukopiranoz'dan (D birimi) oluşan doğrusal bir ikili kopolimerdir [3].

Kitosan, birçok organik reaksiyon (tosilleme, alkilleme, karboksilleme, sülfolama, schiff bazı, kuartarner tuz vs.) ile kolayca modifiye olabilen serbest amin gruplarını ve hidroksil gruplarını taşımamasından dolayı, sentetik polimerlerden oldukça farklı fonksiyonel gruplu polimerlerin sentezlenmesinde oldukça büyük bir potansiyele sahiptir. Kopolimer formunda kolaylıkla fiberlere, filmlere ve mikro kürelere dönüştürülebilir. Yapısındaki amin grupları nedeniyle asidik ortamda

çözünür özelliğe sahiptir. Bu çözünürlük, zincir boyunca tekrarlanan grupların dağılımı ile de kontrol edilebilir. Ayrıca yapısındaki serbest amin grupları, kitosana katyonik bir polielektrolit olma özelliği de kazandırmaktadır [4]. Katyonik bir poliamin olan kitosanın molekül ağırlığı, deasetilasyon derecesi ve viskozitesi önemli özellikleridir [5]. Kitosanın özelliklerine etki eden parametreler; çözünürlük, deasetilasyon derecesi, molekül ağırlığı, viskozite ve renk şeklinde sıralanabilmektedir [6]. Kitosanın molekül ağırlığı, 50 kDa ile 2000 kDa arasında değişen geniş bir dağılım gösterir. [4, 7] Molekül ağırlığı kitosanın antimikrobiyal aktivitesini etkileyen en önemli faktörlerden biridir, molekül ağırlığı arttıkça aktivite de artmaktadır [8].

Deasetilasyon derecesi (DD) tüm fizikokimyasal özellikler üzerinde etkili olduğundan kullanım alanını da doğrudan belirleyen oldukça önemli bir parametredir. Deasetilasyon derecesi ayrıca biyobozunurluğu ve immünolojik aktiviteyi de etkiler. Kitin ve kitosan arasında Deasetilasyon derecesini temel alan keskin bir sınır bulunmamakla beraber; genellikle %75 ve daha yukarı olan değerlerdeki kitin, kitosan olarak kabul edilebilmektedir. Ancak kitosan için DD değeri elde edildiği kaynak ve hazırlama metoduna bağlı olarak %56 ile %99 arasında (veya ortalama %80) değişebilmektedir. Kitosanın deasetilasyon derecesinin belirlenmesi için elemental (C, H, N) analiz, potansiyometrik titrasyon, lineer potansiyometrik titrasyon, kondüktometrik titrasyon, FT-IR spektroskopisi, ¹H NMR spektrometrisi indikatör titrasyonu, First-Derivative UV-spektrofotometre ölçümleri gibi birçok metod kullanılmaktadır [8]. Kitosan çözeltisinin viskozitesi sıcaklığa, derişime ve deasetilasyon derecesine bağlı olarak değişir [9]. Deasetilasyon derecesinin artması ile viskozite artar. Yüksek ve düşük deasetilasyon derecesine sahip kitosan, sulu çözeltide farklı konformasyonlara sahiptir. Yüksek deasetilasyon derecesine sahip kitosan, yapıdaki yüklerin birbirini itmesinden dolayı daha esnek bir zincir olan genişletilmiş bir konformasyona sahiptir. Buna rağmen, deasetilasyon derecesi düşük olan kitosan molekülü, polimer zincirindeki düşük yük yoğunluğundan dolayı, çubuğa benzer veya sarmal şekildedir. Kitosanın viskozitesi, konsantrasyon ve sıcaklıktan da etkilenir. Kitosanın konsantrasyonu artar ve sıcaklığı azalır, viskozite artar [10].

Kitosan ve türevleri, medikal ve gıda alanları başta olmak üzere çeşitli alanlarda kullanım yeri bulmuştur. Özellikle medikal alanda son zamanlarda kitosan temelli yara iyileştirme elbiseleri üstüne çalışmalar artmaktadır. Kitosan türevlerinin elde edilmesinin kolay bir işlem olmasından dolayı çok farklı kompozisyonlardaki kitosan, ilaç taşıma sistemlerinde

ve kontrollü ilaç salınımlarında kullanım yeri bulmuştur [10]. Kitosanın kullanım alanları ve uygulamaları hakkında detaylı bilgi Tablo 1'de verilmiştir [10].

Tablo 1. Kitosanın özellikleri ve uygulama alanları

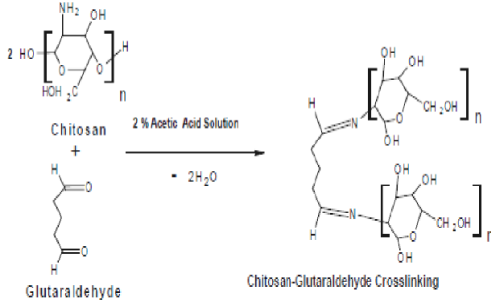
Alan	Uygulamalar
Fizikokimyasal	Atık su arıtımı, boyalar için bağlayıcı, değişik ayırma membranları, ultrafiltrasyon, gaz ve sıvı ayırma, kromatografik destek materyali, fiber, kâğıt imalatı
Biyomedikal	Yapay deri ve böbrek membranları, sert ve yumuşak lensler, ameliyat ambalajları, hücre kültürü, immolibize enzim destek materyali, yara-yanık örtü materyali, spesifik protein/enzim adsorpsiyonu, diş kompozitleri
Farmasötik	Salım materyali, tablet bağlayıcı, stabilizatör gibi katkı maddesi
Besin	Besin antistaling ajanı, besin katkıları, tohum kaplama, toprak iyileştirme, kozmetik ürünleri

Kitosan ve türevlerinin bakteri, maya ve küflere karşı antimikrobiyal aktivitesi mevcuttur. Kitosan toksik olmayan, biyolojik olarak uyumlu, biyolojik olarak parçalanabilen antimikrobiyal bir polimerdir. Kitosan polimeri ilaç salınım sistemlerinde, hücre dağıtım sistemlerinde ve ortopedi, yara iyileşmesi, oftalmoloji, ilaç ve kemik iyileşmesinde kullanılır. Bakteri, mantar ve mayaya karşı antimikrobiyal aktivite gösterir. Hipoalerjeniktir ve kanı hızlı pıhtılaştırma özelliğine sahiptir. Ayrıca kitosan katyonik doğal bir polielektrolit olduğundan dolayı diyet lipidlerine bağlanarak yağ çekici olarak davranır. Kitosanın kan durdurucu özelliği iyidir ve yaraların daha hızlı iyileşmesine yardımcı olan makrofaj fonksiyonuna etki eder. Ek olarak, açık yara tedavisi için yararlı olan bakteriostatik ve fungistatik özellikler gösterir. Yara sargısı olarak kullanılan kitosan yara için en uygun iyileşme ortamı oluşturmaktadır [11]. Kitosan, hidrojel sentezlenmesinde, üstün avantajlara sahip olması sebebiyle en çok tercih edilen doğal polimerdir [12].

Kitosanın Çapraz Bağlanması

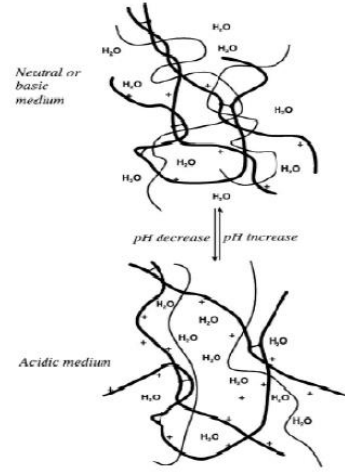
Kitosan hidrojellerinin hazırlanmasında en fazla kullanılan çapraz bağlayıcılar, gliksal ve glutaraldehidir. Glutaraldehidin aldehit grubu, kitosanın amin gruplarına imin grubu üzerinden Schiff bazı reaksiyonu sonucu bağlanmaktadır.

Kitosanın glutaraldehit ile çapraz bağlanma mekanizması Şekil 2'de gösterilmektedir [13]. Çapraz bağlayıcı ile kitosan arasındaki bu kimyasal reaksiyondan dolayı, çapraz bağlanma sonucu kitosan zincirindeki serbest azot atomu yüzdesi azalmaktadır. Ayrıca, glutaraldehit konsantrasyonu arttıkça oluşan jelde renk koyulaşması olmaktadır. Sarı renk oluşumu, kitosan ile glutaraldehit arasındaki etkileşimin (Schiff bazı oluşumunun) göstergesidir [13].



Şekil 2. Kitosanın glutaraldehit ile çapraz bağlanması

Hidrojel yapımında çapraz bağlayıcı olarak dietil squarat, oksalik asit, genipin gibi kimyasallar kullanılabilir. Kitosan hidrojeller, fiziksel ve kimyasal olarak sınıflandırılırlar. Fiziksel hidrojeller tersinir (iyonik etkileşimler ile) şekilde bağliken, kimyasal hidrojeller tersinir olmayan kimyasal bağlarla (kovalent çapraz bağlı etkileşimler ile) bağlanmıştır. Kendi kendine çapraz bağlanmış kitosanda salım genelde çapraz bağlayıcı yoğunluğu ile kontrol edilir, yüksek çapraz bağlanma yoğunluğu düşük salım neden olur. Buna rağmen, ilaç konsantrasyonu gibi diğer sistem parametreleri de büyük bir rol oynar. Hidrofilliği kitosandan farklı olan ek bir polimerin ilavesi, asidik şartlarda pH' a ve iyon duyarlı şişmeye izin verir. pH' a duyarlı şişmenin mekanizması, pH düştüğü zaman kitosandaki amino gruplarının protonasyonunu gerektirir. Kitosanın pH'a duyarlı olarak şişme eğilimi Şekil 3'te gösterilmektedir [13]. Bu protonasyon zincir itmesine öncülük eder, proton difüzyonu ve zıt iyonlar jel içindeki su ve ikincil etkileşimlerin ayrılmasıyla beraber şişmeyi sağlar [13].



Şekil 3. Kitosanın pH'a duyarlı olarak şişme eğilimi

Üstün bir biyomateryal olduğu halde kitosan suda çözünmez, asidik çözeltilerde çözünür. Kitosanın asidik çözeltilerde çözünürlüğü ilaç taşıyıcı olarak kullanımını sınırlar. Suda çözünmeyen ilaçların çözünürlük ve biyoyararlanımlarını artırmak amacıyla kitosan çözeltisi ve ilaç çözeltisi karışımını kurularak katı dağılımı hazırlanır. Katı dağılımındaki asit kalıntısı nedeniyle ilaç bozunur, aktifliğini kaybeder ve kararlılığı azalır. Son yıllarda suda çözünür kitosan türevleri ile suda çözünmeyen ilaçların çözünürlük ve biyo-yararlanımları artırılarak bu problem aşılmaya çalışılmaktadır. Suda çözünür kitosan türevleri homojen faz reaksiyonu, molekül ağırlığını azaltma ve kimyasal modifikasyon yöntemleri ile sentezlenmektedir. Suda çözünür nanokitosan ise suda çözünür kitosanın tripolifosfat ile iyonik çapraz bağlanması ile hazırlanmaktadır [14].

Hidrojel örtüleri, tekstil bazlı yara örtüsü olarak kullanılmaktadır. İyileşme süreci yara tipi, hasarlı dokunun derinliği ve bakteriyel kontaminasyon gibi lokal faktörler veya hastanın yaşı, diyet ve hastalıkları gibi sistemik faktörler gibi birçok faktörden etkilenir. Öncelikli hedefler yara iyileşme süresini kısaltmak, hastanın ağrısını hafifletmek ve yara izi oluşumlarını sınırlamak olmalıdır. Bu sebeple, hafif ila orta dereceli eksuda yaralarında kullanılmak üzere tekstil-hidrojel hibritleri tasarlanmıştır. Hidrojeller, farklı çapraz bağlayıcı konsantrasyonlarında doğal bazlı sodyum aljinat ve kitosan polimerleri kullanılarak oluşturulmuştur. Optimum formülasyonu belirlemek için mekanik özellikler (sertlik, sıkıştırılabilirlik, yapışkanlık, kohezyon ve elastikiyet) doku profili analizi ile incelenmiştir. Jel akış özellikleri, reolojik analiz ile belirlendi. Uygun formülasyonlar veya dermal uygulamalar, viskoz ve Tencel dokunmamış

kumaşlar üzerinde oluşturulmuştur. Tekstil bazlı hidrojel örtülerin fiziksel özellikleri (kütle ve kalınlık), pH, emicilik özellikleri, transfer özellikleri (hava ve su buharı geçirgenliği), morfolojik özellikler (SEM), kimyasal özellikler (FT-IR) incelenmiştir [15].

Kitosan temelli hidrojellerin tekstil alanında kullanıldığı başka bir çalışmada ise, dokunmamış tekstil malzemesi (polipropilen (PP) / viskon), kitosan hidrojel ve lidokain hidroklorür içeren biyoaktif bir kompleks tasarlanmıştır. Bu tür biyomedikal tekstillerin amacı ağrılı bölgelerin tedavisinde kullanılmasıdır. Tıbbi emdirmenin dokunmamış malzemenin gözenekli yapısı üzerindeki etkisini tahmin etmek için cıva intrüzyon porozimetresi kullanılmıştır. İşlem görmemiş dokunmamış numunedeki gözeneklerin %97'sinden fazlasının 15 µm'den daha büyük olduğu tahmin edilmiştir. Dokunmamış kumaşın anestezi uygulaması, ultramakro gözeneklerin ve makro gözeneklerin toplam gözenek hacmini azaltırken, mezo gözeneklerin toplam gözenek hacmini biraz arttırdı. Anestezi / kitosan hidrojel / dokunmamış kompleksinden lidokain hidroklorür salınımı, Franz difüzyon hücresi tekniği ile in vitro olarak ölçülmüştür. Elde edilen biyoaktif tekstil materyalinden lidokain salınımını tahmin etmek için matematiksel model geliştirilmiştir. Lidokain hidroklorürün birbirine bağlı üç katman, yani polimer hidrojel, membran ve çözelti yoluyla difüzyonlu taşınması, Fick'in ikinci yasasına göre modellenmiştir. Bu deneye ilgili tüm ilgili koşullar dikkate alınarak, polimer hidrojel boyunca lidokain difüzyon katsayısı ve ayrıca konsantrasyon oranı parametresi matematiksel model ile belirlenmiştir [16].

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada, kabuklu deniz canlılarının ana maddesi olan kitinin deasetilasyonu sonucunda elde edilen orta molekül ağırlıklı, %75 deasetilasyon derecesine sahip olan kitosan Adaga, Antalya firmasından satın alınmıştır.

Yöntem

Orta molekül ağırlıklı kitosandan belirli bir miktarda tartılarak HCl çözeltisine eklendi. Çözünmesi amacıyla karıştırıldı. Çözünmeyen kısım süzülürken süzülme yardımıyla süzülür. Süzüntü, etüvde kurutulmaya bırakıldı. Bu işlemlerin sonucunda kitosan klorür elde edildi. Çözelti içerisine 0,1 g kitosan klorür eklenerek karıştırıldı. Kitosan klorürden hidrojel üretebilmek amacıyla çapraz bağlayıcıdan farklı yüzdelerde kullanılarak hidrojel sentezi gerçekleştirildi. Çapraz bağlayıcı seçiminde fiyatının uygun olması nedeni ile glutaraldehit tercih edilmiştir. Kitosan klorür çözeltisine %6 ve %20

oranında glutaraldehit çapraz bağlayıcısı eklenerek jelleşme sağlandı.

Jelleşme sağlandıktan sonra elde edilen hidrojin karakterizasyon testleri için çalışma gerçekleştirildi. Hidrojellerin karakterizasyonu için en çok kullanılan tekniklerden birisi şişme ölçümlerinin analiz edilmesidir. Şişme çalışması, hidrojin kendi çözücüsünde veya başka bir çözücüde belirli bir süre bekletildikten sonra kütlesindeki veya hacmindeki artışın oranına göre belirlenir [17]. Aşağıdaki eşitlik yardımıyla hidrojin kütlece yüzde şişme değeri (%S) hesaplandı. Bu eşitlikte M_0 ; başlangıçtaki kuru hidrojel kütlesini, M_t ; t süre sonraki şişmiş hidrojel kütlesini göstermektedir.

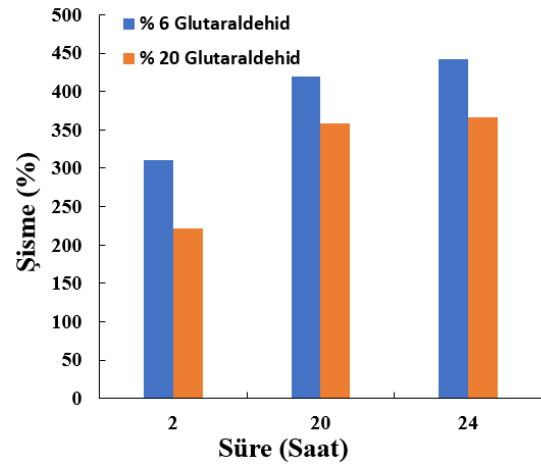
$$\%S = [(M_t - M_0) / M_0] * 100$$

İki farklı çapraz bağlayıcı konsantrasyonda hazırlanan hidrojin şişme yüzdeleri hesaplanmıştır. Şişme testi için hidrojel örneklerinden belirli bir miktar numune alınarak destile suda 24 saat boyunca oda sıcaklığında bekletilerek şişmeleri sağlanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Literatürde bulunan çalışmalar incelendiğinde, kitosan klorür kaynaklı hidrojel üretimine dair çalışmaların yetersiz olmasından yola çıkılmıştır.

Bu çalışmada orta molekül ağırlıklı kitosandan kitosan klorür sentezlenerek hidrojel üretimi gerçekleştirilmiştir. Farklı glutaraldehit konsantrasyonlarında hazırlanan hidrojin şişme sonuçları Şekil 4'te gösterilmektedir.



Şekil 4. Farklı konsantrasyonlarda glutaraldehit ile hazırlanan kitosan klorür hidrojinlerine ait yüzde şişme değerleri

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında kitosan türevleri hakkında geniş kapsamlı bir araştırma gerçekleştirilerek kitosan klorür sentezi ile ilgili yapılan çalışmaların yetersiz olduğu tespit edilmiştir.

Kitosanın bir türevi olan kitosan klorür sentezlenmiştir. Ardından çapraz bağlayıcı yardımıyla kitosan klorür hidrojenleri sentezlenmiştir. %6 ve %20 oranında glutaraldehid kullanılarak hazırlanan hidrojenlerin şişme testi sonuçlarına göre yaklaşık 24 saatin sonunda şişme değerleri maksimum değerlere ulaşmıştır. Beklenildiği üzere, %20 çapraz bağlayıcı içeren hidrojenlerin şişme değerleri %6 çapraz bağlayıcı içeren hidrojenlerin şişme sonuçlarına göre daha düşük olduğu gözlemlenmiştir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Kitosan esaslı hidrojenler yara tedavisinde yara örtüsü ve benzeri uygulamalar ile sıklıkla kullanılmaktadır. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar ile elde edilen kitosan klorür esaslı hidrojenlerin ilaç salınım uygulamalarında kullanılarak gelecek çalışmalar yapılabilir. Hidrojenlerin mekanik özellikleri arttırmak ve kullanım kolaylığı sağlamak için dokunmamış tekstiller, hidrojenler için destek malzemesi olarak kullanılabilir.

KAYNAKLAR

[1] Xuqian L., Ting W., Mengjie S., Xiguang C., Ya L., 2020, Advances and applications of chitosan-based nanomaterials as oral, International Journal of Biological Macromolecules

[2] Taylor, P., Wani, M. Y., Hasan, N., Malik, M. A., Wani, M. Y., Hasan, N., & Malik, M. A. (n.d.), 2014, Chitosan and Aloe Vera: Two Gifts of Nature Chitosan and Aloe Vera, 37- 41

[3] Varum, Anthonsen, Grasdalen & Smidsrod, 1991, Polysaccharides: Chitin and Chitosan: Chemistry and Technology of Their Use As Structural Materials, 96-97

[4] Wan, Y., Creber, K.A.M., Peppley, B., Bui, V.T., 2003, Ionic conductivity of chitosan membranes, Polymer, 44, 1057-1065

[5] Illum, L., 1998, Chitosan and its use as a Pharmaceutical excipient, Pharmaceutical Research, 15, 1326-1331

[6] Demir, A., Seventekin, N., 2009, Kitin, kitosan ve genel kullanım alanları, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi, 92-103

[7] Singla, A.K., Chawla, M., 2001, Chitosan: some pharmaceutical and biological aspects- an update, Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, 53, 1047-1067

[8] Elibol, M., 2008, Kabuklu Katı Deniz Ürünleri Artıklarından Kitin, Kitosan ve Türevlerinin Üretimi, Proje No:106M241.

[9] Chen, R.H., Tsah, M.L., 1998, Effect of temperature on the intrinsic viscosity and conformation of chitosan in dilute HCl solution, International Journal of Biological Macromolecules, 23, 135-141

[10] Hejazı, R., Amiji, M., 2003, Chitosan-based gastrointestinal delivery systems, Journal of Controlled Release, 89, 151-165

[11] Díez-Pascual & Díez-Vicente, 2015, Wound Healing Bionanocomposites Based on Castor Oil Polymeric Films Reinforced with Chitosan-Modified ZnO Nanoparticles, 157- 165

[12] Jayakumar, R., Prabakaran, M., Reis, R. L., & Mano, J. (2005). "Graft copolymerized chitosan—present status and applications." Carbohydrate Polymers, 62(2), 142-158

[13] Berger, J., Reist, M., Mayer, J.M., Felt, O., Peppas, N.A., Gurny, R., 2004, Structure and interactions in covalently and ionically crosslinked chitosan hydrogels for biomedical applications, European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, 57, 19-34

[14] Yuanyuan J., Xiaohong W., Mingming H., Xiaoli Z., Fei L., Cheng Z., 2017, Preparation and characterization of a novel bacterial cellulose/chitosan bio-hydrogel

[15] Gizem Ceylan Türkoğlu, Ayse Merih Saruşik, Sinem Yaprak Karavana, 2020, Development of textile-based sodium alginate and chitosan hydrogel dressings, International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials

[16] Lj. Simovic, P. Skundric, A. Medovic Baralic, I. Pajic-Lijakovic, A. Milutinovic-Nikolic, 2011, Characterization and behavior of anesthetic bioactive

textile complex in vitro condition, DOI:
10.1002/jbm.a.33234

[17] Ekici, S., 2016, Kitosan temelli hidrojellerin hazırlanması ve 5-Florourasil salımı davranışlarının incelenmesi. Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 18(2), 12-24

Kabuklar Çevreyi Kirletmek Yerine Neden Bir Tekstil Lifi Olmasın Bilinci Oluşturarak Çevreci ve Yenilikçi Bir Yaklaşımla Çekirdek Kabuğundan Tekstil Lifi Eldesi

OKYAY Neslihan¹, IŞIK Fatih²

¹ Karacasu Tekstil Ar-Ge Departmanı, Kahramanmaraş ,Türkiye
nes@karacasutekstil.com.tr

ÖZET

Ay çekirdeği Türkiye’de en fazla tüketilen ikinci kuruyemiştir. Bu çalışma ile, tekstil endüstrisine alternatif, yeni ve çevre dostu olan ay çekirdeği eklenerek, kabuğu ile rejenere selülozik bir lif elde edilmesi hedeflenmiştir.

AMAÇLAR

Çekirdek kabukları, ülkemizde hayvan kütlesi olarak satılmakta ya da atık olarak atılmakta olup katma değer olarak geri kazandırılmamaktadır. İçeriğindeki selüloz lif miktarı fazla olduğundan, tekstil sektöründe değerlendirilmesi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Ayçiçeği ülkemizde en fazla ekim alanı ve üretime sahip yağlı ve tohumlu bitkidir. Adaptasyon kabiliyetinin yüksek olması, kuru ve sululu koşullarda yetiştirilebilmesi, ekimden hasadına kadar mekanizasyona uygun olması ayçiçeği tarımının üstün özellikleridir. Dünyada ve ülkemizde, ayçiçeği çerezlik olarak da yetiştirilmekte ve tüketilmekte olup, dünya ayçiçeği üretiminin % 2,6’sı çerezlik olarak tüketilmektedir. Türkiye’de 2017 yılı ayçiçeği üretiminin % 8,37’si çerezlik olarak üretilmiştir. 2018 yılı TÜİK verilerine göre¹, bu rakam 164.385 tondur. Çerezlik ayçiçeği çekirdeğinin ağırlığının % 36-50 sı kabuktur. Çerezlik taneler, yüksek oranda lif (ham selüloz) düşük miktarlarda da ham yağ ve kül içerir. Kabuktaki selüloz, lignin, hemiselüloz (çoğunluğu glucuronoxylan) miktarları % 74-90 olup, arta kalan kısmı da lipit, protein ve mineral maddelerdir.² Bu verilere göre yıllık yaklaşık 65.354 ton ay çekirdek kabuğu çöp olmakta ve çevreyi kirletmektedir.

Yapılan araştırmalarda, ülkemizde ayçiçeği işleyen bazı fabrikalarda kabuk tamamen küspe elde etmek için kullanılırken, bazı fabrikalarda da özellikle yüksek proteinli küspe elde edilmek istendiğinde, yaklaşık % 7-12 arasında bir ek ürün olarak çıkmakta, bu durumda da ısıtma kazanlarında enerji ihtiyacını karşılamak için kömür ile karıştırılarak yakılmaktadır. Ayrıca, Kanada’da silindir şeklinde preslenerek çıra malzemesi

ve Rusya’da da etil alkol ve boya malzemesi eldesinde kullanılır.³ Ayçiçeği kabukları tonu 30 \$ a kadar alıcı bulmaktadır.²

Ekonomi Bakanlığı’nın iplik ihracat verileri incelendiğinde Çin %22 ile en ön sırada, Hindistan %11 ile 2. Sırada ülkemiz ise %4 ile 6.sırada yerini almaktadır. İthalat verileri incelendiğinde ise ülkemizin %7 lik dilimde olduğunu görmekteyiz. Bu durum ise ihracat ile ithalat dengesinin sağlanamadığı ve sürdürülebilir doğal liflere ihtiyaç olduğunu göstermektedir.

Bu sebeple ay çekirdeği içindeki selülozların tekstil sektöründe değerlendirilmesinin ülkemiz ve tüm dünya için oldukça büyük faydası olacaktır. Bu çalışmayla firmamız, tekstil sektöründe bulunan kişi başına düşen lif miktarının artması konusunda misyonunu üstlenerek, ülkemizde sürdürülebilir bir hammadde kaynağı temini ile ihracat-ithalat dengesinin sağlanmasına katkıda bulunmuş olacaktır. Böylece, çekirdek kabuğu gibi boşa giden bir atığa katma değer kazandırılmış olacaktır.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışma kapsamında kullanılacak siyah dakote çekirdek kabukları biriktirilmiş ve çekirdek kabuğunun üzerinde bulunan artıklar yıkılarak temizlenmiştir.

Yöntem

Yıkanan ve temizlenen dakote çekirdek kabuklarından ; Cradle to Cradle sertifikası almış inovatif bir metot olan cuprammonium metodu kullanılarak, çözelti elde edilmiş ve ıslak çekim metodu ile lif çekimini (ekstrüzyon) yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Cuprammonium metodu kullanılarak uygulanan prosesler aşağıdaki gibidir:

1.Proses Pulping: NaOH ile oluşturulan çözelti çekirdek kabuğu ile muamele edilmiştir. NaOH banyosuyla çekirdek kabuğu yapısında bulunan yağ gibi istenmeyen maddelerin uzaklaştırılarak selülozun işlenebilir bir hale getirilmesi hedeflenmiştir. (Şekil 1)

2. Proses Extraction: Selülozun cuprammonium çözeltisinde çözülmesi için, Cuprommanium ile oluşturulan çözelti çekirdek kabuğu ile muamele edilmiştir. (Şekil 2)

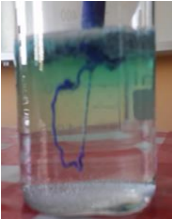
3. Proses Koagülasyon: H_2SO_4 asit ile muamele edilerek çözelti içindeki Cu kalıntıları ortadan kaldırmıştır. (Şekil 3-4)



Şekil 1. Pulping

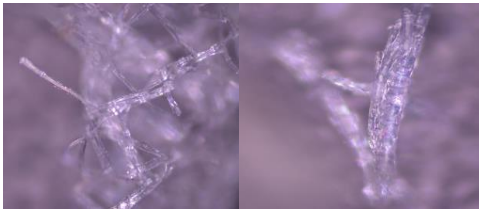


Şekil 2. Extraction



Şekil 3-4 Koagülasyon

Bu işlemler sonucunda oluşan çözelti, ıslak çekim metodu ile lif çekimi yapılmış (ekstrüzyon), yıkama ve etüvde kurutma işlemlerinden sonra, tekstil sektöründe kullanılabilir bir lif elde edilmiştir. Elde edilen çalışmanın görüntüleri mikroskop altında incelenmiştir. (Şekil 5 ve 6)



Şekil 5.6. Çalışma kapsamında elde edilen lifin mikroskop görüntüsü

GENEL SONUÇLAR

Çalışma kapsamında elde edilen rejenere selülozik liflerin mikroskop görüntüsü incelendiğinde, lif uzunluklarının 32-38 mm civarında olduğu ve lif inceliğinin ise seri üretimde tercih edilecek sipinneret delik çapına bağlı olduğu görülmüştür.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Tekstil sektöründe dünyada daha önce kullanılmamış bir hammadde olan çekirdek kabuğundan lif eldesinin; sürdürülebilir ve çevre dostu liflerin eldesi için yeni çalışmaları tetikleyerek literatüre katkıda bulunacağı öngörülmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma Karacasu Tekstil Ar-ge Departmanı'nda gerçekleştirilmiştir.

KAYNAKLAR

1. Ayçiçeği Raporu 2018, Ziraat Mühendisleri Odası, https://www.zmo.org.tr/genel/bizden_detay.php?kod=30602&tipi=38&sube=0, Son Erişim Tarihi: 26 Eylül 2021
2. Dorrel, D.G and B. A. Vick. 1997. Properties and Processing of Oilseed Sunflower. Sunflower Technology and Production. Agronomy Monogram 35.P. 711.
3. Doty, H.O. 1978. Future of Sunflower as an Economic Crop in North America and the World. In J.F. Carter (Ed). Sunflower Science and Technology. Agronomy Monogram 19. P.480.

-
- OKYAY, Neslihan 1 (ORCID ID: 0000-0002-8987-6361)
 - IŞIK, Fatih 2 (ORCID ID: 0000-0001-9980-8234)

Pamuklu Tekstil Atıklarının İplik Üretiminde Optimizasyon Çalışması

Tandoğan Gökhan¹, Gündoğan Uğur², Kaynar Hayrullah³ ve Özdemir Süheyl⁴

¹Kipaş Mensucat İşletmeleri A.Ş. Ar-Ge Merkezi Kahramanmaraş, Türkiye
sorumlu yazar: gtandogan@kipas.com.tr

AMAÇLAR

Tekstil ve hazır giyim sektöründeki tüketim çığnlığı beraberinde ekosisteme ciddi oranda atık yükü oluşturmaktadır. Bu yükün tekrar ekonomiyeye kazandırılması için son dönemlerde giderek yaygınlaşan geri dönüşüm tesisleri tüketimin kısır döngüsüne, ve ekosistemin devamına oldukça önemli çözümler sunmuştur. Tekstil tüketimi, endüstri tarafından ve tüketici tarafından oluşturulan olmak üzere iki kategoride ele alınmaktadır. Tüketici öncesinde endüstri tarafından oluşturulan tekstil atıkları lif, iplik, kumaş ve giysi üretimi süreçlerinden oluşmaktadır. Bir giysinin daha kullanıcıya ulaşmadan üretimi sırasında oluşan atık miktarı “kullanıcı öncesi” (pre-consumer) olarak, tüketicinin kullanımı sonrası tekstil atığı oluşumu ise “kullanıcı sonrası” (post-consumer) olarak isimlendirilmektedir.

Pre consumer ve post consumer olarak pamuklu tekstil atıklarının tekrar elyaf olarak geri kazandırılması işleminde kısa lif yüzdesi oranı artmakta ve lif ciddi oranda zarar görmektedir. Bu durum beraberinde lifin ilk haline oranla mukavemet değerlerini de geriye götürmektedir. Bu nedenle geri dönüştürülmüş elyaflar, iplik üretiminde rotor ve konvansiyonel ring eğirme yöntemleri kullanılarak yöre pamukları ile belirli oranlarda karıştırılarak değerlendirilmektedir.

Bu çalışmanın amacı; %100 pamuklu pre-consumer atıklardan elde edilen elyaftan, dokumada çözgüde kullanılacak daha mukavim iplik üretimleri gerçekleştirmektir. Amaç ring iplikçiliğinde hali hazırda mevcut olan havalı kompakt sistemler ile mekanik kompakt sistemler kullanılarak, çıkan ürünlerin iplik performansları, mekanik kompakt sisteminin açma pamuk iplik üretiminde ki avantajlarını ortaya koymaktır.

Anahtar Kelimeler— Geri Dönüşüm, tekstil atıkları, üstüpi, pre-consumer, ring kompakt sistemler

GİRİŞ

Türkiye’de tekstil atıkları uzun yıllardır geri kazanılmaktadır ve bu konuda önemli bir bilgi alt yapısı da mevcuttur. Ancak Türkiye’deki pamuk geri kazanım sektörünün en önemli sorunları ise, kalın ve düşük kalitede, katma değeri düşük iplik üretimi ve ürün çeşitliliğinin az olmasıdır. Dünyada son yıllarda telef/atık geri kazanımı yeni bir boyut kazanmış ve

atıklardan yüksek katma değerli ürün eldesi önem kazanmıştır [1]

Artan lif üretimine bağlı olarak pre-consumer ve post-consumer tekstil atıklarının miktarı artmaktadır. Pinheiro ve de Francisco’nun Brezilyalı giyim üreticileri ile yaptığı bir araştırmaya göre, bu üreticilerle 167.850 kg pamuk tüketilmiş ve üretim sonrası üretimlerde 19.086 kg pamuk atığı meydana gelmiştir. Bu da hammaddenin %11’inin atık olarak dışarıda bırakıldığı anlamına gelmektedir[2]. Ayrıca tekstil katı atığı miktarı arttıkça bu atıkların değerlendirilmesi daha önemli hale gelmektedir. Dolayısıyla sürdürülebilirlik ve döngüsel ekonomi konuları ön plana çıkmaktadır.

Endüstriyel atık olarak geri dönüştürülmüş pamuk lifi hakkında önemli miktarda literatür yayınlanmıştır. Wulfhorst (1984), geri kazanılan liflerin ham maddelerle karıştırılabileceğini ve iplik kalitesinde gözle görülür bir değişiklik olmaksızın open-end eğirme için yeniden kullanılabilceğini tartışmıştır [3]. Hanafy (1997), %100 pamuk atıklarından elde edilen liflerden siro eğirme prensipleri kullanılarak, bir dokuma ipliği üretiminin mümkün olduğunu belirtmiştir [4]. Duru ve Babaarslan (2003), geri dönüştürülmüş pamuk üretimi için optimum açıcı silindir hızını ve diğer işlem parametrelerini belirlemek için incelemişlerdir [5]. Merati ve Okamura (2004), çok bileşenli orta numara ipliklerde geri dönüştürülmüş liflerin kullanımını artırmak için sürtünmeli eğirmenin besleme kısmını değiştirmiştir [6]. Halimi et al. (2007), geri dönüştürülmüş pamuk ve eğirme parametrelerinin rotor iplik kalitesi üzerindeki etkilerini araştırmışlardır [7]. Halimi et al. (2009), iyi bir eğirme parametreleri seçimi ile %25 geri dönüştürülmüş pamuk oranının rotor ipliğinin homojenliğini ve görünümünü değiştirmedeğini göstermiştir [8]. Araştırmacılar ayrıca çırçırılama işleminden geri dönüştürülmüş pamukla rotor ipliği için makine parametrelerini optimize etmek için çalışmıştır [9,10]. Kurtoğlu Necef et al. (2013) ve Demiroz Gün et al. (2014), iplik eğirme için kumaş artıklarından geri dönüştürülmüş pamuk kullanmış ve orijinal rotor ipliği ile karşılaştırmıştır [11,12]. Khan ve ark. (2015), harmanlama oranı ve rotor hızının geri dönüştürülmüş rotor iplikleri üzerinde en çok etkileyen faktörler olduğuna dikkat çekmiştir [13].

Khan ve Rahman (2015), rotor hızı, açıcı silindir hızı ve pnömafıl oranının geri dönüştürülmüş atıklardan üretilen rotor ipliklerinin performansı üzerindeki etkilerini tartışmışlardır [14].

Yelkovan (2015), kısa şapeli iplik üretiminde oluşan çeşitli elyaf teleflerin iplik üretiminde kullanılması durumunda elde edilecek iplik özelliklerinin araştırılmasını amaçladığı tez çalışmasında, harman-hallaç dairesi, tarak makinesi ve çeşitli makine emişleri ile toplanan telefler olmak üzere üç farklı telefi (hallaç, şapka ve pnömofil) %5 ile %40 arasında değişen oranlarda ham pamuk içerisine karıştırmıştır. Telef türü ve miktarının konvansiyonel ring ile Rocos ve Rieter K46 kompakt ipliklerin iplik kalitesine etkisini incelemiştir. Çalışmada, iplik özelliklerindeki değişimin yanında elde edilen ring ipliklerin iplik kalite değerlerinin Uster Dünya İstatistikleri ile kıyaslaması yapılarak hangi kalite dilimi içerisinde yer aldığı da belirlenmiştir [15]

Öte yandan, pamuk atıklarına alternatif çözüm olarak Jeihanipour ve Taherzadeh (2009), Jeihanipour vd. (2010) ve Kuo vd. (2010), pamuk esaslı atık tekstil ürünlerinin, çeşitli ön-muameleler ve biyolojik prosesler vasıtasıyla biyo-etanolün, biyogaz ya da diğer biyolojik bazlı ürünlerin rafine edilmesi için bir yerde yenilenebilir biyokütle kaynağı olarak görülebileceğini belirtmektedirler [16-17]. Usarat vd. (2012), atık pamuklu bir kumaştan çeşitli kimyasal işlemler sonucunda modifiye selüloz elde etmiştir [18]

Literatür özetlerimizi incelediğimizde tekstil atıklarının genel olarak rotor iplikçiliğinde ve ham pamuk ilavesi ile birlikte kullanıldığı görülmektedir. Ring eğirme yönteminde mekanik kompakt sistemleri ile çok fazla çalışmanın olmadığı görülmüştür. Bu çalışmada özellikle ring eğirme yönteminde ince ve kalın Ne iplik üretimlerinde dokumada çözgü ipliği olarak kullanılacak %100 Pre consumer iplik üretimleri gerçekleştirilecektir. Bunun için hali hazırda mevcut olan havalı kompakt sistemlere alternatif portatif mekanik kompakt sistemleri kullanılarak iplik kalitesinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır.

DENEYSEL MALZEME VE YÖNTEM

Bu çalışmada iplik ve konfeksiyon işletmelerinde atık olarak çıkan pamuk atıkları Kipaş Mensucat A.Ş Geri Dönüşüm Tesislerinde açılarak pamuk haline getirilmiştir. Açılan pamuklardan %100 farklı Ne'lerde ring eğirme yönteminde mekanik kompakt aparatı kullanılarak Uster değerleri iyileştirilmiş iplik üretimleri gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Kullanılan %100 pamuklu üstüğü hammaddesi



Şekil 2. Kullanılan %100 pamuklu konfeksiyon atıkları

Tablo I. Projede kullanılan ham madde ve malzeme

Malzeme
Pamuk Üstüğü ve konfeksiyon atıkları
Mekanik kompakt sistem
Havalı kompakt sistem

DENEYSEL SONUÇLAR

Çalışma kapsamında pamuklu üstüğü ve konfeksiyon atıklarının Geri Dönüşüm tesisinde açma işlemleri gerçekleştirilmiştir. Açılmış pamuk elyaf görüntüsü Şekil 1.dedir.



Şekil 3. Açma sonrası üstüğü ve konfeksiyon atıkları

Pamuklu tekstil atıklarının açma sonrası HVI değerleri ham yöre pamuğu ile kıyaslamalı olarak Tablo I.de belirtilmiştir.

Tablo II. Açma yapılan tekstil atıklarının HVI test sonuçları

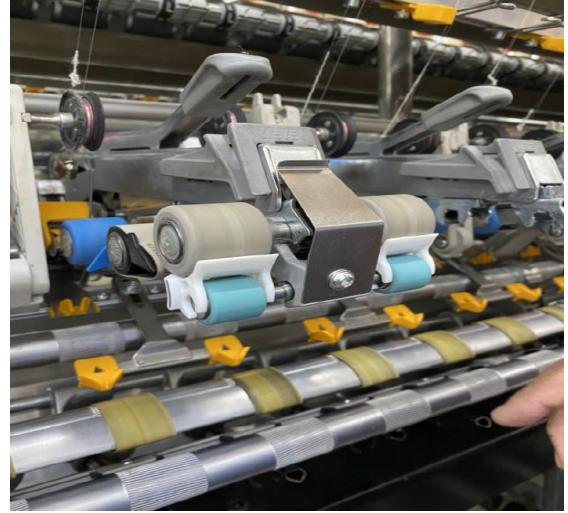
Proses	STR	MIC	LEN	UNF	SFI	Elg	Mat	Tr Cnt	TRAR
Açma	28,9	4,3	23,2	73,9	18,8	5,3	0,87	18,8	0,18
Yöre	31,5	4,53	29,38	83,6	9,7	6,9	0,90	49	0,55

HVI değerleri incelendiğinde açma yapılan geri dönüşümlü pamuk ürünlerin ham yöre pamuğa oranla uniformitesinin düşük ve kısa lif yüzdesinin oldukça yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum %100 pre-consumer iplik üretiminde de iplik performansının düşük olabileceğini göstermektedir.

Ring İplik İşletmelerinde havalı ve mekanik yöntemlerle üretilen %100 pre-consumer iplikler Tablo III. de belirtilmiştir.

Tablo III. %100 Pre-consumer açma pamuk iplikler

Numune	Eğirme Sistemi	İplik İnceliği (Ne)	Büküm	Alfa
1	Konvansiyonel	7/1	520	5,0
2	Mekanik Kompakt			
3	Havalı kompakt	20/1	809	4,6
4	Mekanik Kompakt			
5	Havalı kompakt	24/1	884	4,6
6	Mekanik Kompakt			
7	Havalı kompakt	30/1	1078	5,0
8	Mekanik Kompakt			



Şekil 1. Mekanik kompakt sistemi

Üretilen ipliklerin tamamında mekanik kompakt denemeleri yapılırken; 7/1 Ne kalın numara olduğu için konvansiyonel sistemle, 20/1, 24/1 ve 30/1 Ne numaralar ise havalı kompakt sistemlerle kıyaslanmıştır. Üretilen ipliklerin Uster test sonuçları Tablo IV. de verilmiştir.

Tablo IV. Uster test sonuçları

Numune	Um	CVm	İnce -50	Kalın +50	Neps +140	Neps +200	H	Elg. (%)	Rkm
1	17,32	22,32	393	1708	2990	591	11,60	6,00	10,67
2	13,38	17,15	24	372	714	64	8,18	7,70	13,33
3	19,80	25,89	686	2133	4304	1221	7,02	4,86	14,20
4	18,75	24,41	487	2258	3936	1014	6,29	5,02	14,02
5	20,35	26,48	653	2340	4828	1421	6,62	5,65	14,79
6	18,17	23,68	403	2068	3986	1043	5,76	4,64	13,56
7	19,11	25,11	482	2385	6651	2160	5,74	6,29	15,29
8	20,64	26,94	1055	3015	7561	2650	4,69	4,74	13,35

- 1 ve 2 nolu çalışmada 7/1 Ne iplik üretiminde konvansiyonel ring eğirme yöntemine göre mekanik kompakt sistemi hem mukavemet hem de tüylülük açısından oldukça iyi sonuçlar vermiştir.
- 3 ve 4 nolu çalışmada 20/1 Ne iplik üretiminde havalı ve mekanik kompakt sistemi benzer sonuçlar vermiştir.
- 5 ve 6 nolu 24/1 Ne iplik üretiminde havalı kompakt sistemi mukavemet değerleri açısından daha başarılı iken, tüylülük açısından mekanik kompakt sistemi daha başarılıdır.
- 7 ve 8 nolu çalışmada 30/1 Ne iplik üretiminde havalı kompakt sistemi daha başarılı sonuçlar vermiştir.

GENEL SONUÇLAR

Ring iplikler diğer rotor ve air jet gibi eğirme sislemlerine göre her zaman bir kalite ölçüsü olarak ele alınmıştır. Ancak ring iplikler de tamamen kusursuz bir yapıya sahip değildir. Ring iplik

makinesinde ki konvansiyonel teknoloji henüz iplik oluşumunda ki bilezik-kopça sisteminde ki en zayıf nokta ve en sorunlu yer olarak tanımlanan eğirme üçgenini azaltamamıştır. Bu sebeple iplik yapısının düzleştirilmesi, iplik kopuşlarının azaltılması için havalı ve mekanik kompakt sistemleri geliştirilmiştir. Geliştirilen ipliklerden elde edilen sonuçlara göre %100 pre-consumer iplik üretiminde konvansiyonel sistemlerde portatif mekanik kompakt sistemlerin kullanılması iplik tüylülüğünü ve mukavemet değerlerini ciddi oranda iyileştirdiği için avantajlı görünmektedir. 2 nolu çalışmada özellikle rkm ve tüylülük değerlerinde ki iyileşme bu ipliğin dokumada çözgüde değerlendirme fırsatı oluşturmaktadır. Çalışmalarda havalı ve mekanik kompakt sistemlerle üretilen 20/1, 24/1 ve 30/1 Ne iplik üretimleri incelendiğinde; 20/1 Ne %100 pre-consumer iplik üretiminde havalı ve mekanik sistemler arasında belirgin bir fark görülmezken ipliğin inceliği arttıkça havalı kompakt sisteminde mukavemet değerlerinde daha başarılı sonuçlar görülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmada piyasada pek yaygın olmayan %100 pre consumer çözgüde kullanılacak birbirinden farklı inceliklerde iplik üretimleri gerçekleştirilmiştir. Sonra ki dönem çalışmalarında bu üretilen ipliklerden denim ve non denim dokuma kumaş üretimleri gerçekleştirilecektir.

TEŞEKKÜR

Üstü�ü ve konfeksiyon atıklarının açılması ve deney planında ki ipliklerin üretilmesi aşamalarında Kipaş Mensucat A.Ş. Geri dönüşüm ve Ring İplik işletmelerine katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

▪ Periyodik Yayınlar:

1. Demiroz Gun, A., Akturk, H.N., Sevkan Macit, A. and Alan, G., 2014. "Dimensional and Physical Properties of Socks Made from Reclaimed Fibre", The Journal of the Textile Institute, 105(10): 1108-1117.
2. Duru, N.P., and Babaarslan, O. , 2003. "Determining an Optimum Opening Roller Speed for Spinning Polyester/Waste Blend Rotor Yarns", Textile Research Journal, 73 (10): 907-911.
3. Halimi, M.T., Hassen, M.B., Azzouz, B., and Sakli, F., 2007. "Effect of Cotton Waste and Spinning Parameters on Rotor Yarn Quality", Journal of the Textile Institute, 98 (5): 437-442.
4. Halimi, M.T., Hassen, M.B., Azzouz, B., and Sakli, F., 2009. "Influence of Spinning Parameters and Recovered Fibers from Cotton Waste on the Uniformity

and Hairiness of Rotor Spun Yarn", Journal of Engineered Fibers and Fabrics, 4(3): 36-44.

5. Hanafy I. 1997. "Fabric From Cotton Waste" , Ihe Indian Textile Journal, 4(3), pp:16-8.
6. Hasani, H., and Tabatabaei, S.A., 2011. "Optimizing Spinning Variables to Reduce the Hairiness of Rotor Yarns Produced from Waste Fibers Collected from the Ginning Process", Fibres & Textiles in Eastern Europe, 19 (86): 21-25.
7. Hasani, H., Semnani, D. and Tabatabaei, S., 2010. "Determining the Optimum Spinning Conditions to Produce the Rotor Yarns from Cotton Wastes", Industria Textile, 61(6): 59-64.
8. Jeihanipour, A., Taherzadeh, M. 2009. "Ethanol Production from CottonBased Waste Textiles, Bioresource Technology", 100, 1007-1010.
9. Khan, R.K., and Rahman, H., 2015. "Study of Effect of Rotor Speed, Combing-Roll Speed and Type of Recycled Waste on Rotor Yarn Quality Using Response Surface Methodology", IOSR Journal of Polymer and Textile Engineering, 2 (1): 47-55.
10. Khan, R.K., Hossain, M.M., and Sarker, R.C., 2015. "Statistical Analyses and Predicting the Properties of Cotton/Waste Blended Open-End Rotor Yarn Using Taguchi OA Design", International Journal of Textile Science, 4(2): 27-35.
11. Kuo, C.H., Lin, P.J., Lee, C.K. 2010. "Enzymatic Saccharification Of Dissolution Pretreated Waste Cellulosic Fabrics For Bacterial Cellulose Production By Gluconacetobacter Xylinus", Journal of Chemical Technolgy and Biotechnology, 85, 1346-1352.
12. Kurtoglu Neced, O., Seventekin, N. and Pamuk, M., 2013. "A Study on Recycling the Fabric Scraps in Apparel Manufacturing Industry", Tekstil ve Konfeksiyon, 23(3): 286-289.
13. Merati, A.A., and Okamura, M., 2004. "Producing Medium Count Yarns from Recycled Fibers with Friction Spinning", Textile Research Journal, 74 (7): 640- 645.
14. Meyabadi, T.F., Dadashian, F. 2012. "Optimization Of Enzymatic Hydrolysis Of Waste Cotton Fibers For Nanoparticles Production Using Response Surface Methodology", Fibers Polymers, 13(3), 313-321.
15. Pinheiro E, de Francisco. 2016. "A. Management and Characterization of Textile Solid Waste in a Local Productive Arrangement." Fibres & Textiles in Eastern Europe, 24:8-13.
16. Usarat, R., Duangduen, A., Duangdao, A. 2012 "Cellulose Esters From Waste Cotton Fabric Via

Conventional And Microwave Heating”, Carbohydrate Polymers, 87, 84–94.

17. Wulfhorst, B. 1984. “The Technological and Economic Aspects of the Recycling of Wastes in Modern Cotton Mills” , Textile Praxis International, 8: 741-743.

18. Yelkovan S. 2015 “Pamuk ve Geri Dönüşüm Pamuk Liflerinden Eğriilen İpliklerin Özelliklerinin İncelenmesi”, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,

Investigation of Rheological and Mechanical Properties of Polypropylene During Recycling Processes

AYTEN, Ali İmran¹

¹Yalova University, Polymer Materials Engineering Department
aiayten@yalova.edu.tr

SUMMARY

In this study, the changes in the molecular structure, rheological and mechanical properties of polypropylene (PP), which is the most widely used industrial polymer, were quantitatively investigated during the recycling processes. In order to represent the recycling process, pure PP-homopolymer was subjected to five extrusion and crushing processes, and the basic rheological properties, molecular weights and molecular weight distribution of the samples obtained after each step were examined with a rotational rheometer, and then the tensile test results of the samples prepared in the film forms were evaluated.

It was observed that the molecular weight decrease in the recycling processes was mainly determined in the first recycling process and the decrease continued in each recycling process. It has also been determined that the mechanical strength of the samples below a certain molecular weight causes deterioration in a way that does not even allow film making.

Pullwinding yöntemiyle savunma sanayii için kamuflaj ağ desteği teleskopik cam fiber kompozit direk geliştirilmesi

KAYHAN, Emine*¹

*¹Uşak Üniversitesi, Uşak/Türkiye
emine.kayhan@usak.edu.tr

ÖZET

Savunma sanayisinin ihtiyaç duyduğu kamuflaj ağ desteği direk için pullwinding tekniği ile çöl kamuflajı renginde beş farklı ebatla kompozit boru başarılı bir şekilde yerli bir firmada üretilmiştir. Üretilen borular, yabancı bir firmanın aynı çaplarda üretmiş olduğu borular kadar hafif, daha yüksek cam oranına sahiptir. Ayrıca, üretilen bu kompozit boruların etkin esneklik modül değerleri, yerli ve yabancı iki farklı firmanın ürettiği borular ile kıyaslandığında her ikisinden de daha yüksek olarak bulunmuştur. Pullwinding tekniği ile üretilen bu borular için yapılan basma testi sonucunda da bir başka yerli firmanın pultrüzyon ile ürettiği boruların sonuçlarından çok daha iyi olduğu bulunmuştur. Beş farklı ebatla çöl kamuflajı renginde üretilen bu kompozit borular birbiriyle estetik açıdan da bütünlük sağlamış ve teleskopik direk olarak birleştirilmiştir.

AMAÇLAR

Amaç, rüzgâr, nem ve yüksek sıcaklık farkı gibi zorlayıcı çevresel faktörlere dayanıklı, savunma sanayisinde kamuflaj ağ desteği teleskopik direk olarak kullanılmak üzere iç içe geçebilen 5 farklı çap ve ebatlarda, çöl kamuflajı renginde cam takviyeli kompozit borular üretmektir. Bu boruların çap ve et kalınlıkları küçükten büyüğe; (30 mm*2.5 mm); (37 mm*2 mm); (44 mm*2 mm); (51 mm*2 mm) ve (58 mm*2 mm) olması amaçlanmıştır.

Bu kompozit borular için başlıca kritik isterler, hafif, birbirine montaj esnasında işlenebilirliği kolay, enine ve boyuna mukavemeti yüksek (etkin esneklik modülü tayini testi (full section testi) sonucu >17 GPa) ve cam oranı %60'dan fazla olan estetik açıdan bir bütün oluşturacak görsellikte olmasıdır.

GİRİŞ

Savunma sanayisinde mühimmatın, düşman tarafından radar veya termal kameralarla tespitini ve dolayısıyla imha edilmesini engellemek amacıyla multispektral kumaşlar geliştirilmekte ve bunlardan gizleme ağları üretilmektedir^{1,2}. Türkiye'de de 2017'de üretilmeye başlanan yerli kamuflaj kumaşları, mühimmat gizleme amacıyla bir kamuflaj ağı yayıcı ile direklerin üzerine örtülmesi ve ayak çivisi ile zemine sabitlenmektedir³. Zemin ayak çivisi, direk sisteminin betondan toprağa ve

yumuşak kuma kadar çeşitli arazilerde tutunmasını sağlar³. Basmalı yay, direği kaldırmaya ve ağı sıkımsaya yardımcı olur. Kamuflaj yayıcının esnekliği, kamuflaj ağının keskin açılar bırakmadan çevredeki araziye uyum sağlayacak şekilde şekillendirilmesini sağlar³. Direk sisteminin kuvvetli rüzgâr koşullarında kullanılması gerekiyorsa, isteğe bağlı bir ekstra olarak gergi halkası ve bağlama halatları önerilmektedir³.

Teleskopik direk ve destek çerçevesi zorlu koşullarda kullanılmak üzere tasarlanmıştır, bu nedenle sistem kum ve tozu tolere eder. Direk sistemi temiz su ile temizlenip kurumaya bırakılarak kolayca bakımı yapılabilir. Bu direklerin de yine radar ve termal kameralarca tespitinin yapılamaması için metalden üretilmemesi gerekmektedir.

Kardan kuma kadar farklı çevresel şartlarda tekrar tekrar kurulmaya dayanıklı, korozyona uğramaması ve hafif olması gibi başlıca nedenlerden ötürü kompozit borular, kamuflaj ağ desteği direği için uygun bir tercih olmaktadır⁴. Bu kompozit direk, 9 m'ye kadar ulaşabilen tek parça olabileceği gibi nakliye ve lojistik açıdan daha avantajlı olması dolayısıyla en çok tercih edilen türü kolay montaj edilebilen iç içe geçebilen farklı çap borulardan da oluşabilmektedir⁴. Direkler standart olarak cam elyaftan yapılır, ancak karbon elyaf takviyeliler de mevcuttur. Kullanılacak araziye uygun olması açısından yeşil kamuflaj ve çöl kamuflajı renkleri en yaygın olan direk renkleridir⁴.

Kompozit, farklı özellikteki malzemelerin her birinin de avantajlarından yararlanmak amacıyla bir araya getirilmesi sonucu oluşan yapıya denir⁵. En bilinen kompozit örneklerinden biri çimento ve kumun birlikte kullanılmasıyla elde edilen betondur. Yüzyıllar öncesine dayanan inşaat yapılarında da benzer şekilde samanla toprak birlikte kullanılarak toprak saman ile takviye edilmiş ve saman kullanılmadan elde edilen yapılardan mukavemeti daha güçlü bir kompozit yapı oluşturulmuştur⁵. Kompozit yapıların, başlıca malzeme ana grupları olan metal, seramik ve polimer malzemelere kıyasla çok avantajları bulunmaktadır^{5,6}. Elektrik ve termal iletkenlik ve yüksek mukavemet istenen uygulamalarda metallerin avantajlı olmasının

yanında, kimyasallara ya da neme maruz kaldığında korozyona uğraması ve yüksek yoğunluğu nedeniyle ağır olması gibi dezavantajları vardır^{5,6}. Seramik malzemelerin ise işleme zorluğu ve kırılabilirliği bir çok uygulama için tercih edilmeme nedenidir⁵. Polimerler ise hafif olmalarına karşın sıcaklık dayanımlarının ve mukavemetlerinin düşük olması gibi dezavantajlara sahiptir^{5,6}. Kompozitler ise mukavemeti yüksek, çevresel koşullara ve korozyona karşı dirençli olmaları nedeniyle savunma sanayii, havacılık, su altı, arıtma sistemleri ve ulaşım araçları gibi bir çok alanda kullanılmaktadır^{5,6}. Mutfak tezgahlarından, araç kaporta, yol kenar dikmeleri ve atık su borulama hatlarına varıncaya kadar bir çok kompozit örneği günlük hayatta görmek mümkündür⁶.

Cam takviyeli plastikler (CTP) matris, takviye/güçlendirici malzeme, dolgu ve katkı maddelerinin bir araya getirilmesi sonucu oluşan bir kompozit türüdür⁶. CTP malzemelerde matris olarak reçine kullanılır⁷. Reçinenin CTP malzemedeki fonksiyonu, esnek yapısı sayesinde güçlendirici lifler arasındaki gerilimi transfer etmek ve bunları mekanik ve çevresel hasarlardan korumaktır. Kullanılan polimerin sıcaklıkla gösterdiği davranışa göre reçineler termoset ve termoplastik olmak üzere ikiye ayrılır⁵. Sıcaklık artıkça yumuşayıp akma yapmayan ve tekrar soğutulduğunda eski formuna gelmeyen reçine tipine termoset denir. Bu gruba, doymamış polyester, vinil ester, epoksi ve fenolik reçineler örnek verilebilir. Sıcaklık artıkça yumuşayan ve soğutulduğunda tekrar aynı formuna geri dönen reçineler termoplastik olarak adlandırılır. Nylon, polietilen ve polietilen tereftalat (PET) gibi polimerler termoplastik örneklerindedir⁷. CTP malzemedeki kullanılan takviye/güçlendirici malzemenin işlevi ise, matrisin mekanik mukavemetini ve sertliğini arttırmaktır. Cam elyafı (E-cam, s-cam), karbon fiber, organik lifler (basalt gibi) ve aramidler (Kevlar gibi) malzemeler takviye türlerindedir⁷. Bu takviye malzemeleri üretilecek kompozit malzemenin mekanik isterlerini karşılamak amacıyla keçe, ve dokuma kumaş (örme, örgülü, 3-D dikişli gibi) farklı formlarda kullanılabilir^{7,8}. CTP'de kullanılan dolgu malzeme ise takviye ve reçine bileşenleri ile elde edilemeyecek performans iyileştirmeleri (yangın ve duman performansı, su direnci, hava koşullarına dayanıklılık, yüzey düzgünlüğü, sertlik, boyutsal kararlılık ve sıcaklık direnci gibi) sağlamaktadır^{7,8}. Bunla birlikte dolgu malzemesi kompozit malzemenin birim maliyetini azaltmak için kullanılmaktadır. Kalsiyum karbonat, alüminyum trihidrat, kaolin, kalsiyum sülfat ve çinko sülfat en yaygın kullanılan dolgu malzemelerindedir⁸. CTP malzemelerinin bir diğer bileşeni olan katkı malzemeleri polimer matrisinin bir parçası haline gelerek reçine özelliklerini

değiştirip geliştirmek amacıyla kullanılmaktadır. Kıvam/viskozite arttırıcılar (tikstropolar), renk vericiler (pigmentler), kalıp ayırıcılar, UV stabilizatörleri, reçine sertleşme reaksiyonu başlatıcıları, destekleyiciler, inhibitörler, ve proses ajanları (Köpük kesiciler, cam takviye ıslatma arttırıcılar gibi) gibi bir çok farklı fonksiyona sahip katkı malzemesi türü vardır^{7,8}.

Kompozit malzemeler, Reaksiyon Enjeksiyon Yöntemi el yatırması, reçine transfer, filament sarım, püskürtme, açık kalıplama ve pultrüzyon gibi bir çok farklı metotla üretilebilmektedir^{9,10}. Kompozit boru üretimi ise başlıca filament sarım veya pultrüzyon metotlarıyla üretilmektedir^{9,10}. Filament sarım tekniği ile CTP üretimi, uygun formülde bir araya getirilmiş reçine, dolgu ve katkı malzemelerini içeren bir havuzda ıslatılmış cam fitillerin mandrel etrafına uygun desende sarılıp, istenen mekanik mukavemet ve basınç sınıfı değerlerine ulaşabilmek için cam keçe ile takviye edilmesi işlemidir^{11,12}. Filament sarım tekniğiyle boyuna mukavemetin yanı sıra enine mukavemeti yüksek, borular üretilebilirken, pultrüzyona kıyasla çok daha yavaş bir proses olması nedeniyle seri üretime elverişli değildir^{11,12}. Pultrüzyon yöntemi ekstrüzyona benzer fakat ekstrüzyondaki gibi arkadan itme değil de üretilen ürünün kalıptan çekilmesidir^{13,14}. Bu nedenle, pultrüzyon terimi İngilizcede çekmek anlamına gelen 'pull' kelimesini örnek olarak 'pul-' şeklinde alarak türetilmiştir. Pultrüzyon ile CTP üretim prosesi, beş süreç adımından oluşur. Bunlar; cam takviye malzemelerinin (cam fitil, cam keçe vb.) uygun sayı, tür ve ebatta dizilmesi; optimize edilmiş bir formül ile dolgu ve katkı malzemeleriyle karıştırılmış reçine havuzundan cam takviyenin ıslatılması; üretilmesi amaçlanan profilin kesit alanını oluşturabilmek adına reçine ile ıslatılmış cam takviyenin kılavuzlardan geçmesi; ısıtılmış kalıp içinde kürleştirilerek çektiricilerle ürünün kalıptan çıkması ve bitmiş parçayı istenen boyutlarda kesilmesidir. Pultrüzyon tekniği ile seri üretimle yüksek boyuna mukavemet değerlerine sahip kompozit ürünler üretilebilmektedir^{13,14}.

Birçok avantajına rağmen pultrüzyon tekniğiyle üretilen boruların enine mukavemet değeri, takviye malzemesinin yüksek oranda boyuna olması nedeniyle zayıf kalabilmektedir. Bu da kullanıldığı sahada aşırı rüzgâra maruz kalabilecek bir ürün olan savunma sanayii için kamuflej ağ desteği teleskopik cam fiber kompozit direk üretimi için gerekli olan kompozit boruların üretimi için pultrüzyonun tek başına yetersiz olması anlamına gelmektedir. Bu nedenle, pultrüzyon tekniğinin fitil sarma tekniğiyle

birlikte kullanılması anlamına gelen pullwinding (çektirmeli sarım) tekniği kullanılmaktadır¹⁵. Pultrüzyonda yukarıda anlatılan beş proses aynı şekilde pullwinding metodunda da yer alır. Buna ek olarak, uygun formüle karıştırılmış reçine, dolgu ve katkı malzemeleriyle ıslatılmış cam takviyeler yönlendiricilerden geçtikten sonra yine cam fitillerle çap boyunca sarıldıktan sonra sıcak kalıba girer. Bu sarım işlemi sayesinde pultrüzyon yöntemi ile elde edilen borulardan daha yüksek cam oranı ve mukavemet değerlerine sahip borular üretilmektedir.

Türk savunma sanayisinde, mekanik mukavemeti yüksek ve farklı ülkelerin de tercihi olan yabancı menşeli kompozit teleskopik direkler çoğunlukla tercih edilmektedir. Yerli üretim kompozit boruların tercih edilmemesinin başlıca nedeni ise, çoğunlukla pultrüzyon metoduyla üretilen cam takviyeli boruların mukavemetinin (full section test sonucunun; ISO EN 13706) yabancı ürünlere kıyasla düşük olması nedeniyle sahadaki zorlu çevresel şartlar için uygun olmamasıdır. Kamuflaj ağ siteminin, kumaşının yanı sıra kompozit direğinin de istenen zorlu şartları karşılayacak nitelikte yerli üretilmesi kritik öneme sahiptir. İşte bu çalışmada, yerli üretilen halihazırda ülkemizde yapılabilen kamuflaj ağ kumaşını, en çok tercih edilen yabancı bir ürün (X firması olarak bahsedilecektir) ve yerli bir firmanın (Y firması olarak bahsedilecektir) ürettiği kompozit borulardan daha yüksek mukavemet sonucu ve cam oranına sahip estetik olarak da birbiriyle uyum içinde olacak 5 farklı çapta yerli olarak pullwinding metodu ile üretilmiştir (Pultech FRP, Uşak/Türkiye). Yapılan çalışmanın detayları aşağıda yer almaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

Cam takviye malzemelerin ıslatıldığı havuzlarda kullanılmak üzere, vinil ester, katalizör, başlatıcı katkılar, kalıp ayırıcı ve çöl kamuflaj rengi pigment pasta kullanılmıştır.

Takviye malzeme olarak, cam oranı $>60\%$ 'ı karşılayacak şekilde boru profili içten dışa olacak şekilde 4 katman için farklı fitil çeşitleri (1200 ve 2400 tex) ve cam keçe (yüzey tüllü 225 ve 450 g/m²) kullanılmıştır.

Bu çalışma kapsamında mekanik testler bilgisayar kontrollü elektromekanik evrensel test cihazı (UTEST, 50 kN) ile gerçekleştirilmiştir.

Kompozit boruların cam oranı tayininde kül fırını (Elektra Rezistans, max çıkabildiği sıcaklık 1000°C) kullanılmıştır.

Yöntem

Çevresel şartlara daha dayanıklı olması açısından üretilen borular için matriste vinilester kullanılmıştır. Çöl kamuflaj pigment pasta, kalıp ayırıcı, hızlandırıcı ve başlatıcı katkı maddeleri uygun oranda vinilestere eklenip yüksek devirde karıştırılarak reçine karışımı elde edilmiştir. Teleskopik direk üretimi için pullwinding tekniği kullanılmıştır. Bu teknikte boru profili, içten dışa doğru dört ayrı katmanda reçine karışımında ıslatılmış cam takviye kullanılarak oluşturulmuştur. Kalıp içinde yer alan maçanın uygun ebat, boyut ve yüzey kalitesinde olmasına dikkat edilmiştir. Ürünün hem estetik hem de mukavemet açısından isterleri karşılaması için her bir farklı çap boru için yönlendirici (guide), maça, kalıp ve paletli çektiricideki pabuç sistemi uygun olacak şekilde kullanılmıştır. Kalıp sıcaklığı ve çektirme hızı gibi parametreler her bir çap için optimize edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Birçok ülkenin savunma sanayisinde teleskopik direklerde kullanılan X firmasına ait beş farklı ebatlı borulardan alınan numuneler, 550 derecede 1 saat yakılarak içten dışa profilde kullanılan cam miktarı, fitil ve keçe tipleri gibi tüm ayrıntılar tespit edilmiştir. Numunelerin her birinin pullwinding prosesi ile üretildiği, dört kat cam takviyeden oluştuğu ve hiçbir inorganik dolgu içermediği tespit edilmiştir. Boru numunelerine ait bu cam katmanlar içten dışa olacak şekilde; 1 (maça üstü fitil); 2 (sarım fitil); 3 (keçe altı fitil) ve 4 (dış keçe) şeklindedir. Her bir kat için ayrı ayrı tartım yapıp her bir katman takviyesi analiz edilmiştir. Numunelere ait içten dışa içerdiği cam miktarı, toplam cam miktarı, toplam ağırlıkça cam %'si, toplam ağırlığı ile metretül ağırlığı değerleri Tablo 1'de yer almaktadır. Buna göre, her bir çap boru için ortalama cam değeri %72-73 civarında ve bu değer çoğunlukla ürünün boyuna mukavemetini sağlayan 1 ve 3. katmandaki fitillerden elde edilmiştir. Bu katmanlar arasında sarım fitilleri yer alırken son olarak yüzey düzgünlüğü sağlayan tüllü bir keçe kullanıldığı tespit edilmiştir. Çok yakın cam oranlarına sahip bu boruların metretül ağırlıkları da Tablo 1'de görüleceği üzere çaplarıyla doğru orantılı olarak artış göstermektedir. Tüm boruların metretül ağırlıkları toplamı 2484 gramdır.

Tablo 1. Yabancı menşeli X firmasının pullwinding ile ürettiği (30 mm * 2.5 mm), (37 mm * 2 mm), (44 mm * 2 mm), (51 mm * 2 mm) ve (58 mm * 2 mm) ebatlı boruların içten dışa içerdiği cam miktarı, toplam cam miktarı, toplam ağırlıkça cam %'si, toplam ağırlığı ile metretül ağırlıkları.

X firması Boru Çap * Et Kalınlığı (mm*mm)	Numune içten dışa 4 kat cam takviyeden oluşmaktadır, soldan sağa sütunlar 1,2,3 ve 4. kat cam takviye miktarını gösterir (gr/m)				Toplam cam (gr/m)	Toplam ağırlıkça cam (%)	Toplam ürün ağırlık (gr)	Ürün metretül ağırlığı (gr/m)
	1 (maça üstü fitil);	2 (sarı fitil);	3 (keçe altı fitil);	4 (dış keçe)				
30*2.5	75,7	16,7	131,1	21,7	245,1	73,8	400,0	332,0
37*2	109,5	22,0	139,5	25,1	296,1	72,4	425,0	409,0
44*2	147,6	23,0	152,7	38,0	361,2	73,3	510,0	493,0
51*2	180,8	25,5	169,4	39,4	415,2	72,2	830,0	575,0
58*2	179,1	31,4	229,5	53,8	493,8	73,2	668,0	675,0

Beş farklı çapta pullwinding tekniğiyle X firmasının kullandığı dört kat cam takviye katmanına benzer tasarımda PULTECH-FRP firmasında pullwinding tekniğiyle kompozit borular başarıyla üretilmiştir. Bu borulara ait metretül ağırlıkları ile ağırlıkça % cam oranları Tablo 2'de verilmiştir. Buna göre tüm boruların toplam metretül ağırlığı 2489 gram olarak bulunmuştur. Bu da yerli üretilen bu boruların savunma sanayisinde çokça tercih edilen X firması ürünlerine kıyasla ağırlık farkı oluşturmaması açısından önemlidir. Tablo 2'de görüleceği üzere ağırlıkça cam oranı en düşük 72.8% ve en yüksek 79.4% olarak üretilmiştir. Bu değerlerin ortalama değeri X firması borularının sahip olduğu ortalama cam değerinden yüksektir.

Tablo 2. Bu çalışmada bahsedilen yerli olarak pullwinding metodu ile PULTECH-FRP'de üretilen (30 mm * 2.5 mm), (37 mm * 2 mm), (44 mm * 2 mm), (51 mm * 2 mm) ve (58 mm * 2 mm) ebatlı boruların içerdiği toplam ağırlıkça cam %'si, toplam ağırlığı ile metretül ağırlıkları.

Boru Çap * Et Kalınlığı (mm*mm) ⁺	Toplam ağırlıkça cam (%)	Ürün metretül ağırlığı (gr/m)
30*2.5	73,0	333,0
37*2	72,8	413,0
44*2	79,0	522,0
51*2	79,4	570,0
58*2	75,4	651,0

⁺ Kompozit borular PULTECH-FRP firmasında pullwinding metoduyla üretilmiştir

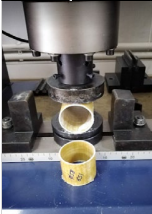
Elde edilen bu cam oranı yüksek hafif kompozit borulara ISO EN 13706 standardı kapsamında etkin esneklik modülünün tayini testi (full section testi) yapılmıştır. Kamuflej ağ sistemlerinde kullanılan yabancı menşeli X firmasının pullwinding ile ürettiği borular ve Y firmasının pultrüzyon ile yerli olarak ürettiği kompozit borularına da aynı test yapılmıştır. Bu test sonuçlarına ilişkin sonuçlar kıyaslı olarak Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Y firmasının pultrüzyon tekniğiyle, yabancı menşeli X firmasının pullwinding ile ve PULTECH-FRP'de yerli olarak bu çalışmada pullwinding ile üretilen (30 mm * 2.5 mm), (37 mm * 2 mm), (44 mm * 2 mm), (51 mm * 2 mm) ve (58 mm * 2 mm) ebatlı kompozit boruların ISO EN 13706 standardı kapsamında etkin esneklik modülünün tayini testi (full section testi) sonuçları

Boru Çap * Et Kalınlığı (mm*mm)	Firma/ Ürün Proses	Full section testi ⁺ (GPa)
30*2.5	Y/ Pultrüzyon	16,2
	X/ Pullwinding	21,2
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	28,8
37*2	Y/Pultrüzyon	16,0
	X/Pullwinding	16,7
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	29,2
44*2	Y/Pultrüzyon	16,1
	X/Pullwinding	28,1
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	29,1
51*2	Y/Pultrüzyon	16,6
	X/Pullwinding	21,3
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	24,6
58*2	Y/Pultrüzyon	16,0
	X/Pullwinding	24,2
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	26,3
⁺ ISO EN 13706 standardı kapsamında etkin esneklik modülünün tayini testi yapılmıştır. mesnet aralığı = (çap*20); numune uzunluğu = (mesnet aralığı * 1,2) olarak hesaplanmıştır.		

Tablo 3'te görüldüğü üzere, pultrüzyon üretim olan yerli bir firma olan Y firmasının borularının hepsi de yabancı menşeli X firmasının pullwinding ile ürettiği boruların full section sonuçlarından daha düşüktür. Tüm çap borular içinde PULTECH-FRP'de pullwinding tekniği ile yerli olarak ürettiğimiz boruların full section test sonuçları diğer iki firmanın sonuçlarından daha yüksektir.

Tablo 4. Yerli bir firma olan Y firmasının pultrüzyon tekniğiyle ürettiği teleskopik boruları ile bu çalışmada pullwinding tekniği ile yine yerli olarak PULTECH-FRP'de üretilen (30 mm * 2.5 mm), (37 mm * 2 mm), (44 mm * 2 mm), (51 mm * 2 mm) ve (58 mm * 2 mm) ebatlı kompozit boruların basma testi sonuçları

Boru Çap * Et Kalınlığı (mm*mm)	Firma/ Ürün Proses	Basma Testi ⁺ (kN)
30*2.5	Y/ Pultrüzyon	0,7
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	1,9
37*2	Y/Pultrüzyon	1,2
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	2,1
44*2	Y/Pultrüzyon	1,5
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	1,9
51*2	Y/Pultrüzyon	0,7
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	1,7
58*2	Y/Pultrüzyon	1,0
	PULTECH-FRP/ Pullwinding	1,9
		⁺ Görselde verildiği gibi 10 cm uzunluğundaki kompozit boru numunelere basma testi (ASTM D 695 standardı referans alınarak) yapılmıştır.

Tablo 4'te görüleceği üzere, bu çalışmada pullwinding tekniği kullanılarak üretilen borular yerli bir firmanın teleskopik direk uygulaması için ürettiği kompozit borular ile aynı ebatlarda kıyaslandığında tüm basma test sonuçları çok daha yüksek bulunmuştur. Bu da pullwinding tekniği ile üretilen boruların basma mukavemetinin pultrüzyon tekniğiyle üretilen Y firmasının borularından çok daha iyi olduğu anlamına gelir.

Beş farklı ebatla üretilen bu pullwinding kompozit boruların görünüşü olarak bir bütünlük sağlaması estetik açıdan önemlidir. Boruların üretimi için kullanılan matris ve takviyenin yanı sıra pullwinding üretimde kullanılan tasarım yönlendirici, maça, kalıbın yüzey kalitesi ile üretim sıcaklığı ve üretim hızı boruların yüzey kalitesini etkileyen unsurlardır. Tüm bu parametreler her bir çap için optimize edilerek sonuçta görsel açıdan birbirleriyle bir bütünlük oluşturan beş farklı ebatla boru üretimi başarıyla gerçekleştirilmiştir (bknz Şekil 1). Şekil 1'de de görüleceği üzere borular plastik aparatlar ve zemin çivisi ile de birleştirilerek içi içe geçirilerek teleskopik direk haline getirilmiştir.



Şekil 1. Estetik olarak birbiriyle uyumlu çöl kamufraj renginde üretilen beş farklı çapta boru (solda). Bu çalışmada üretilen pullwinding boruların plastik aparatlarla ve zemin çivisiyle bir araya getirilip teleskopik direk haline getirilerek iç içe geçmiş halinin görseli (sağda)

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, savunma sanayii için kamufraj ağ desteği teleskopik cam fiber kompozit direk için çöl kamufrajı renginde beş farklı çapta boru pullwinding tekniği ile başarılı bir şekilde yerli bir firmada üretilmiştir. Bu boruların çap ve et kalınlıkları (30 mm*2.5 mm); (37 mm*2 mm); (44 mm*2 mm); (51 mm*2 mm) ve (58 mm*2 mm)'dir. Üretilen boruların toplam metretül ağırlığı 2489 gram olarak bulunmuştur. Bu değer, savunma sanayisinde çok tercih edilen yabancı bir firma olan X firmasının aynı ebatlarda ürettiği beş tip borunun toplam metretül ağırlığına (2484 gram) çok yakındır. Piyasadaki muadiliyle aynı hafiflikte üretilmesi başarılın bu kompozit boruların, ağırlıkça cam oranı yüksek (%72,8 ve %79,4) ve yabancı X ve yerli Y firmaların ürettiği borulara kıyasla tüm çaplarda en yüksek etkin esneklik modülü değerine sahiptir. Bu çalışma ile, hali hazırda ülkemizde yerli üretimi yapılabilen kamufraj ağ kumaşı, plastik aparatlar ve zemin çivisinin yanı sıra, pullwinding tekniği ile boruların tüm çaplarda başarılı bir şekilde üretilmiş olması, kamufraj ağ teleskopik direk sisteminin %100 yerli olmasını sağlamıştır.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Tüm boruların birleştirilerek sahada farklı çevresel koşullara (karlı ortam, çöl sıcaklığı gibi) maruz bırakılarak zaman içinde ürünlerde kırılma, çatlama gibi istenmeyen bir durum gelişecek mi test edilmelidir. Ürün iyileştirme adımı olarak da yabancı pullwinding üretim borularında olduğu gibi dört cam takviye katmanı değil, en iç kısma da cam keçe verilecek şekilde pullwinding yönlendiricileri modifiye edilerek beş cam takviye katı denemeleri yapılabilir. Farklı tür takviye malzemeleri (karbon gibi) ve reçine tipleri de (epoksi gibi) denenebilir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Yapılan tüm laboratuvar ölçekli denemelerden üretimdeki seri üretim dahil tüm çalışmalarda kullanılan hammadde, insan kaynağı ve test gibi ihtiyaç duyduğum tüm kalemleri sağlayan PULTECH-FRP ailesine ve çalışkan vefalı çalışanlara en derin ve samimi teşekkürlerimi sunarım.

KAYNAKLAR

1. Miao, M., Xin J. H. 2018. Engineering of High-Performance Textiles, The Textile Institute Book Series. Elsevier:Woodhead Publishing.
2. Samolov A. D., Simić D. M., Fidanovski B. Z., Obradović V. M., Tomić L. D., Knežević D. M. 2020. "Improvement of VIS and IR camouflage properties by impregnating cotton fabric with PVB/IF-WS₂", Defence Technology, in press (<https://doi.org/10.1016/j.dt.2020.10.008>)
3. Biron, M. 2014. Thermosets and Composites (Second Edition) Material Selection, Applications, Manufacturing and Cost Analysis. Elsevier (Oxford, UK.; Waltham, USA): William Andrew
4. "Exel Telescopic Camouflage Support Poles". Exel Composites. <https://pdf.directindustry.com/pdf/exel-composites/exel-composite-telescopic-camouflage-support-poles-data-sheet/16769-69194.html>, Son erişim tarihi: 27 Ekim 2021.
5. Kumar, S., Manna, A., Dang, R. 2021. "A review on applications of natural Fiber-Reinforced composites (NFRCS)", Materials Today Proceedings, in press (<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.131>)
6. Arpitha, G.R., Sanjay, M.R., Yogesha, B. 2014. "Review on Comparative Evaluation of Fiber Reinforced Polymer Matrix Composites", Advanced Engineering and Applied Sciences: An International Journal, 4 (2014), 44-47
7. Morampudi, P., Namala, K. K., Gajjela, Y. K., Barath, M. Prudhvi, G. 2021. "Review on glass fiber reinforced polymer composites", 43 (1), 314-319
8. Sathishkumar, T.P., Satheeskumar, S., Naveen, J. 2014. "Glass fiber-reinforced polymer composites—a review", J. Reinf. Plast. Compos., 33 (13), 1258-1275
9. Gascons, M.; Blanco, N.; Matthys, K. "Evolution of manufacturing processes for fiber-reinforced thermoset tanks, vessels, and silos: A review". Iie Trans. 44 (6), 476-489.

10. Pickering, K.L., Efendy, M.G.A., Le, T.M. “A review of recent developments in natural fibre composites and their mechanical performance”. 2016. *Compos. Part. A-Appl. S.* 83, 98–112.
11. Peters, S. T. 2011. *Composite filament winding Composites*. Ohio: ASM International.
12. Flemming, M., Ziegmann G., Roht S. 1999. *Faserverbundbauweisen - Fertigungsverfahren mit duroplastischer Matrix*. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag.
13. Safonov, A.A., Carlone, P., Akhatov I. 2018. “Mathematical simulation of pultrusion processes: a review”. *Compos. Struct*, 184, 153-177
14. Devaraju, S., Alagar, M. 2019. *Unsaturated Polyester Resins Fundamentals, Design, Fabrication, and Applications*. Amsterdam, Oxford, Cambridge:Elsevier.
15. Business article. 2015. “Exel Composites unveils new strategy”, *Reinforced Plastics*, 59 (1), 10.

Farklı Uygulamalarla Havlu Bordüründeki Çekmenin Minimize Edilmesi

DEMİR, Özlem¹, YILDIRIM, F. Filiz¹, ÇÖREKÇİOĞLU, Mustafa¹, ARAS ELİBÜYÜK,
Sultan¹, KOPTUR TASAN, Perinur¹, OKYAY, Neslihan²

¹Ozanteks Tekstil San ve Tic. A.Ş.

²Karacasu Tekstil San ve Tic. A.Ş.

ozlem.demir@ozanteks.com.tr

ÖZET

Bir havlu kumaş, mamul hale gelene kadar çok sayıda aşamadan geçmektedir. Havlu kumaş iplik oluşumundan sonra, dokunur, ön terbiye ve renklendirme işlemlerine tabi tutulur. Dokunan kumaş bu aşamalarda her türlü değişkenden etkilenirken bu etkenler neticesinde kumaşın özellikleri belirlenmektedir. Bir havlu kumaştan; tuşe (yumuşak olması), hidrofilite değeri (suyu iyi derecede emmesi), iyi haslık değerleri (makinede yıkanırken veya sürtünürken renk akması), yıkama sonrası görünüm (en-boy çekmesinin olmaması) gibi özellikler istenmektedir. Özellikle havlu yıkandıktan sonra en-boy-bordürde oluşan fazla çekme değeri havluda kötü ve zedelenmiş bir görüntü oluşturmaktadır. Bu durum da özellikle nihai kullanıcı tarafından hoş karşılanmamaktadır. Buradan yola çıkılarak ipliğe farklı fiksaj uygulamaları ve farklı iplik karışımları uygulanarak, büküm değerleri değiştirilerek bordürde en düşük çekme değeri elde edilmesi amaçlanmıştır.

AMAÇLAR

Kullanım yerleri açısından havlı kumaşlar sık sık yıkama işlemine tabi tutulmaktadır. Dolayısıyla havluların yıkama sonrası dayanım, görüntü ve yumuşaklık gibi beklentileri karşılaması gerekmektedir. Ancak havluların 3 iplikli yapısından dolayı yıkama sonrasında hav ipliği olan yerler ve bordür gibi havsız yerlerin çekme değerleri farklı olmaktadır¹. Bu farklılık havlunun kalite parametrelerini de olumsuz etkilemektedir. Bu projede özellikle bordürde yıkama sonrası oluşan çekme değerlerinin minimize edilmesi amaçlanmıştır.

Standart havlu üretiminde bordürdeki çekmenin minimize edilebilmesi için bordürde kullanılan atkı ipliklerine dokumadan önce yıkama işlemi uygulanmaktadır. Bu sayede ipliğin yapısal özelliğinden kaynaklanan çekme önlenmektedir. Ancak bu işlem ekstra bir işlem olduğu ve enerji/su tüketimini artırdığı için bunun yerine iplik üretim aşamasında ipliğe farklı fiksaj uygulamaları yapılarak, büküm değerleri değiştirilerek ve iplik karışımları uygulanarak daha yüksek verim elde edilmesi için çalışmalar yapılmıştır.

GİRİŞ

Havlu kumaşların yüksek hidrofilite, yüksek yaş mukavemet, iyi boyanabilme yeteneği, yüksek renk haslığı, yıkanabilirlik, yumuşak tutum, anti alerjiklik, çekmezlik gibi özelliklere sahip olması gerekmektedir. Pamuktan üretilmiş iplikler bu özelliklerin tümünü en verimli şekilde sağlayabildiğinden havlu kumaş üretiminde en yaygın kullanılan elyaf pamuktur³. Pamuğun yanı sıra modal, bambu, lyocell, soya, mısır, deniz yosunu ve keten gibi lifler de havlu üretiminde düşük oranda da olsa kullanılabilir. Sentetik ve sentetik karışımı ipliklerin havlu üretiminde kullanımı sınırlı olup sık yıkanan otel havlularında nadiren zemin ve atkıda polyester/pamuk karışımı kullanılabilir. Böylelikle havluların hem sık yıkamaya karşı dayanıklı olması hem de yıkama sonrası çekmezlik özelliğinin gelişmesi sağlanmaktadır².

Havlunun hav çözücü, zemin çözücü ve atkı (bordür ve/veya havlı bölge için) olmak üzere üç iplik sistemiyle üretilmektedir. Ancak bordür atkı ipliği sadece bordürlü havlular için geçerlidir. Zemin çözücü olarak kullanılan iplikler: Zemin çözücü iplikleri dokuma esnasında daha fazla gerilime maruz kaldıklarından hem mukavemetli hem de esnek olmak zorundadır. Bu nedenle zemin çözücüsünde genellikle katlanmış, yüksek bükümlü iplikler tercih edilmekte olup son yıllarda haşıl teknolojisindeki gelişmelerin sonucunda iyi haşlanmış tek kat ipliklerde kullanılmaya başlanmıştır¹.

Bunun yanı sıra zemin çözücü olarak genellikle %100 pamuklu iplikler tercih edilmekte olup, yüksek mukavemet için pamuk/polyester karışımı da kullanılabilir.

Hav çözücü olarak kullanılan iplikler, bitmiş havlu özelliklerinin belirlenmesinde oldukça önemli bir yere sahip olup havlunun gramajı, kadife veya bukle olacağı gibi kriterlere uygun hav ipliği seçimi yapılması gerekmektedir. Hav çözücü olarak genellikle %100 pamuklu, tek veya çift katlı iplikler kullanılabilir olup katlı iplikler dik havlı klasik havlularda, tek katlı iplikler spiral havlı havlularda tercih edilmektedir.

Atkı ipliği havlunun kalitesinin yanı sıra dokuma randımanı açısından da oldukça önemli olup istenen havlunun gramaj ve sıklığına bağlı olarak uygun atkı ipliğinin seçilmesi gerekmektedir. Endüstride yaygın olarak %100 pamuklu, Ne 20/1, 16/1 ve 12/1 numaralarda ve 240-255 t/m büküme sahip iplikler tercih edilmektedir. Havlularda isteğe bağlı olarak fantezi örgülerle veya çok geniş bir aralıkta farklılık gösterebilen atkı iplikleriyle bordür oluşturulabilmektedir. Bordürlerde rayon, viskon, polyester, şönil, merserize gibi farklı tip ve numaralarda iplikler kullanılabilir.

Kullanım yerleri açısından havlu kumaşlar sık sık yıkama işlemine tabi tutulmaktadır. Dolayısıyla havluların yıkama sonrası dayanım, görüntü ve yumuşaklık gibi beklentilerin karşılanması gerekmektedir. Ancak havluların 3 iplikli yapısından dolayı yıkama sonrasında hav ipliği olan yerler ve bordür gibi havsız yerlerin çekmesi farklı olmaktadır. Bu projede özellikle bordürde yıkama sonrası oluşan çekme değerlerinin minimize edilmesi amaçlanmıştır. Bunun yanı sıra bordürdeki çekmenin havlunun çekme değerlerinden fazla olmaması için bordürde kullanılan atkı iplikleri dokumadan önce yıkama işlemine tabi tutulup havlu yıkamasında ekstra çekme yapması önlenmektedir. Ancak bu işlem ekstra bir işlem olduğu ve enerji tüketimini artırdığı için bunun yerine iplik aşamasında ipliğe farklı fiksaj uygulamaları yapılarak, farklı büküm değerlerinde ve farklı iplik karışımları uygulanarak en yüksek verim elde edilmesi için çalışmalar yapılmıştır.

Bu projeye benzer çalışmalara literatürde çok fazla rastlanmamaktadır. Tekstil endüstrisinde bordür çekme sorununu önlemek için yaygın olarak bordürde ön yıkamalı iplik kullanılmaktadır. Ancak bu işlem ekstra enerji ve su kaybı, ekstra zaman ve maliyete sebep olmaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

500 gr/m² havlu kumaşın bordüründe %80 pamuk - %20 polyester karışımı iplik, ana gövde de %100 pamuk kullanılmıştır.

Yöntem

Pamuk/polyester karışımı bordür ipliğine farklı fiksaj uygulamaları yapılmıştır. Uygulamalı iplik ve standart iplik aynı şartlarda dokunup, boyanarak karşılaştırılması yapılmıştır. Daha sonra numunelerin evsel yıkama şartlarında yıkaması yapılarak sonuçlar değerlendirilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

4 farklı numune sonuçları Tablo 1'de gösterilmiştir. Numunelerin bordüründe; dokumadan önce yıkanmış iplik¹, farklı fiksaj uygulanan iplikler (tek fikse² - çift fikse³) ve fiksajlı+yıkamalı iplikler⁴ kullanılmış standart yıkanmamış iplik kullanılan numuneyle karşılaştırılmıştır.

Table 1. Numunelerin yıkama sonrası çekme değerlerinin karşılaştırılması

Bordürde Kullanılan İplik Türü	Bordürdeki % İyileşme
Yıkanmış ¹	% 8,8
Tek fikse ²	% 6,1
Tek fikse + Yıkanmış ⁴	% 16
Çift fikse ³	% 10,6

Yapılan denemeler sonucunda bordür ipine dokumadan önce uygulanan farklı fiksaj işlemlerinin bordürdeki çekmeyi azalttığı gözlemlenmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Havlular kullanım koşullarından dolayı sık sık yıkanmaktadır. Bundan dolayı yıkama sonrasında havlunun formunun bozulması istenmeyen bir durumdur. Özellikle havlu desenindeki estetik görünüm amaçlı yapılan bordür kısımlarında yıkama sonrası çekmiş görüntü hoş karşılanmamaktadır. Her havlu yıkama sonrası belirli değerlerde çekmekte ve standartlar altında bu değerler kabul edilebilir. Havludaki 3 iplik sisteminden dolayı havsız olan bordür kısmındaki dokuma yapısı daha sık olmaktadır. Bordür kısmındaki daha sıkı yapı ana gövdeye göre daha çok çekmektedir. Yapılan bu çalışmada bordürdeki bu çekme minimize edilmeye çalışılmıştır. Standart uygulanan yöntemlerden farklı olarak daha verimli uygulamalar denenmiştir. Sonuçlara bakıldığında çift fikse yapılmış iplik kullanılan havluda çekme değeri en iyi sonucu vermiştir. Fikse yapılmış iplik kullanılması iplikteki yıkama adımını da kaldırarak su ve enerji tasarrufu sağlamaktadır.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Sonraki çalışmalarda iplik bükümü, karışım oranları, sıklık gibi çekmeyle alakalı özellikler değiştirilerek daha iyi sonuçlar elde etmek için uygulamalar yapılabilir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Ozanteks Tekstil ve Karacasu Tekstil Ar-Ge merkezleri tarafından, 21S04 özkaynak proje numarası ile desteklenmiştir. Ayrıca, bu çalışma, 119C070 nolu TÜBİTAK 2244 Sanayi Doktora

Programı Projesi kapsamında sürdürülebilir ürünler geliştirilmesine destek vermektedir.

KAYNAKLAR

1. Anış, P. 1989. “Havlu kumaşlarda dokuma strüktürünün bilgisayarda modellenerek, kumaş özelliklerine etkisinin incelenmesi” Uludağ Üniversitesi, Master's thesis.
2. Behera, B. K., Hari, P. K. 2010. “Woven textile structure: Theory and applications” Elsevier.
3. Singh, J. P., & Verma, S. 2016. ‘Woven Terry Fabrics: Manufacturing and Quality Management’ Woodhead Publishing.
4. Uyanık, S., Ünal, B. Z., Çelik, N. 2013. “Farklı Büküm Tiplerine Sahip Hav İpliklerinin Havlu Performans Özelliklerine Etkisi”, Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, 28(1), 101-110.
5. <https://www.derstekstil.name.tr/havlu-dokuma.html>
Son erişim tarihi: 12 Ekim 2021.

ORCID numaraları:

DEMİR Özlem:

<https://orcid.org/0000-0003-1505-2164>

YILDIRIM F. Filiz:

<https://orcid.org/0000-0003-3490-8538>

ÇÖREKCİOĞLU Mustafa:

<https://orcid.org/0000-0001-7976-6049>

ELİBÜYÜK Sultan ARAS:

<https://orcid.org/0000-0002-1866-6332>

KOPTUR TASAN Perinur:

<https://orcid.org/0000-0001-9052-1763>

OKYAY, Neslihan:

<https://orcid.org/0000-0002-8987-6361>

CHAPTER 3



İŞLEVSEL TEKSTİLLER | FUNCTIONAL TEXTILES

Synthesis of *N*-Vinylcaprolactam-Based Thermo-Responsive Poly(*N*-(2-Aminoethyl)-6-(Vinyl Amino)Hexanamide) Polymer for Textile Applications

DEMİRBAĞ GENÇ, Sena¹, ALKAN, Cemil²

¹Usak University, ² Tokat Gaziosmanpasa University
sena.demirbag@usak.edu.tr

SUMMARY

In this study, synthesis and characterization of a novel thermo-responsive polymer based on *N*-vinylcaprolactam was carried out. Thermo-responsive polymer was synthesized using a new monomer produced by hydrolyzing *N*-vinylcaprolactam by ethylenediamine (in 1/1 molar ratio in toluene) treatment. In the hydrolysis process, ring structure of *N*-vinylcaprolactam was opened and new monomer called as *N*-(2-aminoethyl)-6-(vinyl amino)hexanamide was obtained. *N*-(2-aminoethyl)-6-(vinyl amino)hexanamide was polymerized using free radical addition polymerization. In the polymerization, 2,2'-Azobis (2-methylpropionitrile) (AIBN) and toluene was used as initiator and solvent, respectively. The chemical structure of the synthesized polymer was characterized by FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) analysis and the results showed that the polymerization was carried out successfully. The turbidity test performed to examine the thermoresponsivity properties showed that the synthesized polymer exhibited thermo-responsive properties depending on change in temperature. LCST value, known as the lowest critical solution temperature of the polymer, was determined as almost 35-36 °C.

-
- DEMİRBAĞ GENÇ, Sena (ORCID:0000-0003 1634-6391)
 - ALKAN, Cemil (ORCID:0000-0002-1509-4789)

Thermal Comfort Performance of Knitted Fabrics Treated With Hydro-functional Polymer Finish

KÖROĞLU YATIKÇI, Tuğçe^{1,2}, ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe²

¹Yeşim Research and Development Center (Almaxtex Tekstil Sanayi ve Ticaret A.Ş.)

²Bursa Technical University, Department of Polymer Materials Engineering

tugce.koroglu@yesim.com, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

ABSTRACT

Among the most important parameters determining user comfort are the dealing of a textile when encounter liquid and the transfer of this liquid from the skin. Application of finishing agents are preferred for use in clothing, as they remove liquid and optimize heat transfer from the body. In this study, hydro-functional polymer was used as thermoregulation finish agent, its moisture affinity gets lower in the existence of sweat, water spreads and evaporates quicker. The objective of this work was to verify the effect of hydro-functional polymer finish treatment on properties of knitted fabrics such as wicking, absorbency, drying rate, dimensional stability, color fastness and pilling resistances. Interlock knitted fabric made from cotton, polyester, and spandex, and double-face jersey knitted fabric made from polyester, wool, and spandex were chosen for the finishing application. The fabrics were dyed based on raw materials under commercial conditions. Samples were treated with finish application by padding method. Half of the finish treated samples were washed 10 times to evaluate the effect of washing. According to the measurement results, finishing treatment did not have any adverse effects on fabric structure and fastness properties. Besides, high drying rates and absorbency have been determined in treated fabrics.

KÖROĞLU YATIKÇI, Tuğçe (0000-0002-6834-338X)

ÇELİK BEDELOĞLU, Ayşe (0000-0003-2960-5188)

Preparation of the color-changing nanofibrous mat which contains natural functional dye for detecting acid-base vapor

PAKOLPAKÇIL, Ayben

Lodz University of Technology, Faculty of Material Technologies and Textile Design, 116 Żeromskiego Street 90 – 924 Lodz, Poland

ayben_p@yahoo.com

PURPOSE

The goal of this study was to produce a colorimetric nanofibrous sensor that could detect hydrochloric acid (HCl) and ammonia (NH₃) vapor by measuring its color change behavior utilizing sustainable resources like polyvinyl alcohol and black carrot extract.

INTRODUCTION

Color is a strong communication tool that may also serve as a cue to take action¹. Colorimetric markers have received a lot of attention in the recent decade since they may give important information with visible color changes as a signal in a range of applications today, from biomedical to safety equipment, where they detect and notify us of environmental changes. Hydrochloric acid (HCl) and ammonia (NH₃) are utilized in a variety of sectors, including industrial cleaning, chemical manufacturing, and food processing. Despite their use, NH₃ and HCl are poisonous chemicals that can cause irritation and burns if inhaled or come into contact with the skin or eyes².

Anthocyanins are natural, non-toxic, water-soluble pigments that give many plants their purple, blue, and red color. In acids, the anthocyanin changes red-pink, in neutral solutions it turns reddish-purple, and in alkaline or basic solutions, it turns green³. Black carrot (BC) also contains anthocyanins and, due to the color characteristics of its extracts at various pH settings, can be used as a natural food colorant. Furthermore, BC anthocyanins have superior properties such as water solubility, color endurance at higher temperatures, and light stability⁴. Nanofibers have many advanced characteristics, including adjustable porosity, a high specific surface area to volume ratio, and surface functionalization, making them ideal options for substrates to improve sensor performance. Electrospinning is a simple and economical approach to producing nanomaterials by spinning continuous fibers with a diameter ranging from nanometers to micrometers using electric force⁵. The electrospun polyvinyl alcohol film with anthocyanins from black carrot was developed for food packaging by Gulden and Ekiz⁶. Moradi et al. investigated an intelligent

pH-sensing indicator based on bacterial nanocellulose and black carrot anthocyanins for monitoring rainbow trout and common carp fillet freshness during storage⁷. Goodarzi et al. reported that an intelligent freshness indicator was developed by immobilizing anthocyanins of black carrot within the starch matrix to monitor the spoilage of milk⁸. Pakolpakçıl et al. developed a pH-sensing nanofibrous sensor for smart wound dressings by mixing black carrot extract with sodium alginate and polyvinyl alcohol⁹. Polyvinyl alcohol (PVA) is a water-soluble, biodegradable, and cheap polymer, used in practical applications because of its easy preparation and formation of fiber by electrospinning^{5,9}. The literature shows no previous research based on superior characteristics of BC anthocyanins for PVA based nanofibrous mats as a sensor for monitoring the gases vapor.

EXPERIMENTAL

Material

The black carrot extract (BCE) was obtained from Global Inovatif (Turkey). The PVA was obtained from Sigma-Aldrich. Ammonia (25%) and glutaraldehyde (25%) were supplied by Merck. Hydrochloric acid (37%) was purchased from Sigma-Aldrich.

Method

PVA polymer was dissolved in pure water with a concentration of 12% (w/v). After that, BCE was added to the PVA polymer solution with a concentration of 0.1 wt. %. Then, the sample was crosslinked by glutaraldehyde.

The electrospinning solution was loaded into a 20 mL syringe fitted with a metal needle and mounted on a syringe pump. A high voltage of 20 kV was applied. The solution was expelled from the syringe at a rate of 1 mL/hour. The needle was kept at a distance of 15 cm from a drum collector at a speed of 180 rpm.

Scanning electron microscopy (SEM) was used to investigate the sample's morphology. Before starting the study, the color-changing property of the

-
- PAKOLPAKÇIL, Ayben (0000-0002-6981-4980)

purchased black carrot extract was evaluated. The color change behaviors of BCE-loaded nanofibrous in the presence of ammonia and hydrochloric acid vapor were recorded by using a camera.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

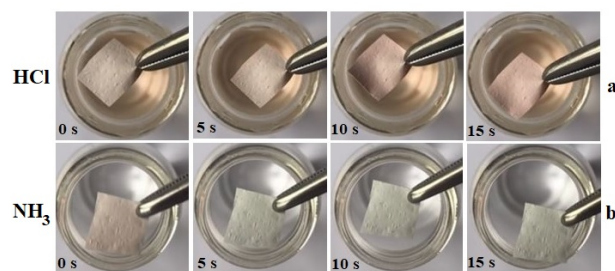


Figure 1. The electrospun BCE/PVA mat after 0, 5, 10, 15 s (a) images of sample exposed to HCl and (b) NH₃ vapor

Figure 1 shows the color change for the textile sensor based on BCE after exposure to gaseous HCl and NH₃. Consequently, the use of the nanofibrous mat as a pH sensor is advantageous and as an alternative and simple tool for pursuing the hazardous gaseous.

CONCLUSIONS

Nanofibrous mats were developed by adding black carrot extracts into PVA solution via electrospinning. The detection performance of the nanofibrous sensor was evaluated using gaseous NH₃ and HCl. This approach of fabricating textile sensors might be used to produce color-changing clothing that is sensitive to hazardous gases.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

Further research on the stability of anthocyanin-loaded nanofibrous in a different environment (gas concentrations, temperatures, etc.) is needed.

ACKNOWLEDGEMENTS

The author extends her appreciation to the Faculty of Material Technologies and Textile Design at the Lodz University of Technology for helping the work through the research.

LITERATURE

- [1] Schoolaert, E., Hoogenboom, R., De Clerck, K. 2017. "Colorimetric nanofibers as optical sensors", *Adv. Funct. Mater.* 27, 1702646.
- [2] Park, Y. K., Oh, H. J., Bae, J. H., Lim, J. Y., Lee, H.D., Hong, S., Son, H. S., Kim, J. H., Lim, S. J., Lee, W. 2020. "Colorimetric Textile Sensor for the

Simultaneous Detection of NH₃ and HCl Gases", *Polymers*, 12, 2595,

- [3] Khoo, H. E., Azlan, A., Tang, S. T., Lim, S.M. 2017. "Anthocyanidins and anthocyanins: colored pigments as food, pharmaceutical ingredients, and the potential health benefits", *Food Nutr. Res.*, 61, 1361779.
- [4] Imran, M., Akhtar, S. 2018. "Antibacterial and anticancer characteristics of black carrot (*Daucus Carota*) extracts", *J. Herbs Spices Med. Plants*, 22, 779.
- [5] Pakolpakçıl, A., Draczynski, Z. 2021. "Preparation and characterization of the advanced alginate-based nanofibrous nonwoven using EDC/NHS coupling agent by electrospinning", *J. Text. Inst.*, 1–9.
- [6] Goksen, G., Ekiz, H.I. 2018. "Electrospun poly (vinyl alcohol) with anthocyanins from black carrot nanofibrous film for pH biosensor applications", *J. Biotechnol.*, 280, S26.
- [7] Moradi, M., Tajik, H., Almasi, H., Forough, M., Ezati, P. 2019. "A novel pH-sensing indicator based on bacterial cellulose nanofibers and black carrot anthocyanins for monitoring fish freshness", *Carbohydr. Polym.*, 222, 115030.
- [8] Goodarzi, M. M., Moradi, M., Tajik, H., Forough, M., Ezati, P., Kuswandi, B. 2020. "Development of an easy-to-use colorimetric pH label with starch and carrot anthocyanins for milk shelf life assessment", *Int. J. Biol. Macromol.*, 153, 15.
- [9] Pakolpakçıl, A., Osman, B., Özer, E. T., Sahan, Y., Becerir, B., Göktalay, G., Karaca, E. 2019. "Halochromic composite nanofibrous mat for wound healing monitoring", *Mater. Res. Express*, 6, 1250c3.

Kötü Koku Absorblayıcı Antiviral Kumaş Geliştirme

DURUKAN, Erkam¹, GÖMEÇ, Ramazan¹, TUNA, Hasan¹, SAĞIR, Hasan¹

¹ AYDIN MENSUCAT A.Ş. Başakşehir, İstanbul, TÜRKİYE

erkam.durukan@aydintekstil.com

ÖZET

Patojenlerin neden olduğu bulaşıcı hastalıkların oluşturduğu endişeler küresel sağlık endişelerinin ön saflarında yer almaktadır. Döşemelik kumaşlara uygulanan kimyasallar ile antiviral etki sağlarken aynı zamanda kötü koku ve zararlı gazları yaşam ortamından uzaklaştırarak iç ortam hava kalitesini bozucu etkiye sahip kokuların nötralizasyonu sağlanmaktadır. Üretilen yenilikçi kumaş antiviral özelliği ile virüsleri nötralize ederek insan sağlığı için tehdit oluşturan bu unsuru ortadan kaldırarak daha steril ve hijyenik bir ortam oluşturmaktadır. Bunları yaparken de hiçbir enerjiye ihtiyaç duyulmamaktadır. Döşemelik kumaşın yapısında yüksek aktiviteli antiviral partiküller içeren kimyasallar kullanılarak kumaşın yüzeyindeki virüsleri etkisiz hale getirir. Temel çalışma prensibi virüslerin kılıf olarak kullandıkları hücre zarlarının yapısını bozarak ortamda yayılma, çoğalma ve bulunmalarını engellerken aynı zamanda ortamda bulunan zararlı gazları da absorbe ederek ortamdaki havayı tazeler. Kumaş iki işlevi beraber yaparak ortamın hem havasını hem de virüsleri temizleyerek kullanıcıya konforlu ve rahat bir ortam sağlamaktadır. Üretilen kumaşın antiviral ve koku absorbe etme özellikleri üzerine çalışmalar ortaya konmaya çalışılmıştır.

GİRİŞ

Dünya Sağlık Örgütü Çin Ülke Ofisi, 31 Aralık 2019 tarihinde, Çin'in Hubei eyaletinin Wuhan şehrinde, sebebi o an için bilinmeyen zatürre vakaları bildirmiş ve 5 Ocak 2020 tarihinde daha önce insanlarda tespit edilmemiş yeni bir virüs tanımlanmıştır. Başlangıçta 2019-nCoV olarak ifade edilen bu hastalık, daha sonra Covid-19 olarak adlandırılmış ve Çin'de ortaya çıkmasından üç ay gibi kısa bir sürede tüm dünyaya yayılarak küresel bir sağlık sorunu haline gelmiştir. 12 Mart 2020 itibarıyla Dünya Sağlık Örgütü tarafından pandemi olarak ilan edilen Covid-19 salgını; fiziksel, ruhsal ve sosyal olarak dünya insanlığını tehdit etmeye devam etmektedir¹. Şu anda hastalığa karşı etkili bir antiviral ilaç veya aşı mevcut değildir. Enfeksiyonun yayılmasıyla mücadele için izolasyon, sosyal uzaklaşma, iç mekanda kalma, kitle buluşmalarından stratejik olarak mesafeyi koruma Hindistan gibi kalabalık ülkelerin de takip ettiği ve etkili sonuç almak istediği temel, pratik ve uygun yöntemlerdir. Maske takmanın virüse yakalanmamak için en yaygın kullanılan yöntem olması gibi bunun yanında el temizliği, elleri yıkamak için sabun ve su kullanımı, el

dezenfektanı kullanımı gibi virüslere karşı etkili eylemlerin de arttığı görülmektedir².

1970'lerden bugünlere, %70'i hayvansal kökenli olmak üzere, 1500'den fazla yeni hastalığa sebebiyet veren patojenler ortaya çıkmıştır.

Dezenfeksiyon; cansız nesnelere üzerinde bulunan, potansiyel olarak patojen mikroorganizmaları yok eden veya üremesini durduran, genellikle endosporları etkilemeyen, hastanelerde sıklıkla dezenfektan adı verilen kimyasal maddelerle, bazen de mekanik temizlik ve ısı uygulamaları ile gerçekleştirilen bir yöntemdir. Dezenfeksiyon çok geniş kapsamlıdır. Bir ortamdaki mikroorganizmaların azaltılmasından sterilizasyona kadar geniş bir spektruma sahiptir. Dezenfektan ise dezenfeksiyon işleminde kullanılan kimyasal maddelerdir. Bunların belirli konsantrasyonlarıyla 30 dakikadan kısa süre temas, genellikle bakteri sporları hariç tüm mikroorganizmaları öldürebilmektedir³.

Coronaviridae ailesinin üyeleri zarlıdır ve pozitif anlamda RNA genomuna sahiptir. Coronavirüsler, gömülü zarf sivri uçlarından oluşan bir dış 'korona' ile farklı bir morfolojiye sahiptir. Bu virüsler, geniş bir hayvan ve insan hastalığı spektrumuna neden olur.

Antiviral tekstil ürünleri, tekstilin yüzeyi ile temas eden bulaşıcı virüs parçacıklarının sayısını kontrol altına alabilen tekstil ürünleridir. Bu ürünlerin tasarımında tekstil teknolojisi ve biyoteknolojinin teknik alanları birlikte hareket etmektedir. Antiviral özelliğin kumaşlarda sağlanabilmesi için en çok kullanılan ürünler ise dezenfektan ve antiseptikler standart hijyen koşullarının sürdürülmesinde ve enfeksiyon riski oluşturabilecek patojenlerin ortadan kaldırılmasında kullanılan antimikrobiyal ajanlardır². Bu çalışmada döşemelik kumaşlar üzerine uygulanan antiviral ajanlar içeren apreler ile kumaşlara antiviral ve ortamdaki kötü kokuları absorbe etme özelliği kazandırılmış ve ilgili testleri yapılarak incelenmiştir.

DENEYSEL

%100 polyester olarak üretilen dokuma kumaş üzerine fular işlemi ile kazandırılan kimyasal ile oluşturulan antiviral etki Covid-19 Sars-Cov2 virüsüne karşı ölçülmüştür.

Antiviral testin uygulanması ve sitotoksitite testi

Kumaşın hücreler üzerindeki negatif etkisi (sitotoksite) testinin uygulanması; patojenlerin başlangıç titresini geri kazanmak için 3 kontrol parçası kullanılır. 20mmx20mm'lik test numunesi kesilir (toplam kütle min. 0.40g olmalıdır ve gerekirse ekstra malzeme ile de yapılabilir). Toplamda 9 numune gereklidir. 3 numune kontrol numunesi olarak ayrılır ve işlemsiz bekletilir. Diğer 6 numune ~107 TCID50 konsantrasyonunda (105'lik bir nihai konsantrasyon vererek) 200µl virüs kültürü ile temas ettirilerek belirli süre bırakılmıştır. Temas süresinin ardından kumaş, 20 ml hücre kültürü ortamında temas ettirilir ve numaralandırılır. TCID50 konsantrasyonu, uygun inkübasyon süresinin ardından hesaplanır. Hesaplanan değerler numune üzerindeki hücre miktarının azalmasına göre analiz edilir.

Hava Kalitesi Testi: Formaldehit ve amonyaka karşı etkinlik testi (Gastec yöntemi)

VOC (Uçucu Organik Bileşikler) gazlarının azaltılması amacı ile ortamdan absorbe edilerek uzaklaştırılması istenen formaldehit ve amonyak gazlarının Gastec yöntemi ile testi yapılmıştır.

Referans Yöntemler: CEN/TC 264 "Hava Kalitesi" ve ISO/TC 146/SC 6,

Bu çalışma, işlenmiş kumaş numunelerinin Formaldehit ve Amonyak gazı özelliğinin bozunma ve eliminasyonu için hazırlanmıştır.

Test Örneği: 20x20 cm boyutlarında dōşemelik kumaş

Kullanılan sensör: X-am 5000 Draeger gaz sensörleri

Seri numarası: XXS sensörünün (ARDA -0287 68 111530) alt algılama limiti 5 ppm'dir.

Çözünürlüğü: 1 ppm. Esas olarak etanol, NO ve NO₂'ye karşı çapraz duyarlılığı vardır.

Test Koşulları: Gaz sızdırmaz 30 L'lik cam bir kavanoz kullanıldı.

Kavanozda herhangi bir numune kullanılmadan ve kavanoza uçucu gazlar enjekte edilerek laboratuvar ortamında ölçümler yapılarak kavanozun gaz sızdırmazlığı test edilmiştir. Cam kavanozun içine yanal olarak yerleştirilmiş işlenmiş bir kumaş numunesi ile yapılan bir çalışmada, enjekte edilen uçucu gaz konsantrasyonunun bozulma ve adsorpsiyon yoluyla geçici olarak azaldığı gözlemlenmiştir.

Ortam Sıcaklığı, % Bağıl Nem: 23°C, % 50

Gaz geçirmez Şırınga: 50 ml

Ölçüm Yöntemi: Absorbans ve Konsantrasyon (ppm) ölçümleri, 415 nm dalga boyunda bir UV-VIS spektrofotometrede NASH reaktifi kullanılarak yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Test Standardı: ISO 18184:2019

Test Numunesi: %100 polyester dōşemelik kumaş

Tablo 2. Antiviral aktivite test koşulları

Test information	
Name of Product	Control – Untreated denim Test 1 – 1.8% Sanitized T11-15 Test 2 – 1.8 % Sanitized T11-15
Batch Number & Expiry Date	N/S
Date of Delivery	11.06.2020
Period of Analysis	01.06.2020-01.07.2020
Manufacturer / Supplier	Aydin Mensucat Dōşemelik Kumaş SAN. VE TIC. A.Ş.
Storage Conditions	Ambient
Neutralisation Method	Dilution
Product Diluent	N/A
Test Concentrations	Neat as supplied
Test Temperature	25°C ± 1°C
Temperature of Incubation	37°C ± 1°C
Identification of the Viral Strains:	Feline corona virus, Strain Munich
Contact Times	2 hours ± 10s

0 hours		
Sample	Log Recovery	Average
Control 1	5,63	5,43
Control 2	5,46	
Control 3	5,21	

Tablo 4. Test 1

Contact time 2 Hour				
Sample	Log Recovery	Average	Reduction	Percentage
Control 1	4.92	4.94	0.49	67.38%
Control 2	5.04			
Control 3	4.88			
Test 1	4.21	4.19	1.24	94.19%
Test 2	4.25			
Test 3	4.13			

Tablo 5. Test 2

Contact time 2 Hour				
Sample	Log Recovery	Average	Reduction	Percentage
Control 1	4.92	4.94	0.49	67.38%
Control 2	5.04			
Control 3	4.88			
Test 1	4.04	3.82	1.61	97.54%
Test 2	3.38			
Test 3	4.04			

Tablo 6. Sitotoksitite test sonucu

Controls		
İnitial Inoculum	7.66	Valid
Cytotoxicity Control	4.33	Valid
Cytotoxicity Test 1	3.96	Valid
Cytotoxicity Test 2	4.00	Valid

Test Sonucu

Test kumaşları, raporda belirtilen koşullar altında test edildiğinde koronavirüsüne karşı aşağıdaki log azalmalarını gösterdi:

Test 1 –1,24 log (%94,19)

Test 2 –1,61 log (%97,54)

Sitotoksitite testi sonucu ise zararlı bir durum olmadığı yönünde olmuştur.

Hava kalitesi testi: Formaldehit ve amonyağa karşı etkinlik (Gastec yöntemi)

Test Standardı: CEN/TC 264 Hava Kalitesi Ve ISO/TC 146/SC 6 Alman standartları referans alınarak yaptırılan test sonuçları aşağıdaki gibidir.

Sample:	Woven fabric with Triple protective finishing
Tests:	Efficiency test against formaldehyde and ammonia (Gastec method)

Test item:

Reference Methods: CEN/TC 264 "Air Quality" and ISO/TC 146/SC 6, the test was carried out in the laboratory of ZSM / Mohsdorf Germany. Reference report no: 12358

This study and assessment report is generated for detection of decomposition and elimination of Formaldehyde and Ammonia gas property of processed fabric samples.

Test Sample: Test sample with 20x 20 cm dimensions

Sensor used: X-am 5000 Draeger gas sensors

Serial number: Lower detection limit of XXS sensor (ARDA -0287 68 111530) is 5 ppm. Its resolution is 1 ppm. Mainly it has cross-sensitivity to ethanol, NO and NO2.

Test Conditions: A gas-tight 30 L glass bell-jar was used.

Gas-tightness of bell-jar was tested by conducting measurements in the laboratory environment without using any sample in the bell-jar and injecting volatile gases into the bell-jar. Temporal decrease of injected volatile gases concentration by deterioration and adsorption was observed in a study conducted with a treated fabric sample which was laterally placed inside the bell-jar.

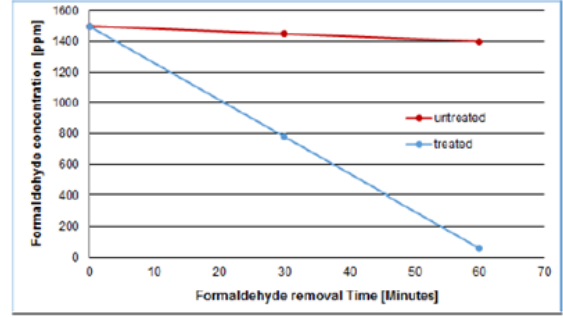
Environmental Temperature, % Relative Humidity: 23°C, % 50

Gas tight Syringe: 50 ml

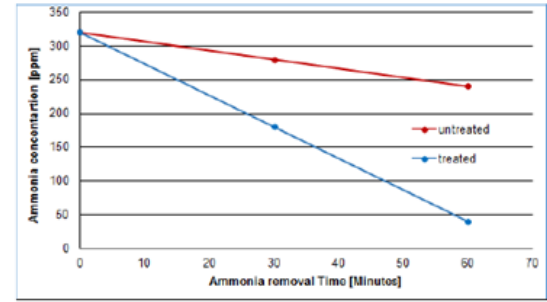
Measurement Method: Absorbance and Concentration (ppm) measurements were conducted using NASH reagent in a UV-VIS spectrophotometer at 415 nm wavelength.

Tablo 1. İşlemlenmiş ve işlemlenmemiş numunelerde 60 dakika sonundaki ortamdaki formaldehitin azalma miktarları (ppm)

	Dosage formaldehyde	Initial concentration formaldehyde (ppm)	Concentration formaldehyde after 60 min. (ppm)
untreated	10µl, 37%	1500	1400
treated	10µl, 37%	1500	60

**Şekil 1. İşlemlenmiş ve işlemlenmemiş numunelerde formaldehitin absorblanması sonucu azalma oranı****Tablo 2. İşlemlenmiş ve işlemlenmemiş numunelerde 60 dakika sonundaki ortamdaki amonyağın azalma miktarları(ppm)**

	Dosage Ammonia	Initial concentration Ammonia (ppm)	Concentration Ammonia after 60 min. (ppm)
untreated	20 µl 5%	320	240
treated	20 µl 5%	320	40

**Şekil 2. İşlemlenmiş ve işlemlenmemiş numunelerde amonyağın absorblanması sonucu azalma oranı****GENEL SONUÇLAR**

Döşemelik kumaş numunelerinin antiviral aktivitesinin kaydedilen değerleri incelenmiş, tablolaştırılmış ve önemli kayda değer sonuçlar bir araya getirilmiştir. Numuneler antiviral etkinlikleri sonucunda %94,19-%97,54 oranlarında Covid 19 virüsüne karşı etki belirlenmiş olup ürün aynı zamanda kötü koku absorblama özelliği ile ortamdaki amonyak ve formaldehit miktarlarında azalma sağlamıştır. Kimyasallar farklı oranlarda denenebilir ve maliyet açısından ürün miktarı optimize edilebilir.

KAYNAKLAR

- 1) Budak, F, Korkmaz, Ş. (2020). COVID-19 pandemi sürecine yönelik genel bir değerlendirme: Türkiye örneği. *Sosyal Araştırmalar ve Yönetim Dergisi*, (1), 62-79.
- 2) Saraç, S. (2009). *Sanayide kullanılan dezenfektan ve antiseptik maddelerin antimikrobiyal*

etkinliđinin arařtırılması (Doctoral dissertation, Marmara Üniversitesi (Turkey))

- 3) Sarla, G. S. (2020). Coronavirus Pandemic: An Indian Perspective. *Research & Review: Management of Cardiovascular and Orthopedic Complications*, 2(2), 1-4.

Çevre Dostu Güç Tutuşur Su Bazlı Poliüretanların Sentezi ve Tekstil Yüzeylerinde Kaplama Malzemesi Olarak Kullanılabilirliklerinin İncelenmesi

BAYSAL, Gülçin¹

¹Uşak Üniversitesi Rektörlük Teknoloji Transfer Ofisi
gulcin.baysal@usak.edu.tr

Özet

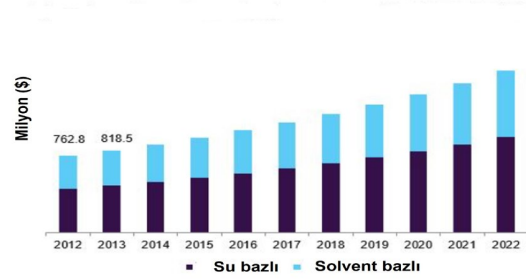
Tekstilde kumaşlara güç tutuşurluk, su iticilik, antibakteriyallik ve kolay temizlenme gibi fonksiyonel özellikler kazandırmak için sık kullanılan yöntemlerden birisi kaplama teknolojisidir. Belirtilen bu fonksiyonel özellikler uygun yapıdaki polimerlerin yer aldığı formülasyonların kumaşlara kaplanmasıyla sağlanabilmektedir.

Tekstil kaplama sektöründe kötü hava koşullarına karşı yüksek dayanım, yüksek gerilme, yırtılma ve darbe direnci göstermesi aynı zamanda çok iyi aşınma dayanımına sahip olması gibi üstün performans özelliklerinden dolayı poliüretan (PU) polimeri yaygın olarak tercih edilmektedir. Ancak sektörde yoğun olarak kullanılan, yüksek miktarda uçucu organik bileşik (UOB) içeren solvent bazlı poliüretan sistemlerinin yanısıra özellik göstermelerinden dolayı kullanım alanları kısıtlanmaktadır. Bu çalışmada, güç tutuşur özellik gösteren çevre dostu, su bazlı PU'ların özellikleri, sentezlenme yöntemleri, kullanım alanları ve literatürde mevcut çalışmalarda tekstil yüzeylerinde kaplama malzemesi olarak uygulamaları ve performansları incelenmiştir.

1. Giriş

Çevre mevzuatlarında yapılan düzenlemeler ile son yıllarda solvent bazlı sistemlerin kullanımından kaynaklanan UOB salınımına kısıtlamalar getirilmiştir. Bu nedenle endüstriyel uygulamalarda düşük miktarda solvent içeren veya solvent bazlı çözücü içermeyen polimerler ile geliştirilen kaplamalar üzerine araştırmalar yapılmaktadır¹. Bu doğrultuda düşük oranda organik çözücü ihtiva eden dolayısıyla UOB miktarı düşük, yüksek katı içerikli kaplamalar ve organik çözücü yerine su ile seyreltilen su bazlı kaplamalar geliştirilmiştir. Su bazlı sistemlerde bağlayıcı (polimer) su içerisinde emülsiyeye formda olduğu için ilave olarak reaktif bir seyrelticiye gerek duyulmamaktadır². Üstün mekanik ve fiziksel özellikleri ve film oluşturma davranışı göstermelerinden dolayı düşük ve orta katı içerikte sentezlenebilen hem çevre dostu hem de teknolojik avantajlara sahip olan su bazlı PU malzemeler baskı, kaplama ve yapıştırıcılarda yaygın olarak

kullanılmaktadır³. Çevre mevzuatlarındaki değişiklikler ve çevre dostu yöntemlerin tercih edilmesiyle kaplama sektöründe solvent bazlı kaplamaların pazar payı düşerken, çevre dostu, özellikle su bazlı sistemlerin pazar payı istikrarlı bir biçimde artmaktadır⁴ (Şekil 1).



Şekil 1: 2012-2022 yılları arasında su ve solvent bazlı poliüretan kaplamaların payları⁵.

1.1 Su Bazlı Poliüretanlar

1937 yılında Prof. Dr. Otto Bayer tarafından bir diizosiyanatın poliester ile reaksiyona sokulmasıyla sentezlenmiş ve bazı yeni özelliklerle günümüzde kullanılan çok sayıda farklı ürüne dönüştürülmüştür. Üstün mekanik ve fiziksel özellikleri ve film oluşturma yetenekleri nedeniyle kaplamalarda, yapıştırıcılarda ve termoplastik elastomerlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. PU, moleküler yapılarında üretan grubu içeren farklı kompozisyonlara ve özelliklere sahip birçok çeşidi bulunan bir polimerdir⁶. PU polimeri, hidroksil (-OH) grubu içeren polioller ile izosiyanat (-NCO) grubu içeren izosiyanatların ekzotermik reaksiyonu sonucu elde edilmektedir⁷. PU polimerinin istenilen yapısal özellikte sentezlenmesi pek çok çeşidi bulunan diizosiyanat ve polioller bileşenlerinin seçimi ile sağlanmaktadır. Çünkü sert segmenti oluşturan izosiyanat ve yumuşak segmenti oluşturan poliollerin tipi ve miktarlarının değişimi polimerin fiziksel dayanıklılık ve elastikiyeti üzerinde belirleyicidir. Poliüretana yumuşaklık ve elastikiyet sağlayan kısımlar polioller iken izosiyanattan yapıya dahil olan -NCO grubunun fazla olması çapraz bağlanmayı artırarak sert ve esnek olmayan polimer yapısının

oluşmasını sağlamaktadır. Çapraz bağlanma ile yapıda yer alan üç boyutlu hücrelerin boyutları ve bileşenlerinin poliüretanın yapısal özellikleri üzerinde etkisi bulunmaktadır⁸⁻¹⁰. Endüstride ticari olarak kullanım bulan PU'lar uygulama alanları açısından iki kısma ayrılmaktadır. Esnek köpükler, elastomerler, kaplamalar, yapıştırıcılar ve elyaflar ilk kısımda yer almaktadır. İkinci kısmı ise, sert PU köpükler, yapı/İNŞAAT uygulamalarında kullanılan köpükler, ahşap yerine kullanılan PU'lar oluşturmaktadır¹⁰. Ancak bu PU malzemelerin önemli miktarda UOB ihtiva eden yüksek miktarda kullanılan toluen, ksilen ve tetrahidrofuran gibi solvent bazlı çözücülerini içermesi kullanımlarını azaltmakta ve son yıllarda su bazlı PU malzemelere olan ilgi artmaktadır. Bu durumda solvent bazlı çözücülerin maliyetlerindeki artış bununla birlikte CO₂ emisyonunu azaltma ihtiyacı ve termal kürelemede uygulanan yüksek enerji tüketiminin etkili olduğu bilinmektedir¹¹. Bu nedenler doğrultusunda hem çevre dostu olması hem de teknolojik açıdan pek çok avantaja sahip olması nedeniyle düşük katı içerikte sentezlenebilen solvent bazlı sistemler kadar iyi, bazı durumlarda daha üstün özellik gösteren su bazlı poliüretan sistemleri son yıllarda araştırma konusu olmuş ve büyük gelişme göstermiştir¹².

1.1.1 Su Bazlı Poliüretanların Avantajları ve Kullanım Alanları

Poliüretanların yapışma özellikleri, poliolden sağlanan yumuşak bölümler ile zenginleştirilmiş elastomer özelliklerine ve üretan grupların sahip olduğu polar karaktere bağlıdır. Dolayısıyla bu özelliklerden dolayı uygulama alanları çeşitlilik göstermektedir. Çoğunlukla metal, beton, seramik, cam, ahşap, tekstil, deri, kauçuk ve kâğıt, gibi yüzeylerde poliüretanlar yapıştırıcı olarak kullanılmaktadır. Bu doğrultuda inşaat, otomotiv, mobilya, ambalaj, nakliye, elektronik, tekstil, seramik, plastik, kâğıt ve ayakkabı gibi uygulama alanları mevcuttur¹³.

Su bazlı poliüretanların en geniş uygulama alanlarından biri de tekstil kaplamalarıdır. Bağlayıcı olarak tekstil yüzeylerine uygulanan kaplama reçetesi içerisinde, dolgu malzemeleri için bağlayıcı olarak, kumaşa tuşe kazandırmak amacıyla ve farklı fonksiyonel gruplar ile birleştirilerek güç tutuşurluk, su iticilik gibi özelliklerin kumaşlara kazandırılması için diğer bağlayıcılara (binder) göre diğer bağlayıcılara göre fazlaca tercih edilmektedir. Su bazlı poliüretanlar hava koşullarına karşı yüksek dayanıma, yüksek yırtılma, darbe ve gerilme direncine ve yüksek aşınma dayanımına sahiptirler. Mikrogözenekli ve dolayısı ile nefes alabilme özelliği ile uygulandıkları yüzeylerin alt katmanları için üstün özellikler göstermektedirler. Esnek yapısı ve yüksek derecede uzama özelliği ile

kumaşların uygulandıkları yüzeylerde alt katmana yapışmasını sağlamaktadırlar¹³.

Su bazlı poliüretanlar çözen olarak su ihtiva ettikleri için çevre dostu bir ürün olarak solvent bazlı sistemlere göre avantaj sağlamaktadırlar. Bu nedenle solvent bazlı bir sistem olan polivinil klorür (PVC) kaplama yerine alternatif olarak poliüretanların kullanımı artmıştır. Yüksek kalitede film oluşturma özelliği nedeniyle özellikle cam lifinin boyut stabilizesine yardımcı olması amacıyla kullanılan polivinil alkol (PVA) binderine alternatif olarak da kullanılmaktadır¹³.

Su bazlı PU'ların solvent bazlı sistemlere göre genel olarak avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir^{11, 12, 14}.

- Çözücü olarak solvent yerine su içeren su bazlı PU'lar, dimetilformamid, toluen ve ksilen gibi UOB içeren solventlerin zararlı yanlarını tamamen ortadan kaldıran, en az yüksek molekül ağırlıklı solvent bazlı reçineler kadar yüksek performansa sahip olan çevre dostu bir malzemedir.
- Yüksek molekül ağırlıklı ve düşük viskoziteli olarak üretilebildikleri için uygulama kolaylığı sağlamaktadırlar. Aynı performansı elde edebilmek için yüksek katı içerikli solvent bazlı polimerleri düşük viskozitede sentezlemek oldukça zordur ve bu şekilde kullanılamazlar.
- Çok düşük miktarda UOB içerdikleri ve neredeyse hiç hava kirliliğine sebep olmadıkları için endüstride kullanım alanları oldukça fazladır.
- Su bazlı PU'ların kullanım alanı oldukça genişler ve çoğunlukla mobilya, tekstil, seramik, ahşap, otomotiv, inşaat ve plastik sektörlerinde yapışkanlar ve kaplamalar olarak kullanılmaktadırlar.

1.1.2 Su bazlı poliüretan sentezinde kullanılan temel bileşenler

PU sentezleyebilmek için kullanılacak çok çeşitli materyaller vardır. İstenilen polimer özelliklerine, başlangıç malzemelerinin doğru seçimi ve sentez yöntemi ile kolayca ulaşılabilmektedir. PU sentezinde kullanılan başlıca bileşenler; izosiyanatlar, polioller, zincir uzatıcılar ve emülsiyon yapıcılarıdır⁶. PU sentezinde kullanılan başlıca malzemeler aşağıdaki gibi özetlenmiştir.

Polioller

PU üretiminde kullanılan temel bileşenlerden bir diğeri ise polieter veya polyester temelli olarak kullanılan polioldür. Yumuşak yapıda esnek özellik gösteren PU üretebilmek için molekül ağırlığı (MA: 2000-10000) yüksek olan polioller tercih edilirken,

sert yapıda PU eldesi için ise düşük molekül ağırlıklı polioller kullanılmaktadır. Polietilen glikol (PEG) ve polipropilen glikol (PPG) en önemli polieter polioller arasındadır. Su bazlı PU sentezinde özellikle polieter, poliester, polikaprolakton ve polikarbonat polioller kullanılmaktadır. Yapılan araştırmalarda su bazlı PU sentezinde polioller olarak poliester temelli polioller kullanımının, polimerin dayanıklılığı ve çözücü direnci üzerinde etkili olduğu, polieter temelli polioller malzeme kullanımının ise polimerin esnekliğini ve hidroliz direncini artırdığı sonucuna ulaşılmıştır¹⁵⁻¹⁷.

İzosiyanatlar

İzosiyanatlar, alifatik ve aromatik olmak üzere iki gruba ayrılırlar ve PU sentezi için kullanılan yapıda iki veya daha fazla -NCO içeren temel malzemelerden bir tanesidir. Alifatik izosiyanatlara göre aromatik izosiyanatlar daha aktif yapıya sahiptirler ve ticari olarak temin edilmeleri daha kolay olduğundan en önemli grubu oluşturmaktadırlar. Ancak aromatik izosiyanatların ışığa karşı dayanımları düşüktür ve bu nedenle nihai su bazlı PU polimerinin ışık haslığının yüksek olması isteniyorsa sentez için diizosiyanat monomerleri, 4,4-disik-lometandiizosiyanat, 1,6 heksametilen diizosiyanat ve izofuran diizosiyanat gibi alifatik yapıda izosiyanatlar tercih edilir¹⁵⁻¹⁹.

Zincir uzatıcılar

PU sentezine zincir uzatıcı olarak kullanılan düşük molekül ağırlıklı diol ve diaminlerin katılması sert segment uzunluğunu artırmaktadır. PU sentezinde polioller ve zincir uzatıcının oranları değiştirilerek sert gevrek veya yumuşak bir elastomer formunda polimer üretilebilir. Zincir uzatıcılar genel olarak aromatik diol ve alifatik diol olarak iki sınıfa ayrılmaktadır. Alifatik yapıdaki diollerin kullanımı ile yumuşak yapıda PU sentezlemek mümkündür. Etilen glikol (EG), propilen glikol (PG), 1,4-bütandiol (BD), 1,6-heksandiol (HD), sikloheksan dimetanol (CHD) ve hidrokinon bis (2-hidroksietil) eter (HQEE) su bazlı PU sentezinde kullanılan önemli zincir uzatıcılarıdır⁴.

Emülsiyon yapıcılar

Polimerin sentez reaksiyonunda polimerin su ortamında dispersiyonunu sağlayan iyonik ya da noniyonik bir grup olan emülsiyon yapıcı; sülfonat diaminler, dioller ve dihidroksi karboksilik asitler gibi diol maddeler de oldukça önemlidir. En sık kullanılan emülsiyon yapıcı madde hem bir glikol hem de bir karboksilik asit olan 2,2-bis (hidroksimetil) propiyonik asittir (DMPA). Bu bileşimin bu derece yaygın olarak kullanılmasının nedeni izosiyanat ile düşük reaktivite göstermesidir^{18,19}.

1.1.3 Su bazlı poliüretan sentez yöntemleri

Su bazlı PU'lar, izosiyanat gruplarının su ile yüksek reaktivitesinden dolayı emülsiyon ve süspansiyon

polimerizasyonları gibi geleneksel sentez yöntemleri ile elde edilememektedir. Bu nedenle, aseton, ön-polimer karıştırma, erime dispersiyon ve ketimin/ketazin yöntemi gibi birkaç yöntem geliştirilmiştir. Sentez reaksiyonlarında ilk aşama olarak, seçilen polieter veya poliester tipi polioller izosiyanat veya poliizosiyanat ile emülsiyon yapıcı varlığında polimer oluşturmak üzere reaksiyona girmektedir. Kullanılan en yaygın sentez yöntemleri, deneysel şartlar ve kullanılan reaktantların niteliği açısından farklılık gösteren aseton ve ön-polimer karıştırma yöntemleridir. Mevcut sentez yöntemleri aşağıdaki gibi özetlenmiştir.

Ön-polimer karıştırma yöntemi

Bu yöntem, hidrofobik olarak modifiye edilmiş -NCO uzantılı PU ön-polimerlerin az miktarda deiyonize su ile karıştırılarak düşük viskoziteli emülsiyon oluşturulmasına dayanmaktadır^{20,21}.

Erime dispersiyon yöntemi

Bu yöntemde ise, hidrofobik -NCO ön-polimerlerinin (iyonik ve/veya iyonik olmayan) su içerisinde disperse edilmesi ve zincir uzatıcı olarak kullanılan amin bileşenin eklenmesi sonucu PU üretilmesine dayanmaktadır²².

Ketimin/ketazin yöntemi

Ketimin/ketazin yönteminde ise, bloke diamin ya da hidrazin -NCO ön-polimer ile karıştırılmaktadır. Sulu faza dönüşümün devamında zincir uzatma aşamasında diamin ya da hidrazin hidroliz ile serbest bırakılır, daha sonra -NCO ön-polimeri kendiliğinden reaksiyona girmektedir²².

Aseton yöntemi

Su bazlı PU sentezinde kullanılan en önemli yöntemlerden bir tanesi olan aseton yönteminde kullanılan organik çözücü aseton, su ile karışabilen, düşük kaynama noktasına sahip ve inert özellik gösteren bir çözücüdür. Ayrıca zincir uzatma aşamasında viskozite kontrolü ile homojen bir çözeltide sentez yapılmasını sağlayıp, tekrarlanabilir özellikte olmasıyla birlikte farklı molekül ağırlığına sahip olan polimerlerin sentezlenmesine olanak sağlamaktadır. Aseton yönteminde sentezin ilk aşamasında; polimerik yapıya hidrofilitik ve potansiyel yüklü grupların aseton ortamında dahil edilmesi, ikinci aşamada; PU/aseton sistemine su ilavesi ve son aşamada; su bazlı PU dispersiyonunu elde etmek için asetonun vakum koşulları altında buharlaştırılması gerçekleşir²².

1.2 Alev Geciktiriciler

Polimerler yanıcı özellik gösteren kimyasallardır ve yanma esnasında salınım yaptıkları zehirli ve yanıcı

gazlar insan sađlığı üzerinde olumsuz etki bırakılmaktadır. Bu dođrultuda alev geciktirici katkı maddelerinin ilave edilmesiyle elde edilen güç tutuşur polimer ürünlerin kullanım miktarları artmıştır. Alev geciktiriciler reaktif ve katkılı olmak üzere iki gruba ayrılırlar, ayrıca kimyasal içeriğine göre de halojenli ve organik fosfor bazlı alev geciktiriciler bulunmaktadır. Sıklıkla kullanılan güç tutuşur katkı maddeleri alüminyum, bor, fosfor, antimon, klor ve bromdur, çalışmalar özellikle bu elementlerin üzerine yoğunlaşmıştır. Reaktif alev geciktirici maddeler polimer ile kimyasal reaksiyona girerken katkılı alev geciktiriciler ise polimer ile fiziksel olarak karışım oluşturur ve kimyasal reaksiyona girmez. Bu nedenle reaktif alev geciktirici maddelerin güç tutuşurluk performansları daha iyidir. Poliüretanlar yapısı geređi yanıcı özellik gösterirler ve artan sıcaklıkla yapıdaki kovalent bağlar uyarılır ve devamında kritik sıcaklıkta poliüretan parçalanmaya başlar. Küçük moleküller açığa çıkınca buharlaşır hava ile buluşunca da yanıcı gaz karışımı halini alırlar. Yanma işleminde açığa çıkan ekzotermik ısı yoğunlaşır ve tekrar sistemi besleyerek poliüretanın degradasyonunu artırarak yanma döngüsünün devamını sağlar. Alev geciktiricilerin işlevi fiziksel ve/veya kimyasal olabilir. Kimyasal olarak, yanma esnasında açığa çıkan serbest radikalleri önleyerek koruyucu bir kül tabakası oluşturmakta ve materyalin yüzeyini izole etmektedir. Fiziksel olarak ise; alev geciktiriciler endotermik reaksiyonlar ile sıcaklığın düşmesini sağlar, yanıcı olmayan gazlar ile oksijen konsantrasyonunu düşürerek alevin yayılma hızını azaltıp koruyucu dayanıklı tabaka sağlamaktadırlar^{23, 24}.

1.2.1 Katkı tipi alev geciktiriciler

Poliüretana fiziksel yol ile katılmakla birlikte kolay ve ekonomik bir yöntemdir ancak karışımındaki homojensizlik, düşük mekanik özellik, yüksek oranda uçuculuk, kalıcı olmama gibi nedenlerden dolayı verimli değildir²¹. Brom içeren bileşikler, organik fosfat, fosfonat, melamin, kırmızı fosfor, bor içeren inorganik bileşikler, magnezyum hidroksit, antimon oksit, aliminyum hidroksit, inorganik fosfor bileşikleri, trifenil fosfin oksit katkı tipi alev geciktiricilere örnek verilebilir^{23, 24}.

1.2.2 Reaktif tipi alev geciktiriciler

Reaktif tip alev geciktiriciler iki farklı şekilde kullanılabilir. Birincisi; yeni alev geciktirici polimer tasarımı, ikincisi ise mevcut polimere alev geciktirici grubun kopolimerizasyon ile zincir veya yan gruplara modifikasyonu şeklinde olmaktadır. Birinci kullanım şekli olan polimer tasarımı maliyet ve proses çeşitliliđi açısından elverişli değildir. Kopolimerizasyon ile yan gruplara kovalent bağlar ile eklenen alev geciktirici grup, güç tutuşur özelliđi arttırmak için önemli bir

yöntem oluşturmaktadır. Eklenen alev geciktirici miktarı düşük olmasına rağmen verimliliđi katkı tipi alev geciktiricilere göre yüksektir. Organofosfor bileşikleri, siklotrifosfazener, organosilikon bileşikleri, aminometil fosfonat gibi fosfor içeren polioller veya hidroksi alkil fosfonatlar reaktif tipi alev geciktiricilere örnek olarak verilebilir. Poliüretan için pratikte verimli olarak kullanılan fosfor polioller en önemli, reaktif alev geciktiriciler arasındadır. Ortofosforik asidin esterleri, fosfor asidin esterleri, fosfat polioller, fosfin oksit polioller, fosforamidik polioller örnek olarak verilebilir^{23, 24}.

1.2.3 Halojenli alev geciktiriciler

Halojenli alev geciktiricilerin dahil olduđu sistemlerde, güç tutuşur etkili bileşik termik olarak parçalanır ve ortamda oluşan halojen radikalleri oksijen ile reaksiyona girmektedir. Ortamdaki oksijen konsantrasyonu azaldığı için yanma durmaktadır. Halojen bazlı alev geciktiriciler düşük oranlarda bile etkili olmalarına karşın zehirli gazlar, duman ve karbon monoksit oluşturmaları olumsuz yanlarını oluşturmaktadır. Teorik olarak, halojenli alev geciktiriciler olarak dört kimyasal bileşik sınıfı kullanılabilir: flor, klor, brom veya iyot içerenler. Sanayide genellikle orta kararlılığa sahip klor ve brom içerikli alev geciktiriciler kullanılmaktadır. Brom içerikliler klor içerenlere göre daha etkilidir ancak ekonomik açıdan daha pahalıdır. Tetrabrom bisfenol A (TBBA), dekabromdifenil eter (Deca-BDE), heksabromosiklododekan (HBCDD), kloroparafiner halojenli alev geciktiricilere örnek olarak verilebilir. Yanma mekanizmasında brom ve klor içerikli güç tutuşur moleküller sıcaklık yükselince brom ya da klor radikallerine ayrışır ve yanıcı gaz olan hidrokarbon molekülleri ile reaksiyona girerek HBR ya da HCl oluşur. Oluşan bileşikler yüksek enerjili H⁺ ve OH⁻ radikalleri ile reaksiyona girerek su ve çok daha düşük enerjili Br⁻ ve Cl⁻ radikallerini oluşturarak tekrar H⁺ ve OH⁻ radikallerini uzaklaştıracak döngüyü başlatır²⁵.

1.2.4 Organik fosfor bileşikleri

Bu bileşikler hem katkı tipi hem de reaktif alev geciktirici olarak kullanılmaktadır. Organik fosfor bileşiklerinin ana grupları fosfor esterleri, fosfonatlar ve fosfinatlardır. Organik fosfor bileşikleri fosforik asit ve meta fosforik asite ayrışarak yüksek sıcaklıkta asitliđi koruyarak bu sayede poliüretanın karbona hızla ayrışmasında katalizör işlevi görmektedir. Yanma esnasında fosfor ihtiva eden karbonlu kül oluşturarak poliüretan malzeme için koruyucu tabaka ile güç tutuşurluk sağlar^{26, 27}.

1.3 Tekstilde Kaplama İşlemi ve Kullanılan Yöntemler

Tekstil yüzeylerinin ortam şartlarına, kimyasallara, çeşitli mikroorganizmalara karşı dayanıklı olarak üstün performans göstermesi, estetik özellik gösterirken aynı zamanda fonksiyonelliğe sahip olması için kullanılan yöntemlerden birisi kaplama işlemidir. Kumaş yüzeyine kimyasal maddelerin köpük formunda veya pasta formunda uygulanması ile yüzeyde film tabakası oluşturularak kaplanmış kumaş elde edilmektedir. Kumaştan istenen kaplama özelliklerine göre şeffaf, ışık geçirgenliği düşük veya olmayan özellikte uygulamalar yapılabilir. Kaplama pastasının içerisinde kullanılan kimyasallar uzun zincirli doğrusal moleküller olan termoplastik polimerlerdir ve son üründe istenilen özelliği sağlamada oldukça önemli yere sahiptir. Kaplama pastasında PVC, poliüretan, doğal kauçuk, stiren bütadien (SBR) kauçuk, nitril, bütül, polikloropren, klorasülfonat kauçuk, silikon, teflon, akrilik, poliolefin, florelastomer gibi polimerler kullanılmaktadır. Bu bağlayıcılar arasında yer alan poliüretan, yüksek uzama kabiliyeti, ortam şartlarına, aşınmaya, yırtılmaya karşı yüksek dayanımı, su geçirmez aynı zamanda nefes alabilir yapısı nedeniyle sıklıkla tercih edilmektedir²⁷.

Tekstil malzemelerinin klasik kaplama yöntemleri arasında yer alan emdirme yönteminde kumaş bir banyo içerisine daldırılıp, kumaşın aldığı flote miktarı ayarlanarak ardından sabit enderde kuru sıcak ortamda kurutma yapılmaktadır. Bu uygulamada kumaşın her iki yüzüne kaplama emdirme yöntemi ile aktarılması olmaktadır. Kumaşın tek yüzüne kaplama yapılması istenirse bu işlem direkt kaplama, transfer kaplama, sıcak eriyik ile kaplama ve kalandır ile kaplama gibi yöntemler ile gerçekleştirilebilir. Direkt kaplama yönteminde gerdirilmiş bir kumaş numunesine uygun viskozitedeki kimyasal sabit bir rakle altında hareket ettirilmek suretiyle yapılmaktadır. Kaplama malzemesi olarak kullanılacak kimyasalın formuna göre köpük ya da pasta, havada silindir ya da silindir üstü kaplama ile kumaş yüzeyine uygulanmaktadır²⁷.

2. Güç Tutuşur Su Bazlı Poliüretanların Sentezi ve Tekstil Yüzeylerinde Kaplama Malzemesi Olarak Uygulamaları

Du ve Wang çalışmalarında, çevre dostu su bazlı poliüretan ve çeşitli alev geciktiricileri içeren bir formülasyon ile polyester kumaşa kaplama işlemi uygulayarak güç tutuşur bir polyester kumaş etmişlerdir. Doher6206 ve halojeniz alev geciktirici olan melamin siyanürat (MCA) kombinasyonunun etkili bir alev geciktirici olduğu bulunmuştur. Hem güç tutuşur hem de çevre dostu olan iyi performans göstermesi nedeniyle, güç tutuşur polyester kumaşın, arabaların ve uçakların iç dekorasyonunda kullanılması

potansiyeli olduğu sonucuna ulaşılmıştır²⁸. Indraneel ve ekibi çalışmalarında pamuklu kumaşlar için fosfonitrojen kombinasyonuna dayalı alev geciktirici içeren su bazlı polyurethane kaplamanın geliştirilmesini raporlamışlardır. Para-fenilendiamin (PDA) ve tetrakis (hidroksimetil) fosfonyum klorür (THPC) arasındaki spontan reaksiyonun avantajından yararlanarak kumaşları kaplamak için tek aşamalı bir püskürtme işlemi uygulanmış ve bunun sonucunda poli[1,4-diaminofenilen-tris(dimetil hidroksimetil) fosfinin kumaş yüzeyinde birikmesi sağlanmıştır. PApP'nin tutuşma direnci ve yanal alev yayılımı gibi alev geciktirici özellikleri iyileştirmedeki etkinliği, ASTM D6413 ve BS EN ISO 15025 yanıcılık testlerine göre değerlendirilmiştir (Şekil 2). Hem oksidatif hem de pirolitik koşullar altında kaplanmış kumaşlar için ayrışma başlangıcı erken gerçekleşmesine rağmen, dikkat çekici bir şekilde kendi kendine sönmeye davranışı (<3s) herhangi bir yanal alev yayılımı olmadan gözlemlenmiştir²⁹.

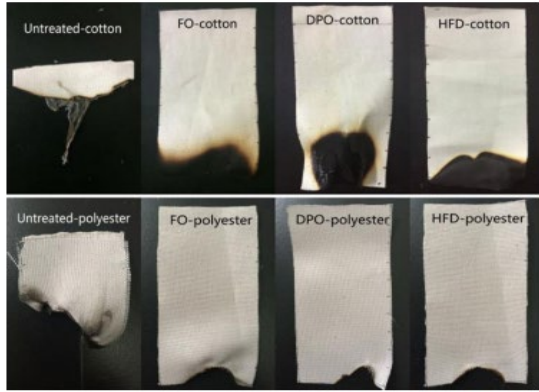


Şekil 2: ASTM D6413 (üstte) ve BS EN ISO 15025 (altta) uyarınca gerçekleştirilen yanıcılık testlerinden önce ve sonra işlem görmemiş ve PApP kaplı kumaşların görüntüleri²⁹.

Suna ve ekibi çalışmalarında bir dizi kendi kendine çapraz bağlanan ve alev geciktirici modifiye su bazlı poliüretan (SFR-WPU) sentezlenmiş ve SFR-WPU'nun kimyasal yapısı FT-IR ile karakterize edilmiştir. Emülsiyon stabilitesini değerlendirmek için partikül boyutu, partikül boyutu dağılımı ve zeta potansiyeli test edilmiştir. Daha sonra polyester kumaş üzerine apre maddesi olarak SFR-WPU kaplanmıştır. Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) ve dikey yanma testinin (VBT) deneysel sonuçları, FRC-6'nın içeriği SFR-WPU'da ağırlıkça %9.07 olduğunda, LOI, yanma süresi, parlama süresi ve hasarlı uzunluk değerlerinin kaplanmış polyester kumaşa sırasıyla %27,5, 4.7 s, 0.0 s ve 10,9 cm olduğu belirlenmiştir. Ancak işlem görmemiş polyester kumaşın LOI, yanma süresi, parlama süresi ve hasarlı uzunluk değerleri sırasıyla %20,1, 62.0 s, 0.0 s ve 30,0 cm olarak belirlenmiştir. AATCC standart yıkama işleminden sonra bile, kaplanmış polyester kumaşın LOI, yanma süresi, parlama süresi

ve hasarlı uzunluk değerleri sırasıyla %26,8, 5.0 s, 0.0 s ve 12,3 cm olarak değişmiştir. SFR-WPU'nun, kumaşın ilk bozunma sıcaklığını belirgin bir şekilde azalttığı, ancak SFR-WPU'daki sırasıyla yoğun faz ve gaz-fazındaki P ve N elementlerinin sinerjistik alev geciktirici etkisi ile artık karbon içeriğini önemli ölçüde iyileştirdiği tespit edilmiştir³⁰.

Bir diğer çalışmada Gu ve ekibi tarafından üç fosfor-azot içerikli etkili sinerjistik alev geciktirici su bazlı poliüretan kaplamalar sentezlenmiş ve yapıları kızılötesi spektroskopi ile karakterize edilmiştir. Pamuklu ve polyester kumaşların güç tutuşurluk özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla kaplamalar uygulanmıştır. Pamuğun LOI değeri 18'den 22,5'e ve polyesterin LOI değeri 18,5'ten 26,9'a yükselmiştir (Şekil 2)³¹.



Şekil 2: İşlem görmemiş ve su bazlı güç tutuşur PU ile kaplanan kumaşların dikey yanma testi sonrası görüntüleri³¹.

Nguyen ve ekibi, çalışmalarında yenilenebilir kaynaklı poliöle dayalı bir tür esnek poliüretan (FPU) hazırlamış ve daha sonra alev dayanıklılık özelliklerini daha da artırmak için halojen içermeyen alev geciktiriciler, alümina trihidrat (ATH) ve trifenil fosfat (TPhP) ile modifiye etmişlerdir. Katkı maddeleri için optimum yükleme, modifiye FPU malzemelerinin fizikomekanik özellikleri, termal özellikleri ve alev geciktirici davranışlarındaki değişikliklerin analizine dayalı olarak belirlenmiştir. Daha sonra FPU kaplı bir tekstil hazırlanmış, duman oluşturma davranışları ve yanıcılığı, işlem görmemiş kumaş ve alev geciktiriciler ile modifiye edilmiş poliüretan kaplı kumaş ile karşılaştırılarak sonuçlar değerlendirilmiştir. Sonuçlar, ATH ve TPhP arasında uygulanan malzemelerin alev dayanıklılık özelliklerinin artmasına yardımcı olan ve aynı zamanda kumaş kaplama uygulamaları için makul esnekliği koruyan iyi sinerjik etkiyi doğrulamıştır. Bununla birlikte, kaplama malzemesi olarak modifiye FPU'nun kullanılmasının, kaplamalı kumaşın kısa yanma süresi sırasında daha fazla toksik duman emisyonuna neden olduğu kanıtlanmıştır; bu yangın vb.

olayları sırasında insanların güvenliğini garanti altına almak için daha kapsamlı bir şekilde araştırılması gereken bir konudur³².

3. Sonuç

Yüksek mekanik ve fiziksel performansı ile PU, tekstil, deri, sentetik deri ve diğer endüstrilerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, geleneksel solvent bazlı PU'nun, sürdürülebilir kalkınma kavramına aykırı olan organik solvent buharlaşması ve kirlilik gibi dezavantajları vardır. Ek olarak, PU malzemesinin yanıcılığı, yüksek kaliteli uygulamalarda daha fazla kullanılmasını da kısıtlamaktadır. PU endüstrisinin mevcut durumu ve sorunları göz önüne alındığında, araştırma yolları su bazlı polimerler ile fonksiyonel özellik kazandırılacak, yüksek performanslı ve katma değerli tekstil tabanlı ürünlerin geliştirilmesine odaklanmalıdır.

BAYSAL, Gülçin (ORCID No: 0000-0002-9197-9482)

KAYNAKLAR

1. Zhang, Y., Asif, A. Ve Shi, W. 2011. "Highly branched polyurethane acrylates and their waterborne UV curing coating", *Progress in Organic Coatings*, 71, 295-301.
2. Jones, F.N., Nichols, M.E. ve Pappas, S.P. 2017. *Organic Coatings: Science and Technology*. USA: John Wiley & Sons Inc.,
3. Zhou, X., Li, Y., Fang, C., Li, S., Cheng, Y., Lei, W. Ve Meng, X. 2015. "Recent Advances in Synthesis of Waterborne Polyurethane and Their Application in Water-based Ink: A Review", *Journal of Materials Science & Technology*, 31, 708-722.
4. Schwalm, R. 2006. *UV Coatings: Basics, Recent Developments and New Applications*. Netherlands: Elsevier,
5. Polyurethane Dispersion (PUD) Market Size, Share & Trends Analysis By Application (Portable Charging, BIPV/BAPV, Embedded Electronics, Outdoor Advertising, Automotive (AIPV)) And Segment Forecasts To 2022, <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/polyurethane-dispersion-market>, Son erişim tarihi: 20 Eylül 2021.
6. Zhang, T., Wu, W., Wang, X. ve Mu, Y. 2010. "Effect of average functionality on properties of UV-curable waterborne polyurethane-acrylate", *Progress in Organic Coatings*, 68, 201-207
7. Rogers, E. M. ve Long, T. E. 2003. *Synthetic methods of Step Growth Polymers, Chapter4-Polyurethanes and Polyureas*. NJ, USA: John Wiley & Sons.,

8. Su Bazlı Poliüretanların Sentezi ve Genel Bakış. <<http://www.putech-composites.com/Haber/Su-Bazli-Poliuretanlar-Sentez-ve-Genel-Bakis.html>>, Son erişim tarihi: 20 Eylül 2021.
9. Kim, Y.W., Shin, E.C., Bae, S. G., Lim, K.T., Park, S.S., Kim, E.Y. ve Lee, W.K. 2017. "Synthesis and characterization of UV-curable polyurethane acrylates with PLA and PEG", *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, 653, 214-219.
10. Zhang, Y., Asif, A. ve Shi, W. 2011. "Highly branched polyurethane acrylates and their waterborne UV Curing Coating", *Progress in Organic Coatings*, 71, 295-301.
11. Rahman, M.M. ve Kim, H.D. 2006. "Synthesis and characterization of waterborne polyurethane adhesives containing different amount of ionic groups", *Journal of Applied Polymer Science*, 102 (6), 5684-5691.
12. Liu, J., Wang, B., Yuan, Y., Liu, R., Li, Z. ve Liu, X. J. 2017. "Synthesis of fluorinated polycarbonate-based polyurethane acrylate for UV-curable coatings", *Journal of Coatings Technology and Research* 14 (1), 233-241.
13. Yılmaz, C. Güç Tutuşur Su Bazlı Poliüretan Sentezi ve Polyester Kumaş Kaplaması, Yüksek Lisans Tezi, Bursa Teknik Üniversitesi, 2019.
14. Mishra, V., Mohanty, I., Patel, M. R. ve Patel, K.I. 2015. "Development of Green waterborne UV-curable Castor oil-based urethane acrylate coatings: preparation and property analysis", *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*, 20 (6), 504-513.
15. Howard, G. T. 2002. "Biodegradation of polyurethane: a review", *International Biodeterioration & Biodegradation*, 49, 245-252.
16. Javadi, A., Shokouhi Mehr, H., Sobani, M. ve Soucek, M. D. 2016. "Cure-on-command technology: A review of the current state of the art", *Progress in Organic Coatings*, 100, 2-31.
17. Fink, J. K. 2013. *Reactive Polymers Fundamentals and Applications: A Concise Guide to Industrial Polymers*, Montanuniversität Leoben, Austria: Elsevier,
18. İstanbul Sanayi Odası. (2015). Küresel Rekabette İstanbul Sanayi Odası Meslek Komiteleri Sektör Stratejeleri Projesi: Deri ve Deri Ürünleri İmalatı Sanayi Sektör Raporu, (Rapor no: 2015/7), İstanbul: İstanbul Sanayi Odası.
19. Baysal, G. "UV ile Kurlenebilen Su Bazlı Poliüretan Akrilat Binderlerin Suni Deriye Uygulanması ve Baskı Yönteminin Geliştirilmesi", Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 2020.
20. Rahman M. M., Kim H. D. ve Lee W.K. 2009. "Properties of Waterborne Polyurethane Adhesives: Effect of Chain Extender and Polyol Content", *Journal of Adhesion Science and Technology*, 23, 177-193.
21. Garcia-Palacios, V., Costa, V., Colera, M. ve Martin-Martinez, J.M. 2011. "Waterborne polyurethane dispersions obtained with polycarbonate of hexanediol intended for use as coatings", *Progress in Organic Coatings*, 71, 136-146.
22. Srivastava, A., Agarwal, D., Mistry, S. ve J. Singh. 2008. "UV curable polyurethane acrylate coatings for metal surfaces", *Pigment & Resin Technology*, 37 (4), 217-223.
23. Chattopadhyay, D.K., Webster, D. C. 2009. "Thermal Stability and Flame Retardancy of Polyurethanes", *Progress in Polymer Science*, 34, 1068-1183.
24. Quitmann, U., Lecamp, L., El Khatib, W., Youssef, B., Bunel, C. 2001. "Synthesis of Phosphonated Dimethacrylate: Photocuring Kinetics in Homo- and Copolymerization, Determination of Thermal and Flame-Retardant Properties", *Macromolecular Chemistry and Physics*, 202, 628-635.
25. Espinosa, M.A., Galia M., Cadız, V. 2004. Novel "Flame-Retardant Thermosets: Phosphine Oxide-Containing Diglycidylether as Curing Agent of Phenolic Novalac Resins", *Journal of Polymer Science, Part A: Polymer Chemistry*, 42, 3516- 3526.
26. Faghihi, K. 2006. "A New Flame-Retardant Polyamid Containing Phosphine Oxide and N,N-(4,4-Diphenylether) Moieties in the Main Chain: Synthesis and Characterization", *Türk. J. Chem.*, 30, 643-651.
27. Mittal, K. L., Bahners, T.. 2017. *Textile Finishing: Recent Developments and Future Trends*, USA: John Wiley Sons.
28. Qin Du, W. and Wang, R. 2015. "Study on Environmental-Friendly Waterborne Polyurethane Flame-Retardant Coating Polyester Fabric", *Advanced Materials Research*, 1088, 455-459.
29. Indraneel S. Z., Shini F., Dean G. J. Seah, A., Tara A., and Aravind D. (2017). "Development and Evaluation of a Water-Based Flame Retardant Spray Coating for Cotton Fabrics", *Applied Materials & Interfaces*, 9, 40782-40791.
30. Suna, Y., Liuc, C., Honga, Y., Liua, R. and Zhou, X. (2019). "Synthesis and application of self-crosslinking and flame retardant waterborne polyurethane as fabric coating agent", *Progress in Organic Coatings* 137 105323: 1-9
31. Gu, L., Chai, C., and Luo, Y. (2016). "Preparation and performance evaluation of phosphorus-nitrogen synergism flame-retardant water-borne coatings for cotton and polyester

- fabrics”, *Journal of Polymer Research*, 23 (64), 1-10.
32. Nguyen, T.N., Trinh, H. T., Li. H. Sam, T. Q.Nguyen, Truong Le, G. (2019). “Halogen-free flame-retardant flexible polyurethane for textile coating: Preparation and characterisation”, *Fire and Materials*, 44:269–282.

ARGE 0067 Su İtici, Güç Tutuşur Antibakteriyel Özellikli Hastane Tekstillerinin Geliştirilmesi

Tunalı Fulya ¹, Kutlay Kadriye ^{1,2}, Başaran Sakıp ¹, Değirmenci Nejla ¹

¹BERTEKS Tekstil San. ve Tic.A.Ş, Bursa, Türkiye

²Bursa Teknik Üniversitesi, Lif ve Polimer Mühendisliği, Türkiye
nejla.degirmenci@berteks.com

ÖZET

Hastanelerde kullanılacak tekstillerde (özellikle perde kumaşlarında) olması gereken su iticilik, kan iticilik, güç tutuşurluk, anti bakteriyel özelliklerin kumaşa kazandırılmasıyla beraber bu kumaşların çamaşır suyu ile yıkandığında bu özellikleri koruyacak teknik tekstil ürünü geliştirilmesi amaçlanmıştır. Hastanelerde kullanılan tekstiller hijyen sağlanması için çamaşır suyuyla devamlı yıkanmaktadır. Bu kumaşların su iticilik, kan iticilik, güç tutuşurluk, anti bakteriyel özellikli olmasıyla beraber çamaşır suyuyla yıkama sonrasında da özelliklerini koruması talep edilmektedir. Bu kapsamda yapılan çalışma ile kumaşın ham maddesi iplik, boyanmasında kullanılan boyar maddeler, teknik özelliklerin katılacağı apre parametreleri araştırılmış, tespit edilmiş, numuneler gerçekleştirilmiş ve sonrasında numunelerin çamaşır suyuna karşı direnci gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler Anti bakteriyel, Güç tutuşur, Hastane tekstilleri, Su itici

AMAÇLAR

Hastane kumaşları, modern tıptaki kullanımları kullanışlılık açısından beklenen bazı özellikleri sağlamaları zorunlu kılmaktadır. Bu zorunluluklar kumaşın kabul edilebilir yapısal saflıkta olması, zehirli madde içermemesi, alerjik ve kanserojen olmaması, sterilize edildiğinde kimyasal ve fiziksel özelliklerinde minimum değişiklik gösterecek yapıda olması ve aynı zamanda kumaşların anti bakteriyel özellik de olması gerekmektedir [1].

Mikroorganizmalar vücutta, havada, toprakta ve tüm yüzeylerde bulunabilmekte ve üreyebilecek ortam buldukları takdirde üreyerek hızlı bir şekilde çoğalmaktadırlar. Bakteriler gelişmeleri için, yeterli nem ve sıcaklık ile bir besin kaynağına ihtiyaç duyarlar.

Bu gereksinimler tekstil materyallerinde bulunabilmektedir. Genel olarak bakteriler kötü kokuya; mantarlar biyolojik olarak parçalanmaya ve lekelenmeye sebep olurlar. Birçok bakteri 30-37 °C

arasında optimal gelişme gösterirken, birçok mantar için optimal sıcaklık 25-30 °C dir. Aktif faaliyet halinde iken, vücutta bölgesel sıcaklık değişimleri söz konusu olmakta, bu da bakterilerin çoğalmasını tetikleyici bir unsur oluşturmaktadır. Üzerinde besin kaynağı (çeşitli gıda kirlilikleri, yağ, protein, şeker ve deri kalıntıları) mevcut olan tekstil materyalleri mikrobiyal üremeyi hızlandıran bir başka etkidir [2]. Hastane ortamın da kullanılacak perde gibi metaryallerin bakteri, mantar ve küf oluşumunu engelleyen anti bakteriyel yapı da olması gerekmektedir.

Ayrıca fiziksel olarak maruz kalabileceği kir, kan ve medikal sıvılara karşı itici özellik de olması kumaşın daha uzun süre hijyenik kalmasına olanak sağlayacaktır.

Tüm bu özelliklerinin yanında kullanılacak perdenin güç tutuşur özellik de olması hem aranan hem de istenilen bir durum olarak karşımıza çıkmaktadır.

Ayrıca hastanelerde kullanılan tekstil ürünlerinin çamaşır suyu ile tekrarlanan yıkanmaları sonrası tekstil malzemesinin sahip olduğu özelliklerinin yok olmaması istenmektedir. Güçlü bir dezenfektan ve ağartıcı olan çamaşır suyu, çoğu boyayı bozar. Sterilizasyonda, ürünün özelliğini bozmayacak kimyasal maddelerden yararlanılmaktadır. Dezenfekte işleminde çok bilinen kullanım alanı çok yaygın olan ve çok iyi bir dezenfektan olan Sodyum Hipoklorit - solüsyon (NAOCL) çamaşır suyu ile yıkandığında da renk değişimine karşı dayanım sağlanan polyester boyalar kullanılmaktadır.

Proje ile hastanelerde kullanılacak tekstillerde olması gereken su iticilik, kan iticilik, güç tutuşurluk, antibakteriyel özelliklerin kumaşa kazandırılmasıyla beraber çamaşır suyu ile yıkandığında bu özellikleri koruyacak teknik tekstil ürünü geliştirilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Kumaş formunda kullandığımız tekstil malzemeler kullanım yerleri nedeniyle değişik özelliklere sahip olmalıdır. Tıbbi tekstil ürünleri denince aklımıza tıbbi

giysiler (önlükler, boneler, maskeler, çoraplar, eldivenler, uniformalar, koruyucu giysiler), cerrahi kaplamalar (örtüler, kumaşlar, perdeler), yatak örtüleri (çarşaflar, yastık kılıfları, battaniyeler, minderler, yorganlar), idrar tutucu pedler (bebek bezleri, yatak pedleri), bezler, bayan hijyenik pedleri, kumaşlar/temizlik bezleri ve cerrahi çoraplar gelmektedir (3).

Hastanelerde kullanılan yatak örtüleri, çarşaflar, önlükler, uniformalar, havlular, perdeler gibi birçok tekstil yüzeyinin enfeksiyonların yayılmasına önemli ölçüde katkı sağladığı ve tehlike oluşturduğu bilinmektedir. Yapılan bir araştırmada, hastane enfeksiyonları için en temel dirençli bakteri konumunda olan Metisiline Dirençli Staphylococcus aureus (MRSA)'un hemşire önlüklerinin %65'inde bulunduğu tespit edilmiştir (4).

Kumaşa etki edebilecek sıvılar tekstil malzemesi tarafından emilerek derinlemesine nüfuz ederler ve kirlenmeye sebep olurlar. Bu yüzden nüfuz etmenin engellenmesi temizlenmelerini kolaylaştırır. Su itici özellik kumaşın kolay kirlenmesini önleyecektir.

Kir iticilik apre uygulaması leke tutmazlık veya leke iticilik apresi olarak da bilinir. Bu apre işlemi kolay bakım apresinin uygulaması olup tekstil mamullerine daha zor kirlenme, kirin kolay uzaklaştırılması gibi özellikleri kapsar. Kir iticilik apre uygulaması tekstil mamullerinin yağlı kirleri tutma özelliğini engellemeye yarayan ve daha sonraki temizleme işlemini kolaylaştıran tüm apre işlem çeşitleri için kullanılan bir işlemdir.

Tekstillere anti mikrobiyal özellik kazandırılmasının amacı hem tekstil ürünlerini hem de bu ürünlerin kullanıcılarını mikrobiyal saldırılar sonucunda oluşacak zararlardan korumaktır. Anti mikrobiyal tekstillerin istenen performansı göstermeleri için belli özelliklere sahip olmaları gerekmektedir:

Tekstil malzemelerine anti mikrobiyal özellik kazandırılması üç şekilde mümkündür.

- Tekstil malzemelerinin üretiminde yapısı itibarıyla anti microbial özelliğe sahip liflerin kullanılması ile anti microbial özellik sağlanması
- Tekstil malzemelerinin üretiminde kullanılan liflere lif çekimi esnasında anti microbial özellik kazandırılması
- Tekstil malzemelerine bitim işlemleri sırasında anti microbial özellik kazandırılması

Yapılan çalışmalarda anti mikrobiyal özellik bitim işlemlerinde kazandırıldı.

Tekstil mamullerinin anti mikrobiyal etkinliğini belirlenmesi için çok çeşitli test metodları mevcuttur. Burada ki çalışmalarda tekstil ürünü AATCC 100 test metoduna tabi tutuldu. AATCC 100 test metodunda test numuneleri işlem görmemiş kontrol numunesi ve anti mikrobiyal etkisinden emin olunan kontrol numunesi ile beraber test edilmektedir. Bu test metodunda numuneler 105 CFU/ml yoğunluğundaki bakteri çözeltilisinin 1 ml'si ile ıslatılmakta ve ıslatılan numune daha sonra nötralizasyon çözeltisi içine atılarak, karıştırılmaktadır. Nötralizasyon çözeltisi belli oranlarda seyreltilerek agarlar üzerine ekilmektedir. Ekim yapılan tüm agarlar 37 °C'de 48 saat etüvde kuluçkaya bırakılmaktadır.

Günümüzde giderek artan kargaşa ortamında, yangın riskleri çoğalmakta, can ve mal güvenliği azalmaktadır. Dolayısıyla güç tutuşur tekstillerin kullanımı da kaçınılmaz şekilde artmaktadır. Bunların yanı sıra üretilen tekstil materyalinin tek bir işlevi sağlamak yerine birkaç işlevi bir arada yerine getirebilmesi de yine yapılan çalışmalar arasında yer almaktadır. Su ve leke itici güç tutuşur, anti mikrobiyal özellik gösteren tekstil ürünü gibi multifonksiyonel tekstiller günümüzde talep edilmektedir.

Tekstil ürünlerinin güç tutuşur ya da yanmaz olmaları da yine kullanım yerlerine göre onlardan beklenen fonksiyonel özelliklerden biridir. Tekstil yüzeylerinin üretiminde kullanılan materyaller, genelde yarıcıdır. Yangın istatistikleri incelendiğinde ev içinde kullanılan tekstil ürünlerinin yangınların %50 sinden sorumlu olduğu görülmektedir [5]. Yapılan bir araştırmada, yangın alarmları ile donatılmış bir binada üst katta uyuyan kişilerin, zemin katta başlayan ve büyüyen bir yangından kaçmaları için ortalama 3 dk. gibi kısa bir süreye sahip oldukları ortaya konmuştur. Kullanılan alev geciktirici kimyasallar yangını tamamen söndürebilirler. Ya da yayılma hızını yavaşlatarak kişilere kaçmaları için ekstra süre kazandırabilirler [6]. Hammadde farklılıkları ve son ürünlerdeki beklentilerin farklı olması gibi sebeplerden dolayı tekstil ürünlerinde kullanılan güç tutuşurluk kimyasalları da çok çeşitlidir. Bu amaçla kullanılan en verimli alev geciktiriciler, halojen içeren kimyasallar, fosfor içeren kimyasallar, fosfor ve azotu birlikte içeren kimyasallar, alüminyum ve magnezyumun hidratlı tuzları, bor ve bor tuzları, antimon ve molibden içeren kimyasallar olarak sıralanabilir [7]

DENEYSEL YÖNTEM

Projede öncelikle istenilen teknik özelliklerin katılacağı kumaş tasarımları yapıldı. Tasarımları yapılan %100 polyester kalite kumaşların çamaşır suyu ile yıkandığı da minimum renk değişikliğini sağlayabileceğimiz bleach cleanability boyaları ile boyamaları yapıldı. Boyanacak renklerin çeşitliliğine göre seçilecek boya gamının;

4 g/l kalsiyum hipoklorit(65% aktif klor)

2.5 g/l sodyum bicarbonat

Flotte oranı : 1/20

30 dak 60 OC

Yıkamalarında renk değişimi gri skalaya göre 4 - 5 olan boyalar tercih edildi.

İstenilen renklere boyanan kumaşların, su ve sıvılarla karşılaştığında hidrofob (su itici) olmasını istediğimiz için su itici özellik kazandırmamız gerekiyordu bunun için kumaşa su itici karakter kazandıran floracarbon esaslı kimyasal bileşikler emdirme yöntemi ile uygulandı.

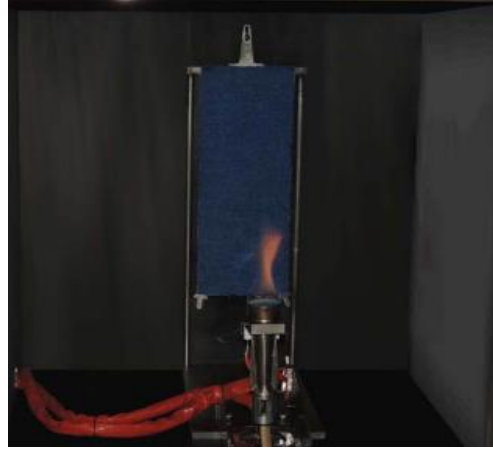
Bleach cleanability boyaları ile dört farklı kalite de toplamda 24 adet renk boyandıktan sonra, istediğimiz teknik özellikler de kumaş üretebilmek için antibakteriyel, kan itici ve güç tutuşur apre verdikten sonra kumaşların güç tutuşur testi yapıldı.

Tüm istenilen teknik özellikler katıldıktan sonra ürünlere yapılacak testler belirlendi. Bu testler;

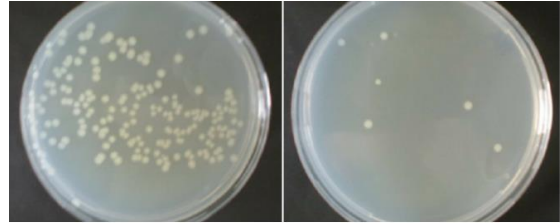
- Bleach Cleanability Testi (Çamaşır suyuna dayanım testi)
- Antibakteriyel Testi
- Su İtçilik Testi
- NFPA 701 Yanmazlık Testi
- En-Gramaj Testi
- Yıkama Çekme Testi
- Ütü Çekmesi Testi
- Yıkama Talimatı Testi
- Dikiş Açması Testi
- Yırtılma Mukavemeti



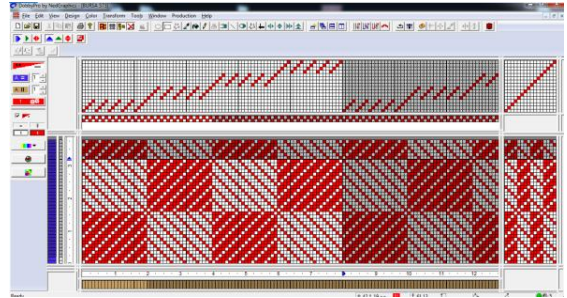
Şekil 1. Su itici apre uygulanmış kumaş



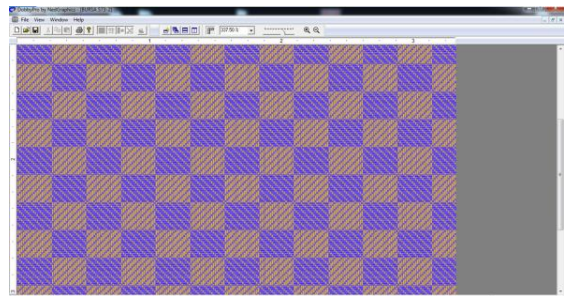
Şekil 2. Güç tutuşur apre uygulanmış kumaşın test yöntemi



Şekil 3. AATCC 100 testine göre antibakteriyel apre uygulanmamış ve uygulanmış numune örneği



Şekil 4. Kumaş dokuma tasarımı



Şekil 5. Kumaş dokuma tasarımı



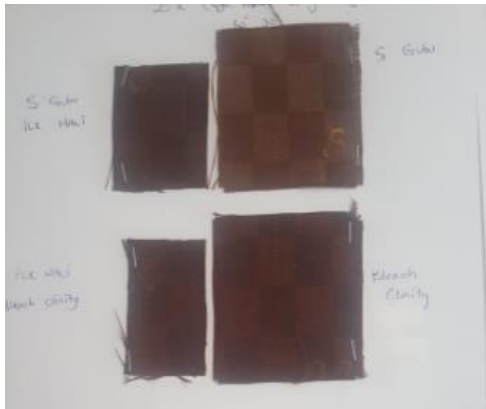
Şekil 6. Bleach cleanability ile boyama sonrası çamaşır suyu yıkama sonuçları



Şekil 7. Klasik boya ile boyama sonrası çamaşır suyu yıkama sonuçları



Şekil 8. Bleach cleanability boyaları ile klasik boyama sonucu 20 defa çamaşır suyu ile yıkama sonrası renk değişimi



Şekil 9. Bleach cleanability boyaları ile klasik boyama sonucu 20 defa çamaşır suyu ile yıkama sonrası renk değişimi



Şekil 10. Bleach cleanability boyaları ile klasik boyama sonucu 20 defa çamaşır suyu ile yıkama sonrası renk değişimi

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yapılacak ürün perde olarak kullanılacağı için kimyasalların ve boyaların ışık haslıkları değerlendirildi. Uygulanan kimyasalların performansını görmek için su iticilik, NFPA 701 ve AATCC 100 testleri yapıldı. Hastane tekstillerinin temizlenmesinde çamaşır suyu kullanıldığı için boya ve kimyasalların tek tek çamaşır suyu dayanımına bakıldı.

Tablo 1. Yapılan denemelerin karşılaştırılması

	ÇAMAŞIR SUYU SONRASI RENK DEĞİŞİMİ	İŞİN HAZIRLIĞI	KAN İTİCELİK	SU İTİCELİK	700 SONUÇU	ANTİBAKTERİYAL
BLEACH CLEANABILITY BOYA	İYİ	KÖTÜ	-	-	-	-
OTOMATİV BOYA	KÖTÜ	İYİ	-	-	-	-
BLEACH CLEANABILITY BOYA +APRE	-	KÖTÜ	İYİ	-	KALDI	-
BLEACH CLEANABILITY BOYA +APRE	KÖTÜ	KÖTÜ	-	İYİ	GEÇTİ	GEÇTİ
OTOMATİV BOYA+APRE	KÖTÜ	İYİ	-	İYİ	GEÇTİ	GEÇTİ
BLEACH CLEANABILITY BOYA +SU İTİCİ	KÖTÜ	-	-	İYİ	-	-
BLEACH CLEANABILITY BOYA +R+APRE	KÖTÜ	-	-	-	GEÇTİ	-
BLEACH CLEANABILITY BOYA +ANTİBAKTERİYAL	KÖTÜ	-	-	-	-	-
CİPS BOYA+APRE	İYİ	İYİ	-	İYİ	GEÇTİ	GEÇTİ

GENEL SONUÇLAR

Gerçekleştirdiğimiz projenin çıktı ve faydaları;

- Bleach cleanability boyaları ile boyadığımız %100 pes kumaşlar da çamaşır suyu dayanımının sağlanması
- Hidrofob kimyasal ile kumaşlar da su iticiliğin sağlanması
- Fr kimyasalı ile NFPA 701 testinden geçecek güç tutuşur özellik de kumaşın yapılması
- Antibakteriyal kimyasal ile AATCC 100 testinde başarı sağlayan kumaşın yapılması

Tüm bu özelliklerin sağlanabildiği özellikle hastane sektörüne uygun hijyenik ürünlerin pazarına hitap eden kumaşların üretiminin sağlanması

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Hazırlanan koleksiyonun genişletilmesi sağlanacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Projenin gerçekleştirilmesinde fon sağlayan Berteks Tekstile proje ekibi olarak teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

[1] Akaydın M ve Kalkancı M, 2014, Hastane giysisi olarak kullanılan kumaşların antibakteriyel özellikleri üzerine bir araştırma, SDU Journal of Science (E-Journal), 9 (1): 20-34.

[2] Arda M, 2000, Temel Mikrobiyoloji, Medisan Yayın Serisi no 46.

[3] Mecit, D., Ilgaz, S., Duran, D., Basal, G., Gulumser, T., Tarakcioglu, I. (2007). Teknik Tekstiller ve Kullanım Alanları-Bölüm 2, Tekstil ve Konfeksiyon, 17:3, 154-161.

[4] Boryo, D.E.A. (2013). The Effect of Microbes on Textile Material: A Review on the Way-Out So Far, International Journal of Engineering Science, 2, 8, 9-13.

[5] Yang, T.T., Guan, J.P., Tang, R.C., Chen, G.(2018) Condensed tannin from Dioscorea cirrhosa tuber as an eco-friendly and durable flame retardant for silk textile, Industrial Crops & Products, 115 , 6–25.

[6] Morgan, A. (2016). Isola Group: Fire Retardancy What , Why and How, White Paper,1–5. Erişim:1 Haziran, 2019, <https://www.isola->

[group.com/wp-content/uploads/Fire-Retardancy-What-Why-and-How.pdf](https://www.isola-group.com/wp-content/uploads/Fire-Retardancy-What-Why-and-How.pdf)

[7] Alongi, J., Carletto, R.A., Bosco, F., Carosio, F., Di Blasio, A., Cuttica, F., Antonucci, V., Giordano, M., Malucelli, G.(2014). Caseins and hydrophobins as novel green flame retardants for cotton fabrics, Polymer Degradation and Stability, 99, 111-117.

CHAPTER 4

İLERİ TEKNOLOJİLER | ADVANCED TECHNOLOGIES

Out-of-plane auxetic nonwoven as a designer material*

Amit Rawal^a, Sumit Sharma^a, Danvendra Singh^a, Nitesh Kumar Jangir^b, Harshvardhan Saraswat^b, Dániel Sebők^c, Akos Kukovecz^c, Dietmar Hietel^d, Martin Dauner^e, Levent Onal^f

^a*Department of Textile and Fibre Engineering, Indian Institute of Technology Delhi, New Delhi, India*

^b*MLV Textile & Engineering College, Bhilwara, India*

^c*University of Szeged, Interdisciplinary Excellence Center, Department of Applied and Environmental Chemistry, Szeged, Hungary*

^d*Fraunhofer Institute for Industrial Mathematics (ITWM), Kaiserslautern, Germany*

^e*Deutsche Institute für Textil- und Faserforschung (DITF), Denkendorf, Germany*

^f*Namık Kemal University, Tekirdag, Turkey*

Abstract

Auxetic metamaterials exhibit a negative Poisson's ratio, and accordingly, these materials tend to expand in one of the transverse directions in response to stretching. Although the majority of the investigated metamaterials consist of periodic and well-ordered structures, non-periodic materials such as nonwovens have been rarely investigated. To address this challenge, we propose a non-periodic metamaterial in the form of an out-of-plane auxetic nonwoven that possesses a 3D interconnected highly porous structure with remarkable mechanical properties corresponding to conventional nonwoven material. Further, the merits of out-of-plane auxetic behavior have been manifested in terms of enhancement in porosity and thru-plane permeability characteristics. A design strategy of utilizing larger fiber diameters to enhance the porosity and permeability characteristics successfully devised the nonwoven material with an extraordinary out-of-plane auxetic effect. *In situ* tensile-X-ray microcomputed tomography (microCT) analysis has been carried out to monitor the variation in morphological characteristics.

* Reproduced from Rawal et al. (2020). Out-of-plane auxetic nonwoven as a designer meta-biomaterial. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, Vol. 112, 104069.

Improvement of Filtration Properties of PVDF Nanofibers Produced by Electro-assisted Solution Blowing

AHMETOĞLU, Ubey¹, TOPTAŞ, Ali^{1,2}, ALAM, Mohammed¹, KILIÇ, Ali¹

¹TEMAG Labs, Textile Tech. and Design Faculty, Istanbul Technical University,

²Safranbolu Vocational School, Karabuk University

ubeyahmetoglu@gmail.com

SUMMARY

PVDF nanofibers were synthesized using electric-assisted solution blowing to examine both the efficiency of the solution blowing technology to obtain nanofibers and the performance of the obtained nanofibers in terms of their piezoelectric properties. Samples were synthesized under various voltages of 0, 20, 40 kV and nanofibers within the range of 171 down to 121 nm were obtained. Along the diameter drop, enhancement of filtration performance and pressure drop was observed.

Auxetic Performance Analysis of Fabrics Woven with Braid Yarn

AKGUN, Mine¹, SÜVARI, Fatih¹, EREN, Recep¹, YURDAKUL, Tuğba²

¹ Bursa Uludag University, Faculty of Engineering, Textile Engineering Department, Bursa, Turkey,

² Bursa Uludag University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, Textile Engineering Department, Bursa, Turkey

akgunm@uludag.edu.tr

ABSTRACT

Composite textile structures are generally used in technical textiles where high performance is required. It is necessary to design high-performance, multifunctional woven fabric structures by improving the basic performance properties obtained from conventional woven structures. For this purpose, multifunctional woven fabrics should be designed by creating a composite construction using different structural components. Since auxetic structures could show many improved performance features, it would be possible to bring many functional features to the structure in one step by developing woven fabrics with auxetic features.

This study aimed to use braid yarns as a fabric structure component within the scope of fabric design studies that could show auxetic behavior. Braid yarns were used as weft yarn, and warp yarns were in the conventional yarn structure. As a result of the experimental study, it was observed that fabrics with plain weave structure woven using braid weft yarn exhibit an auxetic behavior by giving Negative Poisson's Ratio (NPR) up to a certain elongation value under warp directional tension. In addition, from the results obtained, it was observed that NPR of fabric was affected by the thickness of the braid weft yarn used and the tightness (compactness) of fabric.

SOURCES OF FUNDING

This research has been supported by The Scientific and Technological Research Council of Turkey (TUBITAK): Project No.119M358.

Atomik Katman Biriktirme (ALD) Yöntemi ile Oluşturulan Al:ZnO İnce Filmlerin Elektronik ve Fotokatalitik Özelliklerinin İncelenmesi

ÖZNAR, Asife Büşra, ÖZKAN, Sena, AKYILDIZ, Halil İbrahim
Bursa Uludağ Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Görükle Kampüsü, 16059, Nilüfer, BURSA
halilakyildiz@uludag.edu.tr

ÖZET

Atık sularda bulunan boyar maddelerin arıtılması için ekstrem koşullar gerektirmeyen ve düşük maliyetli fotokatalitik su arıtma sistemleri oldukça umut vericidir. Bir fotokatalizör malzeme ve güneş enerjisi kullanılarak sulardaki organik kirleticilerin bozunması sağlanabilmektedir. ZnO toksik olmaması, düşük maliyeti ve kararlı yapısıyla fotokataliz uygulamaları için ilgi çekicidir. Ne var ki geniş bant aralığı gibi bazı özellikleri saf ZnO bileşiğinin fotokatalitik aktivitesini sınırlandırmaktadır. Bunun yanında yüksek yüzey alanına sahip nanoparçacık formunda olması fotokataliz uygulamasının ardından partiküllerin sudan ayrılması sorununu doğurmaktadır. Bu çalışmada ZnO ince bir filmlerin yüksek yüzey alanına sahip fibriler tekstil yüzeylerine kaplanması gerçekleştirilerek hem fotokatalizör malzemenin hareketsizliğini sağlamak hem de yüzey alanının düşmemesi amaçlanmıştır. Bunun yanında ZnO ince filmlere Al katkısıyla ZnO'nin elektronik bant aralığı modifiye edilerek karakterize edilmiş ve fotokatalitik aktivitesi üzerine etkisi araştırılmıştır.

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı fotokatalitik bir malzeme olan ZnO'nin ince film olarak kumaşlarda liflerin yüzeyine kaplanarak yüksek yüzey alanlı katalizör sistemlerin tasarlanmasıdır. Bununla birlikte film malzemesinin elektronik bant yapısı Al katkılama yoluyla modifiye edilerek fotokatalitik etkinlik üzerine etkisi incelenmiştir. Filmlerin elektronik özellikleri incelenerek yine fotokatalitik etkinlik sonuçlarının izah edilmesi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Dünyamızın günden güne artan temiz su ihtiyacı karşısında atık suların arıtılması konusu üzerinde çalışılması gereken en önemli konulardan biri olmuştur. Gelişen endüstri ve artan üretimle birlikte sanayi atıklarının sulara karışmasıyla ciddi sorunlar ortaya çıkmaktadır^{4,12-15,21}.

Endüstride kullanılan boyalar da bu kirliliğe sebebiyet veren başlıca unsurlardandır^{13,17}. Bu kirliliği ortadan kaldırmak ya da en aza indirebilmek için fiziksel ve kimyasal olarak birçok yola başvurulmaktadır^{12,13}. Suların arıtılmasında kullanılan kimyasal yöntemlerden olan klorlama ve ozonlama işlemleri pahalı işlemlerdir^{6,11-13,21}. Sentetik absorban reçineler üzerinde iyon değişimi, yardımcı kimyasallarla kuagülasyon, ters osmoz membranlar gibi fiziksel arıtma yöntemleri ise yeterince etkili olmamakla birlikte sonrasında toksisiteyi bertaraf etmek için başka arıtma işlemleri gerektirerek süreci uzatmaktadır^{6,21}.

Bu yöntemler karşısında birçok avantaja sahip fotokataliz uygulaması ise sadece fotokatalizör malzeme ve güneş enerjisiyle atık sulardaki organik kirleticileri bozunduran umut verici bir yöntemdir^{7,17,18}. Fotokataliz yüksek sıcaklık veya yüksek basınç gibi ekstrem koşullara ihtiyaç duymadan ılıman atmosferik şartlarda gerçekleşebilen bir yöntemdir^{7,17,18}. Fotokataliz sistemleri reaktan ve katalizörün aynı veya farklı fazlarda olması durumuna göre homojen veya heterojen fotokataliz sistemleri olarak isimlendirilirler¹³. Su arıtımı için sıklıkla tercih edilen fotokataliz sistemleri katı fazda bulunun fotokatalizörlerin kullanıldığı heterojen fotokataliz sistemleridir. Sıvı çözeltilerde heterojen fotokataliz sistemler için yaygın olarak kullanılan fotokatalizörler TiO₂, ZnO ve SnO₂ gibi yarı iletken malzemelerdir^{7,15,18,20}. Son zamanlarda organik kirleticilerin bozundurulmasında ve güneş enerjisi dönüşümünde yarı iletken metal oksit malzemeler ilgi odağı haline gelmiştir. Özellikle ZnO düşük maliyeti, kararlılığı ve toksik olmaması nedeniyle birçok çalışmanın konusu olmaktadır^{8,9,19}. Fakat geniş bant aralığı (3.38 eV) ve foto uyarılmış elektronların ve boşlukların hızlı rekombinasyonu gibi özellikleri saf ZnO bileşiğinin fotokatalitik aktivitesini sınırlandırmaktadır^{8,9,19}. Bu sınırlandırmaları ortadan kaldırmak amacıyla ZnO morfolojisini ve elektronik bant aralığını kontrol edebilmek için çeşitli modifikasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılan ZnO yapısına metal atomlarının katkılanmasıdır. ZnO için tipik olarak kullanılan katkı maddeleri arasında grup III elementleri, bunlardan da özellikle Al³⁺ bulunur^{8,9,19}.

-
- ÖZNAR, Asife Büşra (0000-0001-8368-4409)
 - ÖZKAN, Sena (0000-0001-7507-6374)
 - AKYILDIZ, Halil İ. (0000-0002-8727-5829)

Fotokataliz uygulamasının ana unsurlarından olan fotokatalizator malzemeler katı fazda toz ve nanoparçacık gibi farklı formlarda bulunabilirler. Bu formların getirmiş olduğu belli dezavantajlar mevcuttur. Bunların en önemlisi nanopartikül veya toz halde kullanılan fotokatalizatorların kullanım esnasında bulanıklık oluşturup güneş ışığının penetrasyonunu düşürmesi ve işlem sonrasında da sudan ayrılması problemi. Bu dezavantajların ortadan kaldırması için nanoparçacık veya toz halde bulunan fotokatalizator malzemenin bir yüzey üzerinde hareketsiz hale getirilmesi arzu edilmektedir¹³. Bunun için en önemli çözümlerden biri fotokatalizator malzemeleri yüzeylere ince bir film tabakası şeklinde kaplamaktır. Fakat bununla birlikte katalizatorların yüzey alanı büyük ölçüde azalmakta olup fotokatalitik aktiviteleri düşmektedir. Fotokatalizatorların hareketsiz hale getirilmesi için yüksek yüzey alanına sahip tekstil materyalinin üzerine ince film kaplama yapılmasına dayanan hibrit malzemenin üretimi için pürüzlü yüzeylerde yüksek konformalite sağlayan bir yöntem olan atomik katman biriktirme (ALD) yöntemi tercih edilmiştir.

Atomik katman biriktirme (ALD) yöntemi 1971 yılında Suntola ve ekibi tarafından geliştirilen, öncül kimyasalların belirli bir sırayla sisteme beslendiği, kendi kendini sınırlayan büyüme mekanizmasına sahip bir kimyasal ince film biriktirme yöntemidir. Bu yöntemi diğerlerinden ayıran en önemli özelliklerinden biri pürüzlü, gözenekli ve fibriler yüzeylerde yüksek konformaliteye sahip kaplamalar gerçekleştirmesidir. Bununla birlikte farklı kimyasalların bir arada kullanılması neticesinde çeşitli kompozisyonlarda malzemelerin hazırlanması mümkündür.

Bu çalışmada ALD yöntemiyle cam kumaş üzerine belirli oranlarda Al katkılanmış ZnO ince filmlerin kaplanması gerçekleştirilmiş, filmlerin elektronik özellikleri ve fotokatalitik aktiviteleri arasındaki ilişki incelenmiştir. Yaptığımız çalışma fibriler yapıda yüksek yüzey alanına sahip, düşük maliyetli, kolay ulaşılabilir olması nedeniyle tekstil malzemelerinin substrat olarak kullanılmasının ve ALD sayesinde malzeme kompozisyonun hassas şekilde yaralanabilmesinin sorunun çözümü için önemli olduğunu vurgulamaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

İnce film üretiminde substrat olarak cam kumaş kullanılmıştır. Kaplama için prekürsör olarak dietil çinko (DEZ, $(C_2H_5)_2Zn$), trimetil alüminyum (TMA, $C_6H_{18}Al_2$) ve su (H_2O); inert gaz olarak azot (N_2) kullanılmıştır.

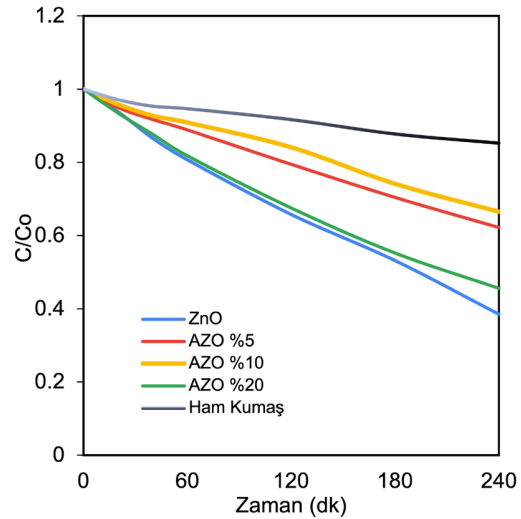
Yöntem

Prekürsörlerin belirli oranlarda 1 Torr basınç altında reaktör içerisinde $150^\circ C$ ' de substrat ile reaksiyona

girmesiyle %0, %5, %10 ve %20 Al katkı oranlarında Al katkılı ZnO filmler (AZO) elde edilmiştir. Kaplama işlemi laboratuvarımızda bulunan özel tasarım ve özel yapım viskoz laminar akış tüp şeklinde bir ALD reaktöründe gerçekleştirilmiştir. Ardından film malzemelerin dirençleri 4-probe yöntemi ve yüklü parçacıkların mobiliteleri Hall Effect yöntemi ile ölçülmüştür. Filmlerin fotokatalitik etkinlikleri model kirletici olarak metilen mavisi çözeltisinde zamanın fonksiyonu olarak konsantrasyon değişimi ölçülerek belirlenmiştir.

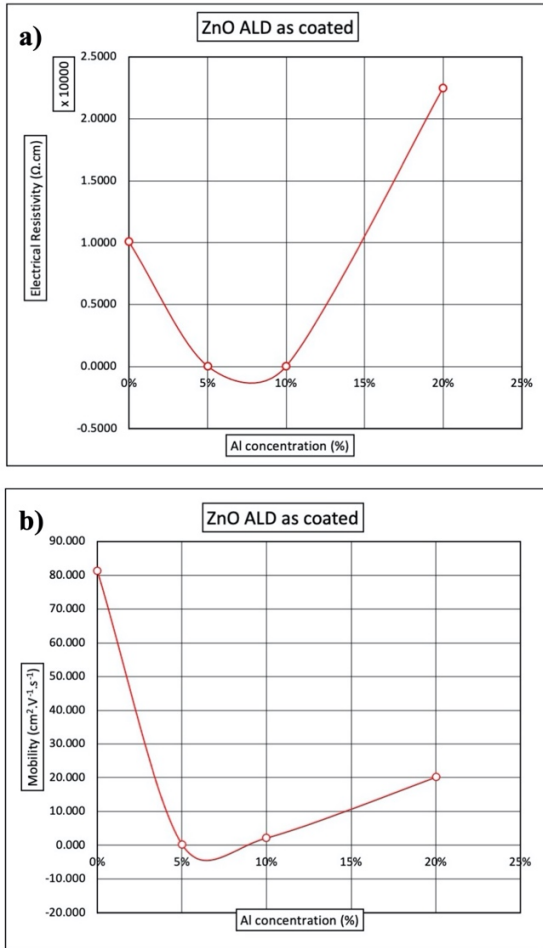
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Farklı katkı oranlarına sahip ince film kaplanmış kumaşların fotokatalitik aktiviteleri 4 saat boyunca solar simülatör altında metilen blue (MB) çözeltisi kullanılarak incelenmiştir. Aynı düzende kaplanmamış ve sadece ZnO kaplanmış kumaşların da fotokatalitik aktiviteleri incelenerek sonuçlar Şekil 1'de gösterilmektedir. Şekildeki grafik zamana bağlı olarak bozulan MB konsantrasyonunu ifade etmektedir. Solar simülatör altında gerçekleştirilen fotokatalitik aktivite analizi sonucunda Al katkı oranına bağlı olarak lineer bir bağıntı gözlemlenmemiştir. Fakat katkı oranı fark etmeksizin kaplanmamış kumaştan daha yüksek fotokatalitik aktivite gösterdikleri grafikte görülmektedir. Al katkısının ZnO yapı ve morfolojisi üzerindeki etkisi filmlerin fotokatalitik aktivitelerini de etkilemektedir. Filmlerin katkı oranları ve fotokatalitik aktiviteleri arasında lineer bir bağıntı olmaması kritik bir Al konsantrasyonu olduğunu göstermektedir.



Üretilen numunelere yapılan bir diğer analiz ise Hall Etkisi ölçümüdür. Bu analizle filmlerin resistivitesi ve malzemelerin yapısındaki elektron ve boşluklarla ilişkili olan mobilite değerleri incelenmiştir. Sonuçlar

Şekil 2'deki grafiklerde verilmiştir. Elde edilen minimum resistivite değeri %10 AZO as deposited numuneye ait olup değeri $5.8 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ 'dir. Numunelere ait resistivite ve mobilite değerleri literatürde bu konuyla ilgili yapılan çalışmalara kıyasla film kalınlığımız çok daha ince olmasına rağmen paralel sonuçlar göstermektedir^{1,2,10}. Al katkısıyla ZnO yapısındaki elektronlar ve boşluklara etki ederek elektronik bant aralığı modifiye edilmeye çalışılmıştır. Fotokatalitik aktivite analizi sonuçlarına paralel olarak burada da resistivite/mobilite ve katkı oranı arasında lineer bir bağlantı gözlemlenmemiştir. Resistivite değerinde %10 Al konsantrasyonuna kadar kademeli olarak bir azalma söz konusuken %10 ve %20 değerleri arasında hızlı bir artış gözlemlenmektedir.



Şekil 2. %0, %5, %10 ve %20 Al katkılı ZnO filmlerin a) resistivite b) mobilite değerleri

GENEL SONUÇLAR

%0, %5, %10 ve %20 Al katkı konsantrasyonlarına sahip ZnO ince filmlerin fotokatalitik aktiviteleri, resistiviteleri ve mobiliteleri incelenmiştir. Sonuçlar

Şekil 1 ve Şekil 2'de gösterilmektedir. Bu sonuçlardan yola çıkarak filmlerin fotokatalitik aktivite ve elektronik özelliklerinin %10 Al konsantrasyonuna kadar Al konsantrasyonu arttıkça resistivitenin azaldığı ve fotokatalitik aktivitenin de azaldığı gözlemlenmektedir. Fakat %10 ve %20 Al konsantrasyonu arasında resistivitenin ve fotokatalitik aktivitenin hızla arttığı mobilitenin ise azaldığı gözlemlenmiştir. Burada Al konsantrasyonuyla ZnO filmlerin değişen yapısının, elektronik özelliklerinin ve yüzey morfolojisinin ZnO filmin fotokatalitik aktivitesinde de değişime sebep olduğu açıkça ortadadır. Her iki analizde de lineer bir bağlantı olmaması ve %10-20 konsantrasyonları arasındaki özelliklerin değişimi bize kritik bir Al konsantrasyonu olduğunu düşündürmektedir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Sonraki yapılan çalışmalar için kritik Al konsantrasyonunu tespit etmeye yönelik daha dar bir aralıkta Al katkısı yapılacak şekilde deneyler tasarlanabilir. Fotokatalitik aktivite ve elektronik özelliklerin arasındaki bağlantıyı daha net ifade edebilmek için filmlerin diğer yüzey özellikleri incelenebilir.

TEŞEKKÜR/BILGILENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından desteklenen 118M617 ve 218M275 numaralı projeler ve ayrıca Bursa Uludağ Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenen OUAP(MH)-2018/7 ve TDAP(MH)-2019/2 numaralı projeler sayesinde gerçekleştirilmiştir.

KAYNAKLAR

- Ahn, C. H., Lee, S. Y., & Cho, H. K. 2013. "Influence of growth temperature on the electrical and structural characteristics of conductive Al-doped ZnO thin films grown by atomic layer deposition", *Thin Solid Films*, 545, 106-110.
- Banerjee, P., Lee, W. J., Bae, K. R., Lee, S. B., & Rubloff, G. W. 2010. "Structural, electrical, and optical properties of atomic layer deposition Al-doped ZnO films", *Journal of Applied Physics*, 108(4), 043504.
- Borges, M. E., Sierra, M., Cuevas, E., García, R. D., & Esparza, P. 2016. "Photocatalysis with solar energy: Sunlight-responsive photocatalyst based on TiO₂ loaded on a natural material for wastewater treatment", *Solar Energy*, 135, 527-535.
- Chong, M. N., Jin, B., Chow, C. W., & Saint, C. 2010. "Recent developments in photocatalytic

- water treatment technology: a review”, *Water research*, *44*(10), 2997-3027.
5. Chouchene, B., Chaabane, T. B., Mozet, K., Girot, E., Corbel, S., Balan, L., ... & Schneider, R. 2017. “Porous Al-doped ZnO rods with selective adsorption properties”, *Applied Surface Science*, *409*, 102-110.
 6. Coleman, H. M., Eggins, B. R., Byrne, J. A., Palmer, F. L., & King, E. 2000. “Photocatalytic degradation of 17- β -oestradiol on immobilised TiO₂”, *Applied Catalysis B: Environmental*, *24*(1), L1-L5.
 7. Dal Santo, V., & Naldoni, A. 2018. “Titanium dioxide photocatalysis”, *Catalysts* *8*, 591.
 8. Deng, Q., Duan, X., Ng, D. H., Tang, H., Yang, Y., Kong, M., ... & Wang, G. 2012. “Ag nanoparticle decorated nanoporous ZnO microrods and their enhanced photocatalytic activities”, *ACS applied materials & interfaces*, *4*(11), 6030-6037.
 9. Duan L.B., Zhao X.R., Zheng Z.J., ET AL. 2015. “Structural, optical and photocatalytic properties of (Mg, Al)-codoped ZnO powders prepared by sol-gel method”, *J. Phys. Chem. Solids*, *76*, pp. 88–93.
 10. Geng, Y., Xie, Z. Y., Xu, S. S., Sun, Q. Q., Ding, S. J., Lu, H. L., & Zhang, D. W. 2012. “Effects of rapid thermal annealing on structural, luminescent, and electrical properties of Al-Doped ZnO films grown by atomic layer deposition”, *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, *1*(3), N45.
 11. Gogate, P. R., & Pandit, A. B. 2004. “A review of imperative technologies for wastewater treatment I: oxidation technologies at ambient conditions”. *Advances in Environmental Research*, *8*(3-4), 501-551.
 12. Gupta, V. K., Ali, I., Saleh, T. A., Nayak, A., & Agarwal, S. 2012. “Chemical treatment technologies for waste-water recycling—an overview”, *Rsc Advances*, *2*(16), 6380-6388.
 13. Islam, S., & Akyildiz, H. I. 2021. “Immobilization of ZnO thin films onto fibrous glass substrates via atomic layer deposition and investigation of photocatalytic activity”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 1-17.
 14. Johnson, M. B., & Mehrvar, M. 2008. “Aqueous metronidazole degradation by UV/H₂O₂ process in single-and multi-lamp tubular photoreactors: kinetics and reactor design”, *Industrial & engineering chemistry research*, *47*(17), 6525-6537.
 15. Konstantinou, I. K., & Albanis, T. A. 2004. “TiO₂-assisted photocatalytic degradation of azo dyes in aqueous solution: kinetic and mechanistic investigations: a review”, *Applied Catalysis B: Environmental*, *49*(1), 1-14.
 16. Manna J., Goswami S., Shilpa N., ET AL. 2015. “Biomimetic method to assemble nanostructured Ag@ZnO on cotton fabrics: application as self-cleaning flexible materials with visible-light photocatalysis and antibacterial activities”, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, *7*, (15), pp. 8076–8082.
 17. Rajeshwar, K., Osugi, M. E., Chanmanee, W., Chenthamarakshan, C. R., Zaroni, M. V. B., Kajitvichyanukul, P., & Krishnan-Ayer, R. 2008. “Heterogeneous photocatalytic treatment of organic dyes in air and aqueous media”, *Journal of photochemistry and photobiology C: photochemistry reviews*, *9*(4), 171-192.
 18. Rehman, S., Ullah, R., Butt, A., & Gohar, N. D. 2009. “Strategies of making TiO₂ and ZnO visible light active”, *Journal of hazardous materials*, *170*(2-3), 560-569.
 19. Sun, X., & Du, H. 2019. “Effect of oxygen deficiency on vis-light photocatalytic activity in AZO”, *Micro & Nano Letters*, *14*(13), 1303-1306.
 20. Zammouri, L., Aboulaich, A., Capoen, B., Bouazaoui, M., Sarakha, M., Stitou, M., & Mahiou, R. 2019. “Synthesis of YAG: Ce/ZnO core/shell nanoparticles with enhanced UV-visible and visible light photocatalytic activity and application for the antibiotic removal from aqueous media”, *Journal of Materials Research*, *34*(8), 1318-1330.
 21. Zhang, L., & Fang, M. 2010. “Nanomaterials in pollution trace detection and environmental improvement”, *Nano Today*, *5*(2), 128-142.

Surface potential a key parameter for electrospun polymer fibers scaffolds in tissue engineering

Urszula Stachewicz

AGH University of Science and Technology, Kraków, Poland

Surface charge is one of the most important biomaterials property driving cell adhesion and tissue formation [1] and in electrospun scaffolds can be tuned by applying positive or negative voltage polarity during their production [2,3]. We study commonly applied in bone tissue engineering polycaprolactone (PCL) and piezoelectric polyvinylidene fluoride (PVDF) fibers with controlled surface potential verified in ambient and physiological conditions to investigate cell adhesion and proliferation.

Surface potential was examined using Kelvin probe force microscopy (KPFM) and via zeta potential measurement in SBF in pH 7.4. Cell proliferation and integration with fibers were verified with the scanning electron microscope (SEM) and 3D tomography based on SEM with focused ion beam (FIB-SEM). Zeta potential measurements were found in correlation with the KPFM results showing higher surface potential for fibers produced with negative voltage polarity [4]. Higher surface potential increased the initial cell adhesion and enhanced their proliferation on PCL and PVDF scaffolds. Additionally, the 3D tomography has shown extended cell filopodia overlapping the electrospun PCL and PVDF fibers, whereas on porous PCL scaffolds cells internalized into the individual pores on fibers surfaces.

Electrospinning with positive and negative voltage polarities allows controlling surface potential and produce scaffolds without any additional surface modifications. The scaffolds made of PVDF and PCL fibers with the controlled surface potential promoting bone growth for next-generation tissue scaffolds tuning the nucleation process of collagen mineralization in osteoblasts culture for bone tissue regeneration.

Acknowledgments

This study was supported by funding from the National Science Centre in Poland, OPUS 17, No. 2019/33/B/ST5/01311.

References

- [1] S. Metwally, U. Stachewicz, Surface potential and charges impact on cell responses on biomaterials interfaces for medical applications, *Mater. Sci. Eng. C*. 104 (2019) 109883.
- [2] U. Stachewicz, C.A. Stone, R. Willis, A.H. Barber, C.R. Willis, A.H. Barber, Charge assisted tailoring of chemical functionality at electrospun nanofiber surfaces, *J. Mater. Chem.* 22 (2012) 22935–22941.
- [3] S. Metwally, J.E. Karbowniczek, P.K. Szewczyk, M.M. Marzec, A. Gruszczyński, A. Bernasik, U. Stachewicz, Single-step approach to tailor surface chemistry and potential on electrospun PCL fibers for tissue engineering application, *Adv. Mater. Interfaces*. (2018) 1801211.
- [4] S. Metwally, S. Ferraris, S. Spriano, Z. J Krysiak, Ł. Kaniuk, M. M. Marzec, S. K. Kim, P. K. Szewczyk, A. Gruszczyński, M. Wytrwal-Sarna, J. E Karbowniczek, A. Bernasik, S. Kar-Narayan, U. Stachewicz, Surface potential and roughness controlled cell adhesion and collagen formation in electrospun PCL fibers for bone regeneration, *Materials & Design* 194, (2020) 108915

Thermal Characterization of Some Drug Loaded Hydroxyapatite Nanocomposites

ÇANKAYA, Nevin

Department of Chemistry, Faculty of Science, University of Usak, Uşak

nevin.cankaya@usak.edu.tr

ABSTRACT

Thermogravimetry is useful techniques, which have been applied, successfully in the material and pharmaceutical industry to reveal valuable details about the physicochemical properties of drug and excipient molecules such as stability, purity and formulation. In present work, drug loaded nanocomposites were pre-synthesized and characterized. Thermal characterization of hydroxyapatite nanocomposites loaded with noscapine and morphine as drug was investigated by the TGA/DTA/DTG simultaneous system, and also compared to each other.

PURPOSE

The objective of this study is to investigate the thermal characterization of drug-loaded hydroxyapatite nanocomposites with a simultaneous system.

INTRODUCTION

Hydroxyapatite (HAP) is a material, which consists of hard tissues like bones and teeth¹. This material has properties such as low water or body fluid solubility, and is desirable for medicinal bio ceramic applications. Additionally, different production methods of HAP particles can be used, and these methods can be used to synthesize different structures of different materials such as nanocomposites. Since synthetic calcium phosphates show good tissue compatibility, they can be used instead of bone²⁻⁴.

Alkaloids usually exhibit strong physiological and pharmacodynamics activity⁵. Noscapine is an antitumor alkaloid. Comprehensive studies have reported the potential benefit of Noscapine in the treatment of lymphoma, melanoma, prostate, lung cancers^{6, 7}. Noscapine prevents cancer tumor by interfering with cellular micro tubular activity, thereby halting cell growth and inducing apoptosis^{8, 9}. It has also been shown to cause significant inhibition and regression in cells or tissues without toxicity.

Morphine is a powerful pain reliever and is used to treat severe pain such as surgery, severe injury, heart attack or cancer-related pain. It is also used as an analgesic for the treatment of intense pain, as well as for other types of chronic pain where weak painkillers are no longer effective. It is used directly by acting on the central nervous system, to relieve acute and chronic pain^{10, 11}.

Thermogravimetry is an empirical, quantitative and comparative tool able to generate results rapidly and reproducibly¹². It can be used in drug quality control to enhance the final product and to determine drug quality through technological parameters. In the literature, there are studies related to characterization, polymorphism definition and purity assessment using thermal methods such as thermal gravimetric analysis (TGA), differential thermal analysis (DTA), derivative thermogravimetry (DTG), and differential scanning calorimetry (DSC)¹³⁻¹⁹. In this study, TGA, DTA, DTG thermal techniques were used for characterization of drug loaded hydroxyapatite nanocomposites. In the literature, hydroxyapatite nanocomposites loaded with many different drugs have been synthesized, and its application has been investigated.

EXPERIMENTAL

Material

Synthesis of Hydroxyapatite Nanocomposites:

Hydroxyapatite nanoparticles were prepared using the aqueous precipitation technique by reaction¹⁻⁴. In the previous studies, nanocomposites loaded with noscapine and morphine were synthesized and characterized^{1, 9-11}. To synthesize the drug-loaded Hydroxyapatite, the drug was added to $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4$ by stirring at 60°C. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ was then added dropwise to this mixture. The precipitated nanocomposites were filtered, washed with distilled water and ethanol.

Method

Thermal Measurements: Thermal analyze of the materials were obtained with a Hitachi 7000 TGA/DTA/DTG simultaneous system a heating rate of 10°C min⁻¹ in nitrogen atmosphere, from room temperature to 550°C temperatures.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Thermal Analysis of Hydroxyapatite

Nanocomposite: The decomposition temperature and the temperature at weight loss are taken as a measure of thermal stability. The thermal properties of materials were determined by TGA/DTA/DTG simultaneous system. 5%, and 10% mass loss of drug-free HAP were occurred at 70 and 210°C,

respectively, also initial decomposition temperature started after ~155°C. Thermal curves of HAP are given in Figure 1.

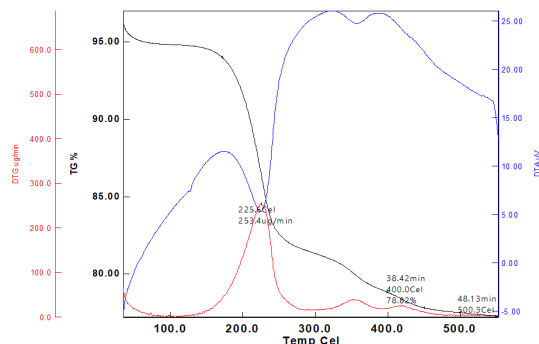


Figure 1. TGA/DTA/DTG curves of drug-free HAP

Thermal Analysis of Morphine-Loaded Hydroxyapatite Nanocomposite: The degradation of the morphine-loaded hydroxyapatite nanocomposite from the thermogram was observed at one level, also initial decomposition temperature started after ~340°C. 4%, and 5% mass loss of morphine-loaded HAP occurs at 450 and 459°C, respectively. Thermal curves of morphine-loaded hydroxyapatite nanocomposite is given in Figure 2. Some thermal data such as degradation temperatures at various temperature intervals and mass loss percentages are presented in Table 1. According to these thermal data, it is observed that the morphine-loaded hydroxyapatite composite is more thermally stable than the free hydroxyapatite.

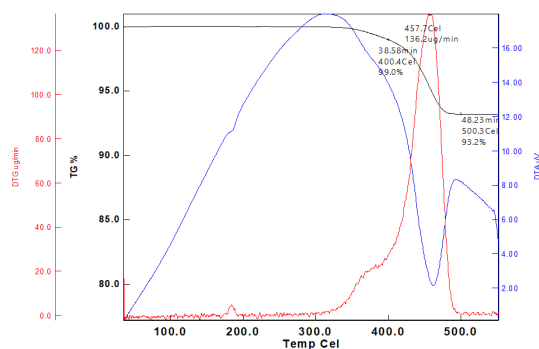


Figure 2. TGA/DTA/DTG curves of morphine-loaded HAP nanocomposite

Table 1. TGA/DTA/DTG data of HAP and morphine-loaded HAP nanocomposite

Morphine e-HAP	458	~340	468	0	1	4	93
HAP	226, 353	~155	171	19	21	22	77
Sample	Max. Decomp.Temp.	(%) Initial Decomp.Temp.	Temp. of 6% weight loss (°C)	% Weight loss (300°C)	% Weight loss (400°C)	% Weight loss (450°C)	% Residue (550 °C)

Thermal Analysis of Noscaphine-Loaded Hydroxyapatite Nanocomposite: The thermal curves of the noscaphine-loaded hydroxyapatite nanocomposite are given in Figure 3, while some thermal data are given in Table 2. Figure 4 shows hydroxyapatite, the drug itself noscaphine, and noscaphine-loaded hydroxyapatite nanocomposite, comparatively. In addition, the degradation of the noscaphine-loaded HAP nanocomposites from the thermogram was observed at one level, noscaphine as drug was observed at three level. In addition, 50% mass loss of drug-noscaphine is occurring at 427°C.

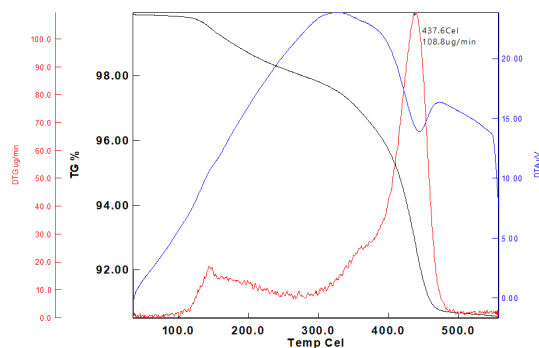


Figure 3. TGA/DTA/DTG curves of noscaphine-loaded HAP nanocomposite

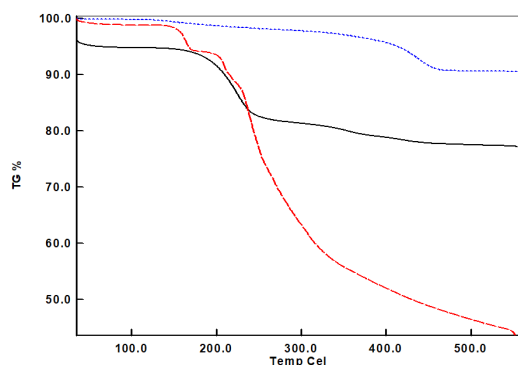


Figure 4. The TGA curves of the HAP (black), noscapine (red), noscapine-loaded HAP (blue), comparatively

Table 2. Some thermal data of the HAP, noscapine drug, and noscapine-loaded HAP nanocomposite

Sample	Noscapine	HAP	Noscapine-HAP
Max. Decomp.Temp.	164,210,241	226,353	438
(%) Initial Decomp.Temp.	~146	~155	~130
Temp. of 5% weight loss (°C)	166	70	414
Temp. of 10% weight loss (°C)	215	210	-
% Weight loss (300°C)	37	19	2
% Weight loss (400°C)	48	21	5
%Residue (550 °C)	44	77	91



CONCLUSIONS

In this study, thermal stability of hydroxyapatite nanocomposites loaded with noscapine and morphine was investigated by the TGA/DTA/DTG. Methods of thermal analysis are widely used in all pharmaceutical sciences particularly in reformulation studies. This technique is unique in how molecules, compounds, polymers and composites are characterized, and can be used in pharmaceutical compound quality assurance. Thermal techniques are useful techniques, which have been successfully applied, in the pharmaceutical industry to reveal valuable details on the

physicochemical properties of drugs and excipient molecules such as polymorphism, stability, and purity and formulation compatibility among others.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

We foresee that the developed hydroxyapatite and drug-containing composite materials will be used in the field of bioengineering by increasing their analysis.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The authors would like to thank to Uşak University Research Fund for financial support of this work (2014/ÖAP002).

LITERATURE

- [1] Bulduk İ., Gökçe, S., Ergün, Y., 2017. "Synthesis and Characterization of Noscapine Loaded Hydroxyapatite Nanoparticles", International Turkish Congress on Molecular Spectroscopy.
- [2] Ergün, Y., Başpınar, M. S. 2017. "Effect of acid passivation and H₂ sputtering pretreatments on the adhesive strength of sol-gel derived Hydroxyapatite coating on titanium surface, international journal of hydrogen energy", 42(32), 20420–20429.
- [3] Büyüksağış, A., Çifci, N., Ergün, Y., Kayalı, Y. 2011. "The Examination of Corrosion Behaviors of HAP coated Ti Implant Materials and 316L SS by Sol Gel Method, Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces", 47(5), 670–679.
- [4] Ergün, Y., Başpınar, M. S., Taktak, Ş., Evcin, A. 2009. "Titanium Yüzeyine Sol Jel Yöntemiyle Hidroksitapatit Kaplanması", Afyon Kocatepe University Journal of Science, özel sayı, 15–21.
- [5] Gürkök, T., Parmaksız, I., Boztepe, G., Kaymak, E. 2010. "Alkaloid Biosynthesis Mechanism in Opium Poppy (Papaver somniferum L)", Electronic Journal of BioTechnology, 1, 31-45.
- [6] Ke, Y., Ye, K., Grossniklaus, H. E., Archer, D. R., Joshi, H. C., Kapp, J. A. 2000. "Noscapine inhibits tumor growth with little toxicity to normal tissues or inhibition of immune responses", Cancer Immunology Immunotherapy, 49, 217-225.
- [7] Jackson, T., Chougule, M. B., Ichite, N., Patlolla, R. R., Singh, M. 2008. "Antitumor activity of noscapine in human non-small cell lung cancer xenograft model", Cancer Chemother Pharmacol, 63, 117–126.
- [8] Karna, P., Rida, P. C. G., Pannu, V., Gupta, K. K., Dalton, W. B., Joshi, H., Yang, V. W., Zhouand, J., Aneja, R. A. 2011. "Novel microtubule-modulating noscapinoid triggers apoptosis by inducing spindle multipolarity via centrosome

amplification and declustering”, *Cell Death and Differentiation*, 18, 632–644.

[9] Konuk, M. et al., “Studies on toxicity of noscapine loaded hydroxyapatite nanoparticles”, *Sigma Journal of Engineering and Natural Sciences*, in press.

[10] Kölemek, H., Bulduk, İ., Ergün, Y., Konuk, M., Korcan, S. E., Liman, R., Çoban, F. K. 2018. “Synthesis of Morphine Loaded Hydroxyapatite Nanoparticles (HAPs) and Determination of Genotoxic Effect for Using Pain Management”, *Journal of Pharmaceutical Research International*, 25(6), 1-13.

[11] H. Kölemek, “Characterization and bioactivity studies of alkaloids obtained from medical plant extracts attached to hydroxyapatite nanomolecules,” MSc Thesis, Usak University, 2018.

[12] Çankaya, N. 2019. “Grafting of Chitosan: Structural, Thermal and Antimicrobial Properties”, *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, 41(2), 240-245.

[13] Attia, A. K., Abdel-Moety, M. M., Abdel-Hamid, S. G. 2017. “Thermal analysis study of antihypertensive drug doxazosin mesilate”, *Arabian Journal of Chemistry*, 10, 334–338.

[14] Calvo, N. L., Alvarez, V. A., Lamas, M. C., Leonardi, D. 2019. “New approaches to identification and characterization of tioconazole in raw material and in pharmaceutical dosage forms”, *Journal of Pharmaceutical Analysis*, 9(1), 40-48.

[15] Zhang, J., Li, M., Fan, T., Xu, Q., Wu, Y., Chen, C., Huang, Q. 2013. “Construction of novel amphiphilic chitosan copolymer nanoparticles for chlorpyrifos delivery”, *Journal of Polymer Research*, 20, 107.

[16] Yoshida, M. I., Gomes, E. C. L., Soares, C. D. V. et al., 2010. “Thermal analysis applied to verapamil hydrochloride characterization in pharmaceutical formulations”, *Molecules* 15, 2439-2452.

[17] Yoshida M., Oliveira, M., Gomes, E. et al., 2011. “Thermal characterization of lovastatin in pharmaceutical formulations”, *J. Therm. Anal. Calorim.* 106, 657-664.

[19] Kumar, M., Bhatia, R., Rawal, R. K., 2018. “Applications of various analytical techniques in quality control of pharmaceutical excipients”, *J. Pharm. Biomed. Anal.* 157, 122-136.

Sustainability for Textile Industry

Manuela Avadanei

*Faculty of Industrial Design and Business Management,
Technical University "Gheorghe Asachi" of Iasi- Romania*

Abstract

Sustainability is not just a buzzword we hear everywhere; it is becoming a new driving force for our professional, social and personal lives, because it is a way we can try to solve the climate crisis: to preserve the natural resources we still have and to protect the environment for the health of every living being, for the present generation and for those yet to come. This concept must be implemented in all professional activities (production, services, entertainment, etc.), including education. Education in sustainability must be designed to provide trainees with the knowledge and information they need for their future careers or actions. The textile, clothing and fashion industry is an industry that produces wonderful and unique things in response to the needs of the market (customers), but their specific processes pollute the environment through a large amount of waste, consumption of chemicals, consumption of substantial amounts of water, energy, etc. Sustainable textile engineering education must take a transdisciplinary approach to environmental, social and economic issues by emphasising critical and creative approaches, long-term thinking, dealing with uncertainty and solving complex problems. In order to prepare the younger generation and employees already working in certain areas of the textile, apparel and fashion industry, the following topics need to be addressed for the development of sustainable education: Sustainability Management, Environmental Performance, Corporate Social Responsibility, Circular Economy. This paper presents educational resources for the field of textile engineering developed through an international collaboration between European universities, research institutes, private companies and VET, government agencies, with the support of the EU Commission and Erasmus+ funds on the following topics: risk/safety and resilience in the textile value chain; new organisational models for sustainable textile processes and supply chain; sustainability policy and sustainable consumption in the textile supply chain; sustainable and innovative design processes and materials; sustainable quality control and management in the textile supply chain; personalised and virtual reality assisted textile design. The training materials, elaborated in strategic collaboration of all industry stakeholders (academic communities, private companies, research institutes, VET providers, government agencies, trade unions, etc.) provide in-depth knowledge of professions and training needs in order to implement a sustainable manufacturing process in this industry, engage the textile, clothing and fashion industry workforce in lifelong learning, improve and expand quality learning opportunities tailored to their needs, contribute to the modernisation and professionalisation of SMEs in particular through the use of a high-quality ICT tool, and raise awareness of the need for a sustainable manufacturing strategy.

Microencapsulation of 1-tetradecanol into Gelatin/Gum Arabic Shell Structure by Complex Coacervation Method

Tözüm, M.Selda¹

¹Uşak University

selda.tozum@usak.edu.tr

SUMMARY

In this study, preparation of microcapsules with gelatin/arabic gum shell and 1-tetradecanol core was carried out by oil-in-water (o/w) complex coacervation method. The shell/core ratio of the microcapsules was selected as 1:1. The surface morphology and particle size distribution (PSD) of microcapsules were investigated by optical microscopy (OM) analysis. The chemical characterization and thermal properties of microcapsules was analyzed by fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy and differential scanning calorimetry (DSC) techniques. Optical microscopy investigation results showed that the microcapsules were almost in spherical shape with a mean diameter of 0.32 μm . DSC results indicated that microcapsules had latent heat energy storage capacity of 143.96 J/g, which was considerable for the thermal energy storage. Microencapsulation of 1-tetradecanol into gelatin/arabic gum shell was proven by FT-IR spectroscopy.

PURPOSE

The purpose of the study was the production of additives to be used in the both textiles and high-tech non-textile applications with heat-storage/releasing properties. For this purpose, fatty alcohol (1-tetradecanol) as phase change material was microencapsulated into gelatin/arabic gum shell.

INTRODUCTION

Phase change materials (PCMs) are substances which can store and release latent heat during phase change process.^{1,2} When the ambient temperature reaches the melting temperature of the substance, phase change materials absorb heat from the environment during the melting processes, on the contrary, they return this heat stored during the solidification process to the environment.² They are materials with a very high latent heat capacity. Latent heat is the heat that the substance stores and emits during the phase change during the melting and solidification processes.^{2,3} PCMs are classified as organic and inorganic PCMs. Inorganic PCMs are hydrate salts that contain water molecules in their structure.

Paraffins, polyethylene glycol (PEG), fatty acids and fatty alcohols are organic phase change agents.^{2,4} They have some problems such as the leakage, odour and evaporation. These problems have been overcome by macro or micro-size encapsulation.^{5,6} Microencapsulation is encapsulation process of a solid or liquid core material into wall material consisting of natural or synthetic polymer. Microcapsules are polymeric particles, being dimensions of a few microns meters, produced with technology of microencapsulation.^{1,7,8}

In the literature, studies on the use of fatty alcohols as phase change material are limited. These studies are based on the use of fatty alcohols as the solvent component of three-component thermochromic (reversible color change depending on temperature) systems.^{9,10,11,12} The most commonly used fatty alcohols are n-dodecanol, n-hexadecanol, n-octadecanol and n-tetradecanol. The advantages of fatty alcohols are that they are much cheaper (approximately 4 times) and can be microencapsulated with higher heat storage capacity than the most preferred paraffin in studies on microencapsulation of PCMs. Yu et al.¹³ prepared melamine-formaldehyde walled microcapsules containing n-dodecanol by in situ polymerization method. Song et al.¹⁴ encapsulated 1-tetradecanol into the poly(methyl methacrylate) (PMMA) shell via emulsion polymerization method. Chen et al.¹⁵ carried out microencapsulation of n-dodecanol into styrene-butyl acrylate copolymer wall by miniemulsion polymerization method using interfacial redox initiation. Özkayalar and Alay Aksoy¹⁶ encapsulated n-dodecanol and 1-tetradecanol fatty alcohols into the poly(methyl methacrylate-co-methacrylic acid) shell using emulsion polymerization method. In addition, there are studies in which thermochromic systems consisting of crystal violet lactone (CVL) and fluorescent dye, Bisphenol-A (BPA) developer and 1-hexadecanol solvent are microencapsulated into the gelatin/gum arabic wall structure by complex coacervation method.^{17,18}

In this study, microencapsulation of the 1-tetradecanol, which had a melting temperature

-
- Tözüm, M. Selda (ORCID 0000-0003-2887-5637)

compatible with body temperature into the gelatin/arabic gum natural polymer shell structure was aimed by using complex coacervation method. Morphology of the produced microcapsules was analyzed by optical microscopy and chemical structure of them was analyzed by FT-IR spectroscopy. Besides, the particle size and distributions of microcapsules were determined by measurements taken on an optical microscope image. The phase change temperatures and enthalpies of the microcapsules were determined by DSC analysis.

EXPERIMENTAL

Material

Gelatin Type A as polycation polymer and gum arabic as polyanion polymer were purchased from Sigma Aldrich and used as shell material for microencapsulation by complex coacervation. 1-tetradecanol (Alfa Aesar) was used as phase change core material. Glutaraldehyde (2.5 %, Sigma Aldrich) as cross-linker and sodium dodecyl sulfate (SDS, Alfa Aesar) as a surfactant were used. All pH adjustments were done with acetic acid (100 %, Sigma Aldrich) or sodium bicarbonate (Na_2CO_3) ($M=105.99$ g/mol, Sigma Aldrich).

Method

In this study, microcapsules containing 1-tetradecanol was prepared by complex coacervation method which complex structure forms between two oppositely charged polymers. In the process, the shell:core material mass ratio was 1:1. Firstly, gelatin and gum arabic polymer solutions in an equal concentration (2.5 %, w/v) were prepared by dissolving separately in distilled water. 5 g of 1-tetradecanol was added to 100 mL of gelatin solution at 50 °C and emulsified by adding 0.15 g of SDS as a surfactant. The mixture was stirred at 500 rpm for 30 minutes to form a stable oil-in-water emulsion. Then, 100 mL of gum arabic solution was added to the prepared emulsion and the pH of emulsion was adjusted to 4. In this step, coacervation between oppositely charge gelatin and gum arabic was started and maintained for 1 hour. After that, a 10 % (m/m) aqueous solution of sodium bicarbonate was added to reaction medium drop by drop and pH was adjusted to 9. And then, the temperature of the reaction medium was reduced to 5 °C and a 0.8 g of glutaraldehyde solution was added for hardening of microcapsules. Finally, the microcapsules were washed several times with distilled water and dried at room temperature.¹⁹

Phase transition temperatures and enthalpies, morphology, and PSD of the microcapsules were analyzed using DSC and OM instrument, respectively.

To prove the encapsulation of 1-tetradecanol in the shell, FT-IR spectroscopy analysis was performed.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The OM image and PSD diagram of the produced microcapsules were given in Figure 1. Particle size of microcapsules was determined upon measuring more than 100 particles in OM images. SPSS 18.0 Statistics Software was used for plotting PSD histograms of the microcapsules. As seen from the Figure 1 (a), microcapsules had almost spherical shape. According to Figure 1 (b), the particle size of microcapsules varied from 0.07 μm to 0.96 μm , exhibiting narrow distribution and the mean particle size of the microcapsules is 0.32 μm .

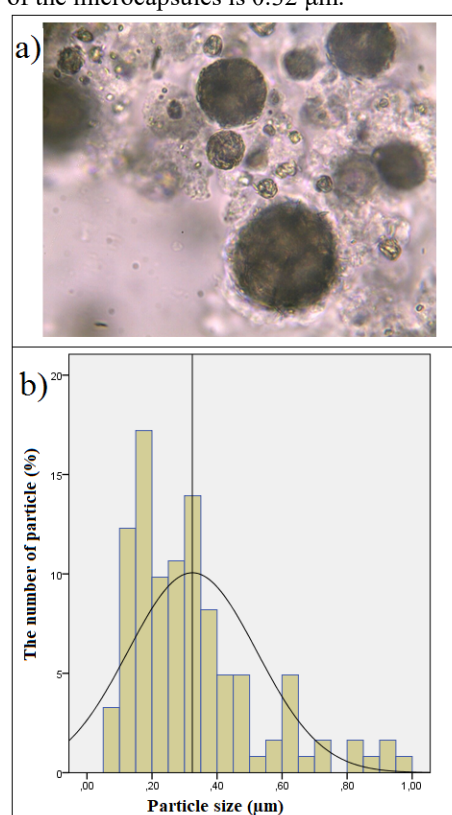


Figure 1. a) OM image and b) PSD of the microcapsules

The latent heat characteristics of the 1-tetradecanol and microcapsules were determined by DSC analysis. DSC thermogram of the microcapsules as an example was presented in Figure 2. 1-tetradecanol melted at 36 °C and the melting enthalpy was 210.20 J/g. Liquid-solid transition and solid-solid transition temperatures of the 1-tetradecanol were measured as 33 °C with -53.27 J/g energy and 30 °C with -67.84 J/g energy, respectively. According to Figure 2, microcapsules stored 143.96 J/g of latent heat at a

melting temperature of 36.21 °C. During cooling process, it was seen that liquid-solid and solid-solid crystallization peaks combined and microcapsules released -149.29 J/g of energy at 31.34 °C. DSC results showed that microcapsules had considerably high enthalpy to be enough for textile applications.

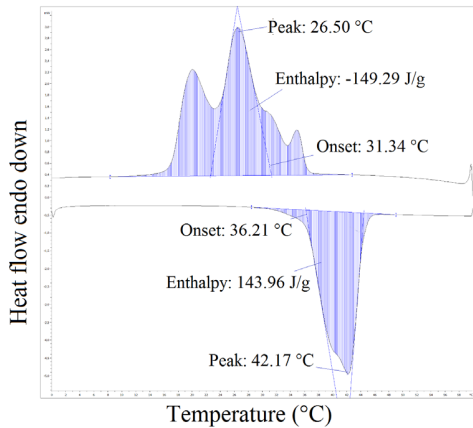


Figure 2. DSC thermogram of the microcapsules

The FT-IR spectra of gelatin, arabic gum, 1-tetradecanol and the prepared microcapsules were given in Figure 3. The large and wide peak at 3286 cm^{-1} in the spectrum of microcapsules was a combination of the -OH stretching peaks in gum arabic and N-H stress peaks in gelatin. The peak at 1645 cm^{-1} in the spectra of microcapsules was due to overlapped carbonyl peaks of gelatin and arabic gum. The peaks at 2917-2849 cm^{-1} in the spectra of the microcapsules were characteristic C-H stretching peaks of the 1-tetradecanol and they were proof the presence of the 1-tetradecanol in microcapsules.

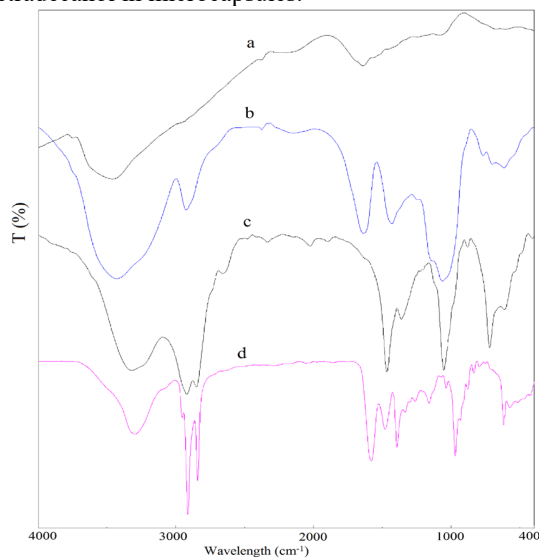


Figure 3. FT-IR spectra of gelatin (a), gum arabic (b), 1-tetradecanol (c), microcapsules (d)

CONCLUSIONS

In this study, microcapsules with gelatin/arabic gum shell and 1-tetradecanol core were successfully produced by complex coaservation method. According to optical microscopy analysis results, microcapsules morphology was spherical and particle size average was 0.32 μm . The results obtained by DSC showed that microcapsules could storage high capacity latent heat and their phase change temperatures were suitable for thermal comfort applications and energy-storage materials. Microcapsules had latent heat enthalpy of 143.96 J/g at 36.21 °C. From the FT-IR analysis, it had been proven that the characteristic peaks of gelatin and arabic gum polymers and 1-tetradecanol were also seen in the spectrum of the microcapsules and that the 1-tetradecanol was encapsulated into the polymeric structure. Consequently, microcapsules had considerably high enthalpy and nano-sizes to be enough for textile applications.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

In the continuation of this study, for production of textiles with latent heat storage/releasing properties the application of microcapsules produced to textile structures and characterization of textile structures are planned.

LITERATURE

- [1] Boan, Y. 2005. "Physical mechanism and characterization of smart thermal clothing", The Hong Kong Polytechnic University, PhD Thesis, 267p, Hong Kong.
- [2] Mondal, S. 2008. "Phase change materials for smart textiles-an overview", Applied Thermal Engineering, 28, 1536-50.
- [3] Farid, M.M., Khudhair, A.M., Razack, S.A.K., Hallaj, S. 2004. "A review on phase change energy storage: materials and applications", Energy Conversion and Management, 45, 1597-1615.
- [4] Erkan, G. 2004. "Enhancing the thermal properties of textiles with phase change materials", Research Journal of Textile and Apparel, 8(2), 57-64.
- [5] Alay Aksoy, S., Alkan, C., Tözüm, M.S., Demirbağ, S., Altun Anayurt, R., Ulcay, Y. 2017. "Preparation and textile application of poly(methyl methacrylate-co-methacrylic acid)/n-octadecane and n-eicosane microcapsules", The Journal of The Textile Institute, 108(1), 30-41.
- [6] Altun-Anayurt, R., Alkan, C., Alay Aksoy, S., Demirbağ, S., Tözüm, M.S. 2017. "Influence of hydrophilic comonomer on thermal properties of polymethylmethacrylate/n-alkanes microcapsules", Tekstil & Konfeksiyon, 27(2), 163-172.

[7] Ghosh, S.K. 2006. "Functional coatings by polymer microencapsulation", Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 357p. Germany.

[8] Alay, S. 2010. "Isıl enerji depolama özellikli mikrokapsüller içeren akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesi", Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 202s, Isparta.

[9] Li, F., Zhao, Y., Wang, S., Han, D., Jiang, L., Song, Y. 2008. "Thermochromic core-shell nanofibers fabricated by melt coaxial electrospinning", *Journal of Applied Polymer Science*, 112, 269-274.

[10] Malherbe, I., Sanderson, R.D., Smit, E. 2010. "Reversibly thermochromic micro-fibers by coaxial electrospinning", *Polymer*, 51, 5037-5043.

[11] Raditoiu, A., Raditoiu, V., Nicolae, C.A., Raduly, M.F., Amariutei, V., Wagner, L.E. 2016. "Optical and structural dynamical behavior of crystal violet lactone phenolphthalein binary thermochromic systems", *Dyes and Pigments*, 134, 69-76.

[12] Panák O., Držková M., Kaplanová M., Novak U., Klanjšek Gunde M., 2016. The Relation Between Colour and Structural Changes in Thermochromic Systems Comprising Crystal Violet Lactone, Bisphenol A, and Tetradecanol. *Dyes and Pigments*, DOI: 10.1016/j.dyepig.2016.08.050

[13] Yu, F, Chen, Z.H, Zeng, X.R. 2009. "Preparation, characterization, and thermal properties of microPCMs containing n-dodecanol by using different types of styrene-maleic anhydride as emulsifier", *Colloid Polymer Science*, 287, 549-560.

[14] Song, X., Q., Cao, L.D., Xu, D.D. 2015. "Preparation and characterization of tetradecanol microcapsule phase change materials by emulsion polymerization", *Advanced Materials Research*, 1089, 137-141.

[15] Chen, C., Chen, Z., Zeng, X., Fang, X., Zhang, Z. 2012(a). "Fabrication and characterization of nanocapsules containing n-dodecanol by miniemulsion polymerization using interfacial redoxinitiation", *Colloid Polymer Science*, 290, 307-314.

[16] Özkayalar, S., Alay Aksoy, S. 2021. "Production and characterization of nanoencapsulated phase change materials (PCMs) and bicomponent pcm nanofibers", *Tekstil ve Konfeksiyon*, 31(3), 156-170, DOI: 10.32710/tekstilvekonfeksiyon.761461.

[17] Li, D. M., Shen, L.P. 2011. "Particle size study of thermochromic microcapsule", In *Advanced Materials Research*, Trans Tech Publications Ltd, 332, 1443-1446.

[18] Wu, B., Shi, L., Zhang, Q., Wang, W.J. 2017. "Microencapsulation of 1-hexadecanol as a phase change material with reversible thermochromic properties", *The Royal Society of Chemistry*, 7(67), 42129-42137.

[19] Demirbağ, S., Aksoy, S.A. 2016. "Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to

improve thermal performances and flame retardant properties of the cotton fabrics", *Fibers and Polymers*, 17(3), 408-417.

TPU/PP Harmanlarının Reolojik Özelliklerinin İncelenmesi ve TPU türevlerine göre yapısal uyumluluğun incelenmesi

KORUCUOĞLU Yeliz¹, ÇINAR Ahmet Hakan², KAŞGÖZ Alper²

¹Yalova Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilimdalı,

²Yalova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü
yildizzveliz@gmail.com

ÖZET

Bu çalışmada iki farklı tipte termoplastik poliüretan (TPU) ile polipropilen (PP) harmanları hazırlanarak reolojik özellikleri incelenmiştir. Çalışmada harmanların hazırlanması eriyik yöntemlerle çift vidalı melt-mixer ile gerçekleştirilirken reolojik özellikler rotasyonel reometre ile incelenmiştir. Viskoelastik özellikler ile yapısal uyumluluk analizleri reolojik parametrelerin değişimi ve cole-cole grafiklerinin ile değerlendirilmesi ile gerçekleştirilmiştir. Çalışma sonucunda TPU içeriğinde sert izosiyanat kısımlarının artmasının PP ile uyumlaşma ihtimalini ciddi şekilde azalttığı belirlenmiştir.

AMAÇLAR

Çalışma kapsamında farklı sertlik değerlerine sahip iki farklı TPU ile PP harmanları hazırlanarak PP'nin darbe dayanımının geliştirilmesinde yaygın bir şekilde kullanılan TPU/PP harmanlarındaki kullanılacak TPU tipinin optimize edilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Geniş bir yelpazede değişen sertlik, darbe dayanım gibi değişken mekanik özelliklere sahip elastomerik karakterli TPU'lar bu özelliklerinin yanı sıra diğer termoplastikler gibi eriyik yöntemlerle işlenebilir ve şekillendirilebilir özellikleri sayesinde birçok uygulamada yaygınca kullanılmaktadır. Yapısal olarak TPU sert izosiyanat ve görece daha yumuşak yapılı uzun zincirli poliollerin kondenzasyon polimerizasyonu sonucu elde edilen kopolimerik yapılı lineer bir polimerdir. Birçok kopolimer gibi yapısındaki monomer oranlarının değişimine bağlı olarak da fiziksel özellikleri geniş bir aralıkta değişim gösterebilmektedir. Bu malzemelerin temel dezavantajı ise diğer termoplastiklere kıyasla oldukça pahalı olmaları ve görece daha düşük elastik modül değerleri sayılabilir. Ayrıca termal hassasiyetleri de PP ya da PE gibi polimerlere göre daha yüksek olup erime sıcaklıklarında çok daha kısa sürelerde termal degradasyona uğrayabilmektedir. Bahsedilen dezavantajların giderilmesi amacıyla TPU'nun literatürde birçok farklı polimerle harmanlarının hazırlandığı çalışma bulunmaktadır.

TPU harmanlarının hazırlanmasında sıklıkla tercih edilen polimerlerden biri de PP'dir. Temel olarak yüksek kristalinite sebebiyle düşük darbe dayanımı özelliğinin geliştirilmesi amacıyla TPU ile harman yapılması tercih edilen PP polimer endüstrisindeki en çok kullanılan polimerdir.

Bu harmanların hazırlanmasında harmanı oluşturan bileşimlerin kendi özelliklerinin dışında hedef özelliklerin sağlanabilmesinde en önemli parametrelerden biri de bu bileşenler arasındaki yapısal uyumluluktur. TPU gibi polar içerik barındıran polimerle PP gibi yapısal olarak apolar bir polimerin uyumsuz olması beklenen harmanlarının görece daha uyumlu hale getirilmesi için ise kopolimerik yapıda çeşitli uyumlaştırıcılar kullanılmaktadır. Farklı uyumlaştırıcıların denendiği bir çalışmada Qi-Wei Lu ve arkadaşları 3 farklı PP türü ile tek tip TPU çeşitli oranlarda harmanlanarak uyumlulukları incelenmiştir. Kullanılan fonksiyonelleştirilmiş polipropilen hammaddeler, PP-g-NHR, PPg-NH₂, PP-g-MA'dır. Fonksiyonelleştirilmiş PP'lerin TPU ile uyumluluğu, reolojik, termal, mekanik, morfolojik ölçümlerle incelenmiştir. Çalışma sonucunda uyumluluğun sağlanmasında etkinlik sırası PP-g-NHR > PPg-NH₂ > PP-g-MA şeklinde gözlemlenmiştir.⁴

Harmanı oluşturan bileşenler arasındaki yapısal uyumluluğu etkileyen parametrelerden biri de TPU yapısında bulunan monomer oranlarıdır ve farklı uygulamalarda farklı özelliklerde TPU'lar kullanılmaktadır. Bunların PP ile yapısal olarak uyumluluklarının incelenmesi ve kopolimer bileşimindeki değişimlerin yapısal uyumluluğa etkileri bu çalışma kapsamında araştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmada RAVAGO firması tarafından üretilen A60 ve D74 sertliklerine sahip iki farklı TPU kullanılırken PP olarak PETKİM firmasının EH241 kodlu ürünü kullanılmıştır.

Yöntem

Harmanlar çift vidalı melt-mixer olarak adlandırılan deneysel ölçekte termoplastik malzemelerin

hazırlanması için geliştirilen KÖKBİR RTX-M40 marka eriyik harmanlama cihazında 220 °C’de hazırlanmıştır.

Harmanların reolojik özellikleri paralel plaka geometrisine sahip TA firmasının DHR1 model rotasyonel reometresi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Testler lineer viskoelastik aralıkta 100-0.1 rad/s frekans aralığında gerçekleştirilmiş olup test sıcaklıkları kullanılan malzemelere göre değişiklik göstermiştir. Bu yüzden sonuçlar verilirken test sıcaklıkları da belirtilmiştir. Hazırlanan örneklerin notasyonları ve içerikleri Tablo-1’de verilmiştir.

Tablo 1. Örnek notasyonları ve içerikleri

Örnek Kodu	PP (%)	TPU-A60 (%)	TPU-D74 (%)	PP-g-MA (phr)
PP(100)	100	0	-	-
PP(70)-A60(30)	70	30	-	-
PP(60)-A60(40)	60	40	-	-
PP(50)-A60(50)	50	50	-	-
PP(40)-A60(60)	40	60	-	-
PP(30)-A60(70)	30	70	-	-
PP(0)-A60(100)	0	100	-	-
PP(70) - D74(30)	70	-	0	-
PP(60) - D74(40)	60	-	60	-
PP(50) - D74(50)	50	-	50	-
PP(40) - D74(60)	40	-	40	-
PP(30) - D74 (70)	30	-	30	-
PP(0) - D74(100)	0	-	0	-

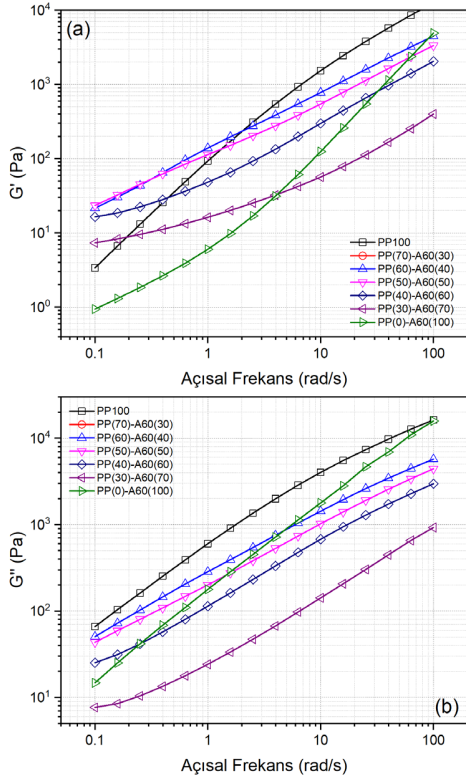
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1’de TPUA60-PP harmanlarının G' ve G'' değerlerinin açısal frekansa (ω) bağlı olarak değişimleri verilmiştir. Şekilde görüldüğü üzere her iki modül değerinin de azalan frekansla azaldığı görülmektedir. Bu davranış tüm polimer malzemelerde beklenen bir davranış olmakla beraber yüksek frekanslardaki deformasyonla tekrar düzenlenmeye zaman tanımayacak hızlı deformasyon karşısında viskoelastik malzemelerin katı benzeri bir şekilde yüksek deformasyon direnci göstermesi ile açıklanmaktadır. Frekansın azalması ile ise terminal bölge olarak kabul edilen düşük frekans bölgesinde PP ya da PE gibi yapısal olarak izotropik ve tam bir viskoz akış gösteren polimerlerde $G' \sim \omega^{-1}$, $G'' \sim \omega^{-2}$ ilişkisinin olması beklenirken TPU gibi yapısında rijit kısımlar barındıran polimerlerde frekanstan bağımsız sabit modül değerine yaklaşma gibi bir davranış görülebilmektedir. Bu beklenen davranışlar eşliğinde Şekil 2 değerlendirildiğinde PP’nin beklendiği gibi davranış gösterdiği görülürken yapıdaki TPU miktarının artmasıyla düşük frekans bölgesindeki modül değerlerinin artarak eğimin aynı zamanda da TPU’nun düşük modül değerine bağlı olarak modül değerlerinin azaldığı görülmektedir. Davranışın değişim gösterdiği bileşim incelendiğinde ise %50 TPU(A60)/PP bileşiminde davranışın değiştiği değerlendirilmiş buradan hareketle temel fazın bu bileşimde değişiklik

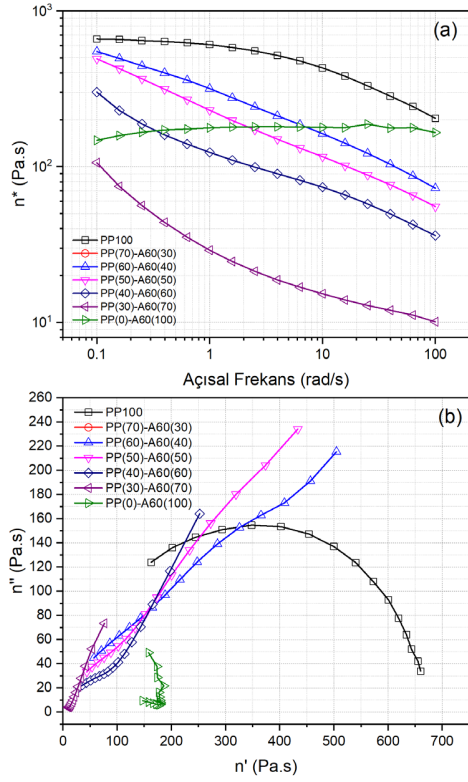
gösterdiği ya da bu bileşimde eş-sürekliliğin oluşmuş olabileceği değerlendirilmiştir.

Hazırlanan harmanların viskozitelerini temsil eden kompleks viskozite (η^*) değerleri Şekil 2(a)’da incelendiğinde ise saf TPU’nun newtonian bir karakter göstererek tüm frekans aralığında sabit bir viskozite değeri gösterirken harman malzemelerin kesme incelmeleri karakterine benzer şekilde artan açısal frekansla azaltan viskozite değerine sahip olduğu dikkat çekmektedir. Düşük oranda TPU katılması durumunda dahi akış rejiminin değişmesi TPU’nun harman özellikleri üzerindeki etkisini de ayrıca göstermektedir. Son olarak Şekil 2(b)’de cole-cole grafikleri verilmiştir. Cole-cole grafikleri genellikle viskoelastik malzemelerin relaksasyon karakteristiklerinden yola çıkarak yapıyla uyumlu ya da uyumsuz bir hareketin ayırt edilmesi amacıyla kullanılmaktadır. Yapısal olarak uyumlu hareket eden malzemeler yarım daire şeklinde bir grafik oluştururken yapının uyumsuzlaşması ile öncelikle tam kapanamayan daireler oluşmakta ya da ikinci bir daire oluşumu gözlemlenirken tamamıyla uyumsuz yapılarda daireden çok uzak doğrusal çizgiler oluşmaktadır. Bu anlamda değerlendirildiğinde %30 oranında TPU içeren TPU(A60)/PP içeren örneklerin görece uyumlu olduğu kabul edilse de harmanların genelini uyumlu olmaktan uzak olduğu değerlendirilmiştir. Ayrıca PP zengin fazdaki uyumluluğun daha etkili olduğu da değerlendirilmiştir.

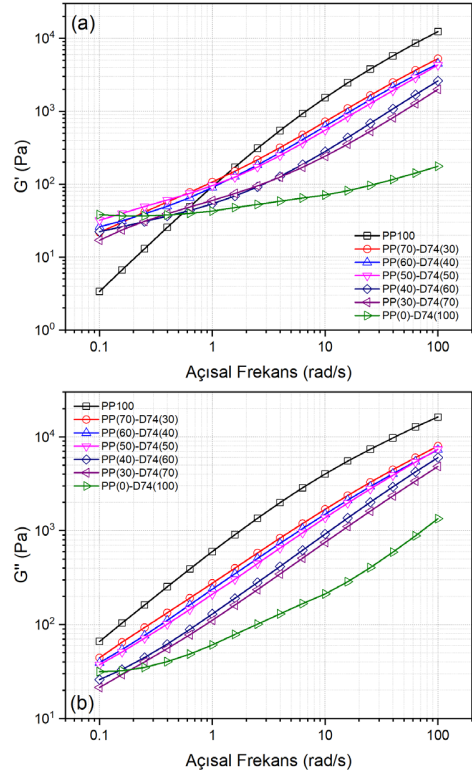
Şekil 3’de TPU(D74)/PP harmanlarının shear modül değerlerinin açısal frekansa bağlı olarak değişimi verilmiştir. Burada da daha öncekine benzer ve beklenen bir davranış görülmekle birlikte özellikle yüksek frekans bölgesindeki farklanma da dikkat çekmektedir. Bu farklanma temel olarak TPU(D74)’ün yüksek rijit içeriği ile ilişkilendirilmiş olup bu özelliğine bağlı olarak tüm frekans aralığındaki modül değişimi çok düşük kalmıştır. Frekans değerinden bağımsız modül değerinin katı elastik malzeme davranışı olması sebebiyle TPU(D74) polimerinde temel davranışın sert izosiyant kısımlar tarafından belirlendiği değerlendirilmiştir. Şekil 4(a)’da viskozite değerleri incelendiğinde ise harmanların bileşim değişimine bağlı olarak lineer olarak kabul edilebilecek şekilde viskozite değerlerinin değiştiği görülmüştür. Son olarak Şekil 4(b)’de cole-cole grafikleri ise tüm bileşimlerin tam bir uyumsuzluk içerdiğini ayrıca harmanların saf TPU(D74)’ün sahip olduğu etkili uyumsuzluğa bağlı olarak bağlı olarak TPU(A60) ile hazırlananlara kıyasla çok daha yapısal uyumsuzluk barındırdığı değerlendirilmiştir.



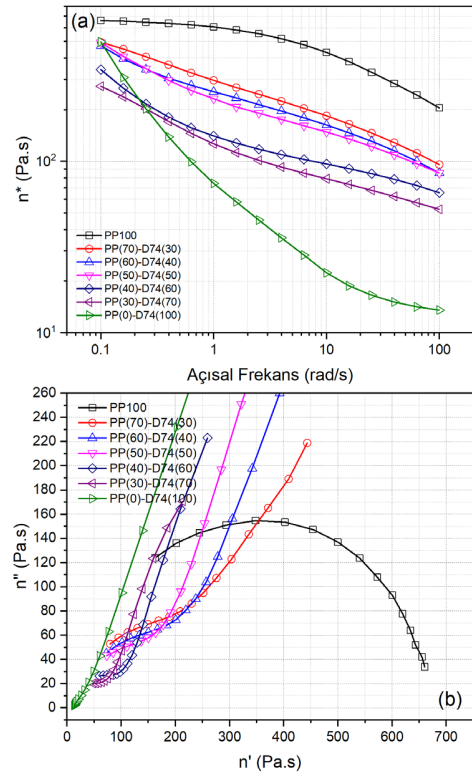
Şekil 1. TPUA60-PP harmanlarının G' , G'' - ω grafikleri



Şekil 2. TPUA60-PP harmanlarının cole-cole grafikleri



Şekil 3. TPUD74-PP harmanlarının G' , G'' - ω grafikleri



Şekil 4. TPUD74-PP harmanlarının cole-cole grafikleri

- KORUCUOĞLU, Yeliz (0000-0003-4018-8928)

KAYNAKLAR

- ¹ D. J. Martin, A.F. Osman, Y. Andriani And G. A. Edwards, 2012, Thermoplastic Polyurethane (Tpu)-Based Polymer Nanocomposites, University Of Queensland, Australia, Woodhead Publishing Limited, 11, 321-350
- ² Münstedt Helmut, 2016, Rheological And Morphological Properties Of Dispersed Polymeric Materials_ Filled Polymers And Polymer Blends, HANSER
- ³ Prof. Dr. TAŞDEMİR MÜNİR, 2016, Polimer Karışımları Ve Uygulamaları, Seçkin Yayınevi
- ⁴ Qi-Wei Lu, Christopher W. Macosko* Department Of Chemical Engineering And Materials Science, University Of Minnesota, Minneapolis, MN, 2003 Comparing The Compatibility Of Various Functionalized Polypropylenes With Thermoplastic Polyurethane (TPU), Elsevier, 1981-1991

MXenes: Ultimate Electromagnetic Signature Management Materials

MUTLAY İbrahim¹, ULCA Y Yusuf²

¹Cosmo Polimer ve Kompozit Ltd., ²Uludağ Üniversitesi

mutlay@kompozit.com

ABSTRACT

The discovery of graphene as a true 2D material along with unique, even miraculous physical and chemical properties inspired researchers to find similar structures comprising other elements. Boron and its nitride were natural choices followed by metal dichalcogenides. Recently, carbides and nitrides of transition metals known as MXenes have achieved prominence thanks to their near-perfect performance features in specific applications especially interactions with electromagnetic waves. Spectral signatures of materials in the bands of radio, microwave, and infrared have massive implications in wide-ranging applications from defense, electronics to passive heat barriers. The objective of this study is to review the electromagnetic properties of MXenes and their extraordinary potential in important applications.

INTRODUCTION

MXenes (pronounced “maxenes”) are a new class of two-dimensional, atoms-thick metal carbides/nitrides nanosheets. They are $n + 1$ ($n = 1-3$) layers of transition metals from the Periodic Table Group 3-7 (elements denoted M, colored blue in Figure 1) are interleaved with n layers of carbon or nitrogen (elements denoted X, colored gray in Figure 1), with a general formula of $M_{n+1}X_nT_x$. The T_x here represents the surface and edge termination elements colored orange in Figure 1^{1,2}.

Legend:
M In synthesized MXenes
X C, N
T Surface terminations
M only in theoretical MXenes

Figure 1. The composition of MXenes on Periodic table¹

MXenes has an opportunity to utilize diverse elements and atomic structures which have led to a large number of applications (Figure 2). Among them, their electromagnetic properties beat almost any other materials.

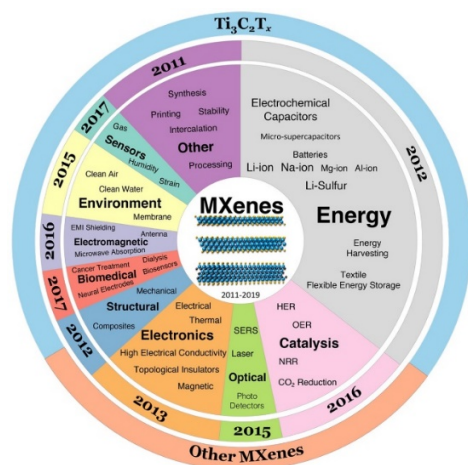
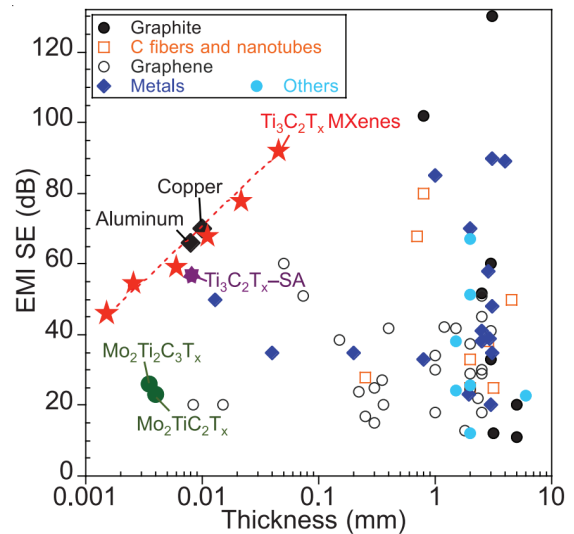


Figure 2. Properties and applications of MXenes studied scientifically¹

The materials that can interact with electromagnetic waves actively have fundamental roles in technologies affecting our daily lives. The following critical applications consist of these materials as the main active structure:

- The shielding of electromagnetic waves was a natural necessity after the invention of electronics to isolate devices against interference especially between 30 MHz and 1 GHz as regulated by agencies around the world³. Today, even very simple devices we use have some kind of built-in electromagnetic shielding material.

- In modern warfare, after the development of sensors working in nonvisible spectra like radars and infrared, conventional camouflage became only a secondary tool. The term "Signature Management" now describes all methods minimizing the contrast between an object and its background to increase the survivability of military platforms⁴. This may include stealth aircrafts with low radar cross-section or technologies enabling low visibility against thermal cameras and infrared homing. Electromagnetically active materials are used in different forms in defense systems.
- Low emissivity barriers have great commercial applications as building materials and protective shields to offer radiative heat insulation⁵. Although metal foils and coatings are widely used here⁵ and can reduce waste energy up to 50%⁶, novel materials have been proposed recently for better performance and durability⁵.



RESULTS AND DISCUSSIONS

Micrometer-thin $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXene films have shown the highest electromagnetic interference shielding effectiveness (EMI-SE) among all known synthetic materials to date^{7,8} (Figure 3). Researchers compared EMI-SE of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ films with copper and aluminum foils at the same thickness of just around 8-10 μm . Although this MXene has much smaller electrical conductivity shows nearly the same EMI-SE value. That study also measured the EMI-SE of a 45-mm-thick $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ film recording 92 dB EMI-SE that can block 99.9999994% of incident radiation with only 0.0000006% transmission⁸. After mass production and the successful integration of these materials into applications, they will revolutionize the industry. As hydrophilic nanomaterial, MXenes can be dispersed in water easily and prepared as coatings and inks. These can be used to fabricate, in addition to critical EMI-SE applications, printable antennas for 5G communication and Internet of Things, flexible optoelectronic devices with a performance better than graphene for specific cases⁹.

Controlling visual and infrared absorption/emission of materials has tremendous applications in solar-thermal energy harvesting, multispectral camouflage, thermal insulation, and anti-counterfeiting. However, this task is extremely hard and usually achieved by complex and expensive meta-materials. Li et al prepared $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXenes and coated them on a highly porous polymer membrane. The authors observed that $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXenes offered superior optical performance than a metamaterial with the same microstructure. Figure 4 shows the photograph and IR images of a person wearing a $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ "camouflage patch" at night. The IR image of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ measured 25 $^\circ\text{C}$ which was the same as the surrounding (23 $^\circ\text{C}$) and lower than the body (36.5 $^\circ\text{C}$). This proves that low-emissivity $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ could be employed as IR camouflage coatings to conceal human bodies from IR detection. Besides, the black color of $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ helps objects blend in with the dark at night.¹⁰

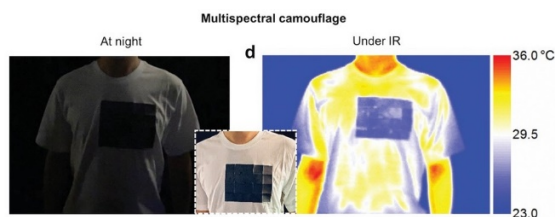


Figure 4. Infrared camouflage using $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXenes.¹⁰

CONCLUSIONS

MXenes have already proved their potential in practical applications. Their complex atomic structure offers nearly endless opportunities for different technologies. However, the biggest challenge will be the easy and scalable production of MXene nanosheets. Future studies must focus on MXene synthesis and nanocomposite formulations for the applications discussed above.

REFERENCES

- Gogotsi, Y. and Anasori, B. 2019. "The rise of MXenes", ACS Nano, 13, 8, 8491–8494.
- Naguib, M., Mochalin, V. N., Barsoum, M. W., & Gogotsi, Y. 2014. "25th anniversary article: MXenes: a new family of two-dimensional materials", Advanced materials, 26(7), 992-1005.
- Iyer, V.R. 1994. "Studies On Composite Media As Electromagnetic Interference (EMI) Shielding Materials", MSc Thesis, Florida Atlantic University.
- Andersson, K. 2018. "On the Military Utility of Spectral Design in Signature Management: a Systems Approach", PhD Thesis, The Finnish National Defence University.
- Jelle, B. P., Kalnæs, S. E., & Gao, T. 2015. "Low-emissivity materials for building applications: A state-of-the-art review and future research perspectives", Energy and Buildings, 96, 329-356.
- "Window Types and Technologies". USA DOE. <https://www.energy.gov/energysaver/window-types-and-technologies> Son Erişim Tarihi: 18 Ekim 2021.
- Han, M., Shuck, C. E., Rakhmanov, R., Parchment, D., Anasori, B., Koo, C. M., ... & Gogotsi, Y. 2020. "Beyond $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$: MXenes for electromagnetic interference shielding", ACS nano, 14(4), 5008-5016.
- Shahzad, F., Alhabeab, M., Hatter, C. B., Anasori, B., Hong, S. M., Koo, C. M., & Gogotsi, Y. 2016. "Electromagnetic interference shielding with 2D transition metal carbides (MXenes)", Science, 353(6304), 1137-1140.
- "2D Carbides and Nitrides (MXenes)". Drexel University. <https://nano.materials.drexel.edu/research/synthesis-of-nanomaterials/mxenes/> Son Erişim Tarihi: 19 Ekim 2021.
- Li, Y., Xiong, C., Huang, H., Peng, X., Mei, D., Li, M., ... & Huang, B. 2021. "2D $\text{Ti}_3\text{C}_2\text{T}_x$ MXenes: Visible Black but Infrared White Materials", Advanced Materials, 33(41), 2103054.

Süper Hidrofilik Fonksiyonel Dokuma Esaslı Sargı Bezi Üretimi

Ahmet KORKMAZ¹, Aykut ÇAM², Dilek ŞARAPNAL³

¹ÇALIK DENİM,

ahmet.korkmaz@calikdenim.com

Çalık Denim Tekstil San. Tic. A.Ş., R&D Department, Yeşilyurt-Malatya
1Çalık Denim, Çalık denim tekstil san.ve tic.a.ş Yeşilyurt-Malatya

ÖZET

Sağlık, sadece profesyonellerden değil, aynı zamanda çeşitlendirilmiş tıbbi ürün üreticilerinden de etkilenen ciddi bir iştir. Yaralı bir bölgenin iyileşmesi için geleneksel olarak sterilize edilmiş veya sterilize edilmemiş dokuma kumaşlar, yaralı bölgenin sıvılarını emmek için doğrudan veya dolaylı olarak kullanılır. Bu araştırmada sıvı emiciliği yüksek 30/1 Ne, % 100 pamuk ipliği ile sargı bezi dokunmuştur. Dokunan sargı bezinin çevre dostu biyo malzeme ile muamelesi sonu yüksek sıvı emiciliğine ek olarak anti bakteriyel özellik kazanmıştır. Kullanılan biyo enzim toksik olmamasının yanı sıra biyolojik katalizör olarak reaksiyonu hızlandırdığından dolayı çevreye veya tekstile herhangi bir zarar vermez.

1. GİRİŞ

1.1 Medikal Tekstil

Tıbbi tekstiller, Sağlık Tekstilleri olarak da bilinir. Medikal tekstil teknik tekstillerdeki en önemli büyüme alanlarından biridir. Medikal tekstiller sağlık ürünleri için tekstil malzemelerinin kullanımı, basit gazlı bez veya bandaj malzemelerinden iskeleler için doku kültürlerine, kalıcı vücut implantları için çok çeşitli protezlere kadar uzanır. Tekstil ürünleri insan hijyeni ve tıbbi uygulama alanında her yerde mevcuttur. Kullanımları, yumuşaklık ve hafiflik, esneklik, emilim, filtreleme gibi bir dizi tipik temel tekstil özelliklerine dayanmaktadır. Gelişmiş tıbbi tekstiller, yara iyileştirme ve kontrollü salım, bandajlama ve basınçlı giysiler, implante edilebilir cihazlar ve tıbbi cihazlar gibi alanlardaki büyük genişlemeleri ve yeni akıllı tekstil ürünlerinin geliştirilmesi nedeniyle önemli ölçüde gelişmekte olan alanlardır.

Günümüz toplumu, büyük nüfus büyüklüğü, her bireyin yaşam süresini uzatma ihtiyacı, ulaşım kazaları, kimyasal maddeler, yangın, soğuk, hastalıklar ve spor dâhil olmak üzere insan faaliyetinin ve uygarlığın çeşitli durumları ve tehlikeleri gibi değişimler geçiriyor. Bu tür faktörler medikal tekstillere olan talebi artırmaktadır. Bu nedenle tıbbi tekstil malzemeleri ve polimerleri konusunda dünyanın her yerinde birçok araştırma çalışması yapılmaktadır [1].

1.1.1. Sargı bezi

İlk önceleri giysi yapımında kullanılmak için ipekten üretilen gazlı bez, günümüzde daha çok pamuktan üretilmekte ve tıbbi amaçlarla kullanılmaktadır. Gazlı bezden yapılan tıbbi gereçler arasında "sargı bezleri" ve "gaz tamponları" başta gelmektedir. Kanama ve benzeri durumlarda, kanayan bölgeye basınç uygulamak ve yarayı dış etkenlerden korumak için sargı bezi kullanılmaktadır. Sargı bezinin emici özelliğe sahip olması, yumuşak olması, seyrek dokunmuş olması ve pamuktan imal edilmiş olması tercih edilmektedir. Sargı bezleri çeşitli sargı tiplerinde kullanılmaktadır. Sargı tiplerini; baş sargısı, göğüs sargısı, el sargısı, diz sargısı, kol sargısı, dirsek sargısı, ayak sargısı, kalça sargısı, kulak sargısı, göz sargısı, omuz sargısı, dirsek sargısı şeklinde sınıflandırmak mümkündür [2].

Pamuklu gazlı bez, pamuk liflerinin kendine has özelliklerini kullanan en başarılı yara sargılarından biridir. Bununla birlikte, modern yara sargıları, anti bakteriyel ve nem koruma yetenekleri gibi başka özellikler gerektirir. Son yıllarda yara pansumanları farklı yaraların patogeneze göre gelişmiştir, bu amaçla kserojeller, odun kömürü bezi, aljinatlar, kitosan ve hidrojeller dahil olmak üzere farklı yara pansuman türleri tanıtılmıştır. İdeal bir yara pansumanı, nemi muhafaza etme, mikroorganizmalara karşı etki etme, toksik olmama, yapışmama ve yara iyileşmesini destekleme becerisine sahiptir. Modern yara pansuman teorisi, yara yüzeyinde eksüda emilimi ve optimum yüzey nemi arasında dinamik dengenin desteklenmesini önermektedir. Ek olarak, yaraya yeterli oksijen gerilimi sağlamak için gaz değişimi yapabilmelidir. Bu hedeflere ulaşmak için yeni malzemelerin birleştirilmesi, daha iyi tasarım ve karmaşık üretime ihtiyaç vardır [3].

Son zamanlarda, birçok araştırmacı kitin ve kitosan gibi biyolojik materyallerin araştırılıp kullanılmasına yönelmişlerdir. [4]. Biyomateryal olarak kitosan, yara iyileşmesinde ve cilt yanıklarında büyük bir potansiyele sahip olduğu ve cildi yenilediği görülmüştür [5, 6].

Kitosan antibakteriyel, toksik olmayan, biyolojik olarak parçalanabilen ve biyoyumlu bir polimerdir.

Kitosan, diğer antibakteriyel maddelerle birlikte son yıllarda birçok çalışmada yer almıştır. Örnek olarak Ag, Zn, CuO, TiO₂ ve Fe gibi diğer inorganik ajanlarla kombinasyonları çalışılmıştır. [7, 8]. Bunlar arasında kitosan/Ag/ZnO nanokompozit, kitosan/Ag ve kitosan/ZnO karışımlarına karşı önemli ölçüde daha yüksek antibakteriyel etkinliğe sahip olduğu gösterilmiştir. Ag ve ZnO'nun kitosana beraber kombinasyonu kitosanın antibakteriyel özelliğini arttırmıştır [9].

Bu çalışmada 30/1 Ne, % 100 pamuk ipliği ile sarğı bezi dokunmuştur. Dokunan sarğı bezinin çevre dostu biyo malzeme ile muamelesi sonu yüksek sıvı emiciliğine ek olarak antibakteriyel özellik kazandırılmıştır. Kullanılan biyo enzim toksik olmamasının yanı sıra biyolojik katalizör olarak reaksiyonu hızlandırdığından dolayı çevreye veya tekstile herhangi bir zarar vermez.

2. DENEYSEL

2.1. Malzeme

Sarğı bezi dokunmasında kullanılan iplik özellikleri tablo 1 de verilmiştir. Hem işletme hem de laboratuvar denemelerinde kullanılan biyo enzim Rudolf Duraner firmasından temin edilmiştir. Kasar işleminde H₂O₂ ve NaOH kullanılmıştır.

Tablo 1: Sarğı bezi iplik kompozisyonu

Cözgü İpliği	30 Ne % 100 Pamuk
Atkı İpliği	30 Ne % 100 Pamuk
Kumaş Örgüsü	1/1 Bezayağı

2.2. Metot

2.2.1. Dokuma

Sarğı bezi denim üretim hattı picanol makinalarında dokunmuştur.

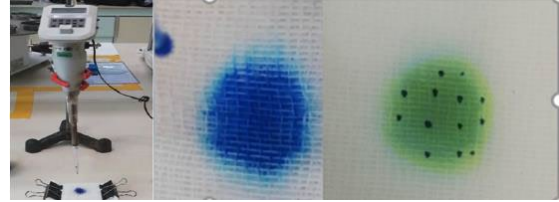


Şekil 1: Dokunan sarğı bezi

2.2.2. Laboratuvar Çalışmaları

Sarğı bezi laboratuvar ortamında sırası ile standart kasar işleme, kasar ve enzim işlemine ve sadece enzim işlemine tabi tutulmuştur. Çalışmada kullanılan enzim etkinliğini görmek için enzim miktarı 10, 20, 30

g şeklinde belirlenmiştir. Uygulama sonrası sarğı bezi hidrofilite değerleri hesaplanmıştır. Sarğı bezinde sıvı yayılma hızı ve yayılma alanı analiz edilmiştir. Analiz için sabit miktarda (0,2 ml) renkli çözelti metilen mavisi aynı mesafeden sarğı bezi üzerine damlatılmıştır. Sarğı bezi üzerine yayılan çözeltinin alanı başka bir kâğıda aktarılıp birim alan hesabı yapılmıştır.



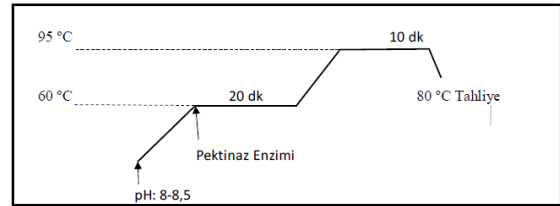
Şekil 2: Sarğı bezi üzerinde sıvı yayılma hızı ve yayılma alanı analizi

Dokuma işlemi tamamlan sarğı bezlerinin su emicilik derecelerinin tespiti için batma testi yapılmıştır. Sarğı bezleri 8cm x 8cm boyutlarında 3'er adet 3 numune kesilmiştir. Test yapılacak sarğı bezleri 8cm x 8cm boyutlarında bir metale ataç yardımı ile köşelerinden tutturularak 20°C deki su bulunan behere bırakılıp 1 dk. bekletilmiştir. Batma işleminin ardından sarğı bezleri 2 dk. süreyle asılmıştır. Hidrofilite değeri 1 nolu denkleme göre hesaplanmıştır.

$$\text{Hidrofilite} = \frac{\text{Yaş ağırlık} - \text{Kuru ağırlık}}{\text{Kuru ağırlık}} \times 100 \quad (1)$$

2.2.2. İşletme Çalışmaları Çektirme Yöntemi

Sarğı bezi jet boya makinasında şekil 3 de gösterilen proses şemasına göre enzim ile çektirme işlemine tabi tutulmuştur. Standart kasar işleminde 95 °C de 30 dk olarak uygulanmıştır.



2.2.3. İşletme Çalışmaları Emdirme Yöntemi

Sarğı bezine emdirme yöntemi ile tablo 2 de gösterilen işlem şemasına göre kasar, pektinaz, kasar ve pektinaz işlemleri uygulanmıştır.

Tablo 2: Emdirme Yöntemi İşlem Şeması

Ön İşlem	Rotasyon	Yıkama	Kurutma
Kasar	20 s	100 °C	140 °C
Pektinaz	6 s		
Kasar + Pektinaz	20 + 6 s		

2.2.4. Anti Bakteriyel Aktivite Tayini

Dokutulan sargı bezlerine Ekoteks Laboratuvar ve Gözetim Hizmetleri A.Ş' de anti bakteriyel aktivite tayini AATCC 100:2019 (tekstil malzemelerinde anti bakteriyel bitim işlemlerinin değerlendirilmesi) standartlarına göre yaptırılmıştır.

3. DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

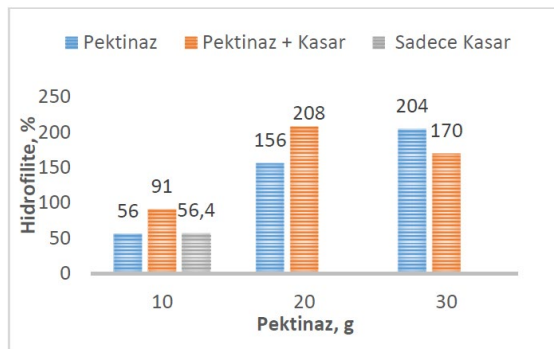
3.1. Laboratuvar çalışmaları sonuç

Ticari bir sargı bezi alınıp hidrofilitate analizi ve birim yayılma alanı tespiti yapıp tablo 3 te gösterilmiştir. Dokuma işlemi tamamlanan sargı bezine de hidrofilitate analizi yapıp ve birim yayılma alanı hesaplanmıştır. Laboratuvar çalışmalarında sargı bezine uygulanan pektinaz miktarı arttıkça hidrofilitate etkinliğinin de arttığı gözlemlenmiştir.

Tablo 3: Ticari sargı bezi

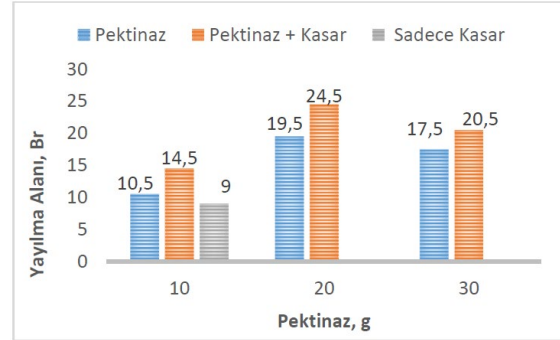
Numune	Pick Up %	Birim Yayılma Alanı
Sargı Bezi	80	11

Hidrofilitate açısından 10 gr pektinaz uygulaması kasar işlemine yakın sonuçlar vermiştir. (Farklı gramajlarda uygulanmış olan Kasar + pektinaz ve pektinaz uygulamaları incelendiğinde hidrofilitatenin en fazla 20gr/l kasar + pektinaz denemesinde elde edildiği görülmüştür.)20g/l uygun değer olarak kabul edilerek çalışmalara devam edilmiştir [şekil 4]



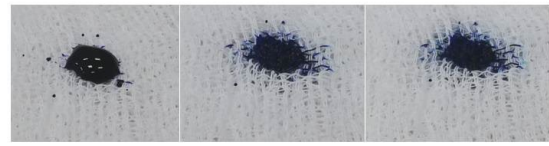
Şekil 4: Uygulanan pektinaz miktarı ve sargı bezi hidrofilitesi arasındaki ilişki

20g pektinaz + kasar işlemine tabi tutulan numune hem hidrofilitate hem yayılma hızı ve yayılma alanı bakımından başarılı bulunmuştur (şekil 4-5-6C?).

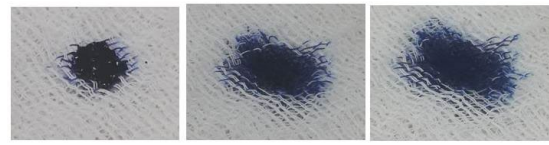


Şekil 5: Enzim miktarı ile yayılma alanı arasındaki ilişki.

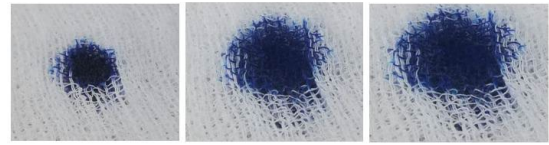
A) Kasar; 0 , 60 ve 120 saniye



B) 20 g Pektinaz ; 0 , 60 ve 120 saniye



C) 20 g Pektinaz + Kasar ; 0 , 60 ve 120 saniye



Şekil 6: Sargı bezi üzerinde sıvı yayılma hızı analizi

3.2. Çektirme Yöntemi İşletme Sonuçları

Çektirme metodu için firmanın önermiş olduğu oranlar dahilinde uygulama reçetesi belirlenmiştir. Çektirme yöntemi ile yapılan işletme çalışmalarında sargı bezi hidrofilitate değeri en yüksek kasar + pektinaz uygulamasında % 82 olarak gözlemlenmiştir. Sadece pektinaz enzimi uygulamasında ise pick up değerinin % 81 olduğu görülmüştür. Standart kasar işlemi hem pick up değeri hem de yayılma hızı ve yayılma alanı bakımından pektinaz enzim uygulamalarından geri kalmıştır.

Tablo 4: Çektirme Yöntemi İşletme Sonuçları

Numune	Pick Up %	Birim Yayılma Alanı
Kasar	80	10
Pektinaz	81,2	11
Kasar + Pektinaz	82	12,7

3.3. Emdirme Yöntemi İşletme sonuçları

Aynı şekilde laboratuvar sonuçlarında hidrofilit, yayılma hızı ve yayılma alanı bakımından en iyi sonucu veren pektinaz miktarı emdirme metodu ile işletme çalışmalarına uyarlanmıştır.

Emdirme yöntemi ile yapılan işletme çalışmalarında sargı bezi hidrofilit değeri 3 farklı uygulama sonucunda birbirlerine çok yakın değerlerde çıkmıştır. Sadece pektinaz enzimi uygulamasında birim yayılma alanı değeri diğer iki uygulamadan yüksek çıkmıştır.

Tablo 5: Emdirme Yöntemi İşletme Sonuçları

Numune	Pick Up %	Birim Yayılma Alanı
Kasar	78,9	10
Pektinaz	78,4	16,5
Kasar + Pektinaz	78,7	15

3.4. Anti Bakteriyel Aktivite Tayini

Sargı bezine uygulanan 3 farklı işlemin (sadece pektinaz enzimi uygulaması, kasar ve pektinaz enzimi ve kasar uygulaması) anti bakteriyel etkinlikleri açısından karşılaştırmaları yapılmıştır.

Standart kasar uygulamasına tabi tutulan sargı bezi staphylococcus aureus ATCC 6538 (Gram (+)) bakterisine karşı etkinlik gösterirken klebsiella pneumoniae ATCC4352 (Gram (-)) bakterisine karşı bir etkinlik göstermemiştir.

Standart kasar işlemi ve ardından pektinaz işlemine tabi tutulan sargı bezi her iki bakteriye de %35 ve %37 değerlerinde etkinlik göstermiştir.

Sadece pektinaz enzimi ile muamele edilen sargı bezi her iki bakteriye karşı % 65 ve % 55 değerlerinde etkinlik göstermiştir.

Tablo 6: Anti Bakteriyel Aktivite Tayini

Numune	Staphylococcus aureus ATCC 6538 (Gram (+))	Klebsiella pneumoniae ATCC4352 (Gram (-))
Kasar	87,69	0
Pektinaz	65,37	55,33
Kasar+ Pektinaz	35,06	37,3

4. GENEL SONUÇLAR

Sargı bezi denim picanol dokuma makinalarında dokunmuştur. Laboratuvar çalışmalarında sargı bezine uygulanan biyo uyumlu pektinaz enzimi; hidrofilit, yayılma hızı ve yayılma alanı açısından standart kasar, kasar ve pektinaz işlemine göre başarılı olduğu görülmüştür. İşletme çalışmalarında pektinaz enzimi kullanımı hidrofilit, yayılma hızı ve yayılma alanı açısından standart kasar işlemiyle benzer sonuçlar vermiştir. Pektinaz enziminin staphylococcus aureus ATCC 6538 (Gram (+)) ve klebsiella pneumoniae

ATCC4352 (Gram (-)) bakterilerine karşı etkinlik gösterdiği belirlenmiştir.

Sonuç olarak denim dokuma hattında dokutulan sargı bezine biyo uyumlu, çevre dostu pektinaz enzimi ile anti bakteriyel etkinlik ve yüksek absorpsiyon kabiliyeti kazandırılmıştır.

5. TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın yönetilmesi ve yürütülmesi safhalarında teknik ve idari açıdan her türlü desteği sağlayan ÇALIK DENİM TEKSTİL A.Ş. yönetimine teşekkürü bir borç biliriz.

6. KAYNAKLAR

- 1 Temesgen, A. G.T. 2019. "Design and development of medical bandage in handloom sectors", Beau Bassin: LAP Lambert academic publishing
- 2 Güler, Ç.G. 1994. "Temel İlk yardım (A düzeyi)", Aydoğdu Offset, Ankara.
- 3 Abbasipour, M.A. 2014, "Coated Cotton Gauze with Ag/ZnO/chitosan Nanocomposite as a Modern Wound Dressing", Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Volume 9, Issue 1,124-130
- 4 Jayakumar R.J. 2011, "Biomaterials based on chitin and chitosan in wound dressing applications", Biotechnology advances; 29; 2011; 322-337
- 5 Jayakumar R. J. 2011, "Biomedical applications of chitin and chitosan based nanomaterials-A short review", Carbohydrate polymers; 82, 2010, 227-232.
- 6 Joshi M. J. 2009, "Ecofriendly antimicrobial finishing of textiles using bioactive agents on natural products", Indian journal of fiber & textile research, 34, 295-304
- 7 Hu, Z. 2008. "Nanocomposite of chitosan and silver oxide and its antibacterial property", Journal of Applied Polymer Science, 108(1), 52-56.
- 8 Yu, D.-G. 2007. "Formation of colloidal silver nanoparticles stabilized by Na⁺-poly(γ-glutamic acid)-silver nitrate complex via chemical reduction process", Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 59(2), 171-178.
- 9 Li, L.-H. 2010. "Preparation, characterization and antimicrobial activities of chitosan/Ag/ZnO blend films", Chemical Engineering Journal, 160(1), 378-382.

Grafen ve Bor Nitrür Takviyeli Hibrit Nanokompozitlerin Termal ve Elektriksel İletkenliklerin İyileştirilmesi

ÖZTÜRKMEN, Mahide Betül¹, DİLSİZ, Nursel², ÖZ, Yahya¹

¹Türk Havacılık ve Uzay Sanayii

²Gazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Ankara
betul.konca@tai.com.tr, ndilsiz@gazi.edu.tr, yahya.oz@tai.com.tr

ÖZET

Bu çalışma kapsamında akademi dünyasında son zamanlarda araştırmalara konu olan 2 boyutlu grafen ve grafen benzeri özelliklere sahip nano malzeme olan bor nitrür kullanılarak elde edilecek hibrit karışımın epoksi reçine içerisine katkılanarak epoksi reçinenin termal ve elektriksel olarak iletken hale getirilmesi amaçlanmaktadır. Literatürde yapılan çalışmalara bakıldığında 2B nanomalzemeler genellikle reçine içerisinde hibrit olarak değil, tekli olarak karıştırılarak 1 veya 2 fiziksel özelliğinin iyileşmesi beklenmektedir. Bu çalışmada ise 2 farklı nanomalzeme ile reçinenin hem fiziksel hem de mekanik özelliklerinde iyileşmeler beklenmektedir.

AMAÇLAR

Bu çalışmanın çıktısı olarak uçak yapısal parçalarının hem hafiflemesi hem de termal iletkenlikten faydalanılarak ısınması önlenecektir. Aynı zamanda metal örgülere ihtiyaç duyulmayan nanokompozit yapılar elde edilecektir.

GİRİŞ

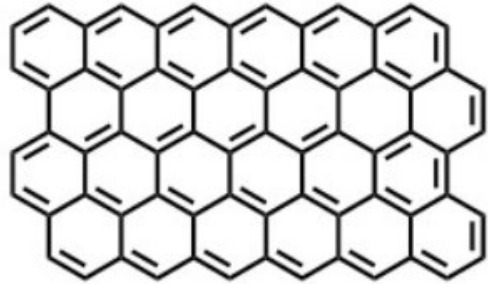
Kompozit malzemeleri en genel halde, iki veya daha fazla malzemenin makroskobik yapıda bir araya getirilmesiyle yeni bir malzemenin yapılması olarak tanımlayabiliriz. Burada amaç, kullanılan malzemelerin birbirlerinin zayıf kalan yönlerini iyileştirmek ve istenilen yönde daha üstün özellik sağlayan bir malzeme elde etmektir.

Hibrit kompozitler ise, iki veya daha fazla farklı fiberin bir matris ile bir araya getirilerek, daha iyi özelliklere sahip bir kompozitin elde edilmesi amacıyla yapılır. Böylece yeni ve farklı tip kompozitler yapılabilir. Hibrit kompozit yapılara ek olarak günümüzde hibrit nanokompozitlerin literatürde çok fazla yer almadığı görülmektedir.

Nanopartiküller, genellikle çapı 1 ila 100 nanometre (nm) küçük olan partikül maddeleri içeren geniş bir malzeme sınıfıdır. Genel şekile bağlı olarak bu malzemeler 0D, 1D, 2D veya 3D olabilir. Nanopartiküller (NP) morfolojilerine, boyutlarına ve kimyasal özelliklerine bağlı olarak çeşitli kategorilere ayrılır. Örneğin; karbon bazlı karbon nanotüp gibi. Grafen ve bor nitrür de 2 boyutlu nanopartiküller sınıfında yer almaktadır.

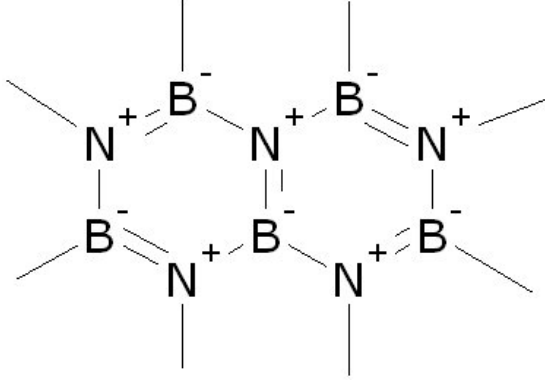
Grafen, bal peteği kristal yapısında, sp^2 melezleşmesi yapan; grafitin, nanotübün ve C_{60} 'ın ana yapıtaşı olan grafen ise ancak 2004 yılında sentezlenip karakterize edilmiştir. İngilizce'de "Graphite" ve "ene" kelimelerinden türetilen "graphene" terimi türkçede grafen olarak karşılık bulmuştur. 2010 Nobel Fizik Ödülü, "iki-boyutlu grafen malzemesine ilişkin çığır açan deneyleri için" Andre Geim ve Konstantin Novoselov'a verilmiştir.

Grafen, karbon nanotüpler, grafit, fulleren ve benzeri gibi karbon malzemelerin temel yapısal birimidir [Novoselov vd., Hirata vd.]. Mükemmel fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeniyle 2004 yılında keşfedildiğinden beri fizik araştırmalarında ve pratik uygulamalarda malzeme bilimi ve koaservasyon fiziğinin araştırma noktası haline gelmiştir [Yang vd.]. Yüksek bir yüzey alanına ve bununla beraber yüksek adsorpsiyon ve yüzey reaksiyonlarına, elektron hareketliliğine, termal iletkenliğe ve mekanik mukavemete sahiptir. Bilinen en ince malzeme olarak grafen, yüksek termal iletkenlik, kuantum hall etkisi, yüksek Young modülü (1 TPa), yüksek optik geçirgenlik ve yüksek elektronik taşıma, bariyer ve alev geciktirici özelliklerine sahiptir.



Bor nitrür, BN kimyasal formülüne sahip bor ve nitrojenin termal ve kimyasal olarak dirençli bir refrakter bileşiğidir. Bor nitrürün tabakalar arası bağları zayıf olduğundan, düzensiz tabakalaşma çok kolay olur. Birbirine paralel veya dik yönde geliş güzel dizilmiş olan bu tabakalar arasında boşluklar oluşur. Oluşan boşluklar ise, kullanım sırasında malzemenin ısıl şok direncini artırır. Gözenekli yapısı, düşük elastisite modülü, yüksek ısıl iletkenliği

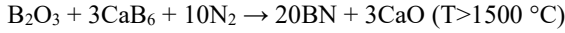
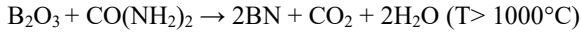
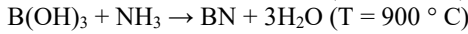
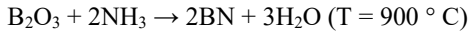
ve ısı genleşme özellikleri nedeniyle, sıcak preslenmiş BN'nin ısı şok dayanımı çok iyidir [Aydın].



Şekil 2. BN organik yapısı

Bor Nitrit Sentezleme Yöntemi

Bor nitrit, bor trioksit (B_2O_3) veya borik asidin (H_3BO_3) bir nitrojen atmosferinde amonyak (NH_3) veya üre ($CO(NH_2)_2$) ile reaksiyona sokulmasıyla elde edilir:



Bor nitrit (BN) üstün kimyasal, elektriksel ve ısı özelliklere sahip bir bileşik olup hegzagonal (h-BN), würtitlik (w-BN) ve kübik (c-BN) bor nitrit yapılarına rastlanmaktadır. Bor nitritin kristalin yapısı karbona benzemektedir. Bu nedenle hegzagonal bor nitrit genellikle beyaz grafit veya karbon olarak isimlendirilir [Brotherton vd., Niedenzu vd].

h-BN yapısal yönden grafitte, görünüm olarak alüminaya benzeyen, beyaz renkte, zehirsiz, kaygan bir malzemedir. Seramik malzemeler içinde en düşük yoğunluklu olanıdır. ($2,27 \text{ g/cm}^3$). h-BN grafitte benzer kristal yapıdadır, grafitten farkı ise beyaz oluşu ve yüksek elektrik direncidir. hBN tozları dokununca ipeksi dokunuş hissettirir. h-BN den üretilen parçalar çok kolay işlenebilir.

h-BN inert bir malzemedir, kimyasal tepkimeye girmez ve toksit değildir. Çok yüksek sıcaklıklara dayanıklıdır. h-BN $1000 \text{ } ^\circ C$ 'ye kadar normal atmosferde, $1400 \text{ } ^\circ C$ 'ye kadar ise vakum ortamında, $2000 \text{ } ^\circ C$ 'ye kadar argon atmosferinde, $2400 \text{ } ^\circ C$ 'ye kadar ise azot atmosferinde kullanılabilen bir malzemedir. Isıl şoklara karşı kararlı oluşunun yanısıra mükemmel elektrik yalıtıcılığı, bakır kadar iyi ısı iletkenliği ve UV ışınları yansıtma özelliği bulunmaktadır bunun yanında mükemmel yağlayıcılık özelliğine sahiptir.

Tablo 1. Grafen ve h-BN Fiziksel Özellikleri

Fiziksel Özellikleri		h-BN	Grafen
Teorik Yoğunluk (kg/m^3)		2280	2000
Termal İletkenlik (W/mK)		600	200-2000
Şekil		Küresel	Levha
Mohs Sertliği		1-2	1-2
Esneklik Modülü (GPa)		36.5	34
Boyut		Çap = $60 \mu\text{m}$	Çap = $25 \mu\text{m}$ Kalınlık = 10 nm

DeneySEL çalışmalarda oldukça sık olarak mekanik karıştırma cihazı kullanılmaktadır. Günümüzde gelişen teknoloji ve bilim sayesinde yeni karıştırma yöntemleri tercih edilmeye başlanmıştır. Üçlü merdane sistemi olarak kullanılmaya başlanan karıştırma metodu bu çalışmada da kullanılmıştır. Bu sisteme göre, üçlü merdane sistemindeki merdaneler merkez kaç kuvvetinden faydalanarak saat yönünde ve saat yönünün tersinde dönerek reçineyi 3 silindirden geçirip homojen hale getirir. Ayarlanabilir dönme hızı ve merdaneler arası boşluk sayesinde her numune için farklı koşullarda homojen karışımlar elde edilebilmektedir.



Şekil 3. Üçlü merdane sistemi

DENEYSEL

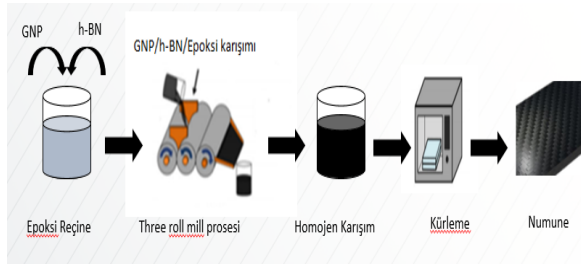
Malzeme

Huntsman firmasından satın alınan havacılık sınıfı bir epoksi reçine Araldite LY5052 ve sertleştirici Aradur HY5052 deneylerde matris malzeme olarak kullanılmıştır. Ortalama 3 nm kalınlık ve 25 µm ortalama yanal boyuta sahip grafen nano levhalar kullanılmıştır.- Kullanılan h-BN 65-75 nm tanecik boyutuna sahip olup %99.5 saflıktadır Takviye olarak kullanılan grafen nano levha (GNP) tozu ve h-BN tozu Nanografi Co. Inc. tarafından temin edilmiş ve teslim alındığı gibi kullanılmıştır. Kalıp ayırıcı olarak Huntsman marka RENLEASE Kalıp Ayırıcı Sıvı QZ5111 kullanılmıştır. Ayırıcı, Dost Kimya Endüstriyel Hammaddeler San. Tic. Ltd. Şti. ' den temin edilmiştir.

Yöntem

Bu çalışma kapsamında literatürden elde edilen bilgiler göz önünde bulundurulduğunda, malzemeye elektriksel iletkenlik sağlayan grafen ve termal iletkenlik sağlayan bor nitür nanomalzemeleri çalışmanın sonucunda istenilen isterler doğrultusunda belirlenmiştir. Literatürden elde edilen bilgiler ışığında GNP ve h-BN ağırlıkça %0, %0.10, %0.25, %0.50 ve %1 katkılama oranları ile havacılık endüstrisinde en çok tercih edilen ve viskozitesi oldukça düşük olan ARALDITE marka LY5052 epoksi reçine içerisine diğer nanokompozit üretim yöntemlerinden farklı olarak son zamanlarda literatürde de geliştirilen dispersiyonlama metodu kullanılarak karıştırılmıştır.

Bu sayede diğer yöntemlere göre daha homojen sonuçlar elde edilecek ve nihai sonuçlar daha verimli numuneler elde edilmiştir.



Şekil 4. Deneysel çalışmaya ait akış diyagramı

Deneysel çalışmalara başlamadan önce deney tasarımı (DOE) yapılmış ve bu tasarıma uygun numuneler elde edilmiştir.

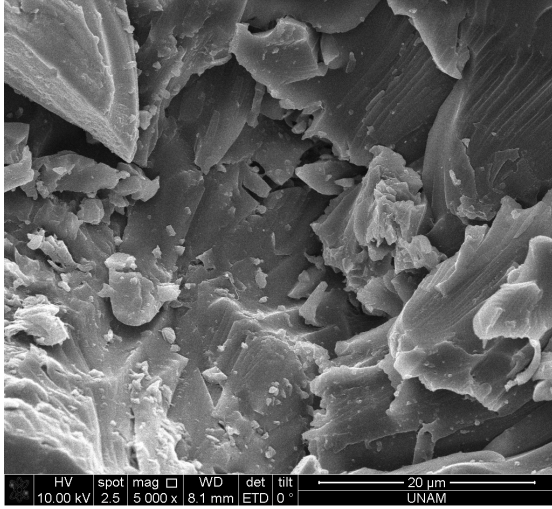
Tablo 2. Deney tasarımı

DOE kod	Grafen konsantrasyonu (%)	h-BN konsantrasyonu (%)
42	0,5	0,1
31	0,25	0
25	0,1	1
24	0,1	0,5
45	0,5	1
52	1	0,1
15	0	1
11	0	0
13	0	0,25
21	0,1	0
12	0	0,1
44	0,5	0,5
51	1	0
23	0,1	0,25
33	0,25	0,25
54	1	0,5
22	0,1	0,1
55	1	1
35	0,25	1
53	1	0,25
34	0,25	0,5
14	0	0,5
32	0,25	0,1
41	0,5	0
43	0,5	0,25

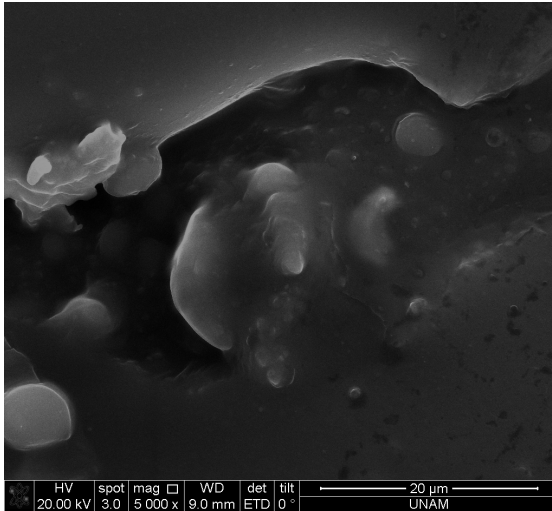
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Nanopartiküller optik özelliklere sahip olup boyut, şekil, konsantrasyon, aglomerasyon durumu ve nanopartiküllerin yüzeye yakın kırılma indeksine duyarlı olmasından dolayı çeşitli görüntüleme yöntemleri ile analiz edilebilmektedirler.

Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen numunelere ilk olarak taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizleri yapılarak nanopartiküllerin dağılımı gözlemlenmiştir. Homojen dağılım, dikkate alınması gereken en önemli faktördür. Bir polimer matrisini değiştirirken, nano dolgunun aglomerasyonu stres konsantrasyonunu etkileyebilir.



Şekil 5. %0.25 gnp ve %0.1 h-bn nanokompozit numunesinde oluşan aglomerasyonlar



Şekil 6. %0.1 gnp ve %0.25 h-BN nanokompozit numunesinde oluşan aglomerasyonlar

Aynı katkılama oranına sahip ters kombine edilmiş nanopartikül çalışmasında elde edilen numunelere bakıldığında, grafen konsantrasyonu arttıkça numunelerde aglomerasyonların arttığı gözlemlenmiştir. Buna ek olarak, hBN'ün dağılımı ve parçacık boyutunun numune üzerindeki etkisi göz önüne alındığında daha zor karıştırıldığı gözlemlenmiştir. Grafene oranla yoğunluğu daha fazla olmasına rağmen daha az çökme eğiliminde olduğu gözlemlenmiştir.

Gelecek dönemde elde edilen numunelerin elektriksel iletkenliği, termal iletkenliği ve termal analizleri, mikromekanik özellikleri ile ilgili analiz çalışmaları sürdürülecektir.

- ÖZTÜRKMEN, Mahide Betül (0000-0001-6271-287X)
- DİLSİZ, Nursel (0000-0002-6496-0487)
- ÖZ, Yahya (0000-0003-3784-0495)

GENEL SONUÇLAR

Çalışma süresince DOE kullanılarak planlanan deney tasarımına uygun numuneler üretilmiştir. Bu tasarıma göre %, 0.1, 0.25, 0.5 ve 1 katkılama oranlarında hem hibrit hem de yalın 26 adet numune üretilmiştir. Numunelere mekanik çekme testlerinin yapılabilmesi için aynı zamanda silikon köpek kemiği şeklinde plakalara dökülmüştür. Elde edilen numunelere ilk analiz olarak SEM yapılmış ve tüm numunelerin analizleri tamamlanmıştır. Literatürden elde edilen bilgilere göre katkılama oranının artması elektriksel iletkenliği ve termal iletkenliği az katkılama oranlarında arttırdığı daha sonra azalttığı görülmüştür. Bu nedenle en iyi sonuçların %0.1 ve %0.25 kombinasyonlarında üretilen numunelerde elde edileceği beklenmektedir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Önümüzdeki dönemlerde çalışmanın analizleri tamamlanarak Teknoloji Hazırlık Seviyesi 6-9' a taşınacaktır. En optimum sonucu veren reçine, GNP ve h-BN karışımı fiber ile birleştirilerek, havacılık standartlarına uygun olacak şekilde elektriksel ve termal iletken yapısal parçalar üretilmesi hedeflenmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Yazarlar, DD0021 projesi kapsamında araştırma ve laboratuvar geliştirmeleri için Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu'nun 1004 programı kapsamında sağladığı mali destek alndığını bildirmektedir. Ayrıca yazarlar, gerekli altyapıyı sağladıkları için Nanografi firmasına ve Bilkent Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Nanoteknoloji Enstitüsü'ne teşekkürlerini sunarlar.

KAYNAKLAR

- Aydın, H. 2018. "Nanoyapılı Hegzagonal Bor Nitrür Üretimi ve Karakterizasyonu", Fırat Üniv. Müh. Bil. Dergisi, 30(2), 269-275.
- Brotherton R.J., 1970. "Progress in Boron Chemistry", Pergamon Press, 2, 211- 311.
- Hirata, M., Gotou, T., Horiuchi, S., Fujiwara, M. and Ohba M. 2004. "Thin-film particles of graphite oxide

1: high-yield synthesis and flexibility of the particles”,
Carbon, 42(14), 2929–2937.

Niedenzu K., 1965. “Boron- Nitrogen Compounds”,
Academic Pres. Inc., 147-153.

Novoselov, K.S., Geim, A. K. , Morozov, S. V. 2004.
“Electric field in atomically thin carbon films”,
Science, 306 (5696), 666–669.

Yang, Q.H., Lu, W., Yang, Y.G., and Wang, M.Z.
2008. “Free twodimensional carbon crystal-single-layer
graphene”, Xinxing Tan Cailiao/ New Carbon
Materials, 23(2), 97–103.

CHAPTER 5

KOMPOZITLER | COMPOSITES

Karbon Elyaf Kumaş Kompozit Şekillendirilmede 3B Baskılanmış PLA Çekirdeğin Kullanılması

KAYA, Onur¹, GÜMÜŞ, Ömer Yunus², KÜÇÜK, İbrahim³, ASLAN, Serdar⁴

¹Ermetal A.Ş., ²Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği, ³Gebze Teknik Üniversitesi, Nanoteknoloji Enstitüsü, ⁴Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği
onur.k@ermetal.com

ÖZET

Eriyik Yığılma Modelleme (FDM) yönteminde üst üste biriktirilen katmanların arasındaki zayıf bağlar, parçada erken hasar oluşumuna neden olmaktadır. FDM yöntemi ile üretilen parçaların mukavemetini arttırmaya yönelik olarak mühendislik termoplastiklerinin kullanımı, üretilen parçaya karbon veya cam elyaf gibi kompozit takviyelerinin katılması gibi önlemler alınmıştır. Bu önlemler parçanın mekanik dayanım özelliklerinde kısmi iyileşme sağlanmasına rağmen katmanlar arasındaki bağların güçlendirilmesine yönelik etkisi kısıtlı kalmaktadır. FDM ile üretilmiş parçaların çekirdek olarak kullanıldığı, iki yüzüne kompozit tabakalar yapıştırılması ile elde edilen sandviç yapılar iyi mekanik özellikler sergilemesine rağmen ancak kısıtlı düz geometrili parçalar için uygulanabilmektedir. Serbest yüzey şekilli kompozit parça üretimi için FDM yönteminden kalıp üretimi amacıyla faydalanılmış ve kısa ömürlü bu kalıplar ile kompozit parça üretimleri gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, FDM yöntemi ile polilaktik asit (PLA) kullanılarak üretilen çekirdeğin üzerine kompozit tabakası uygulanarak çekirdeğin katmanlar arası bağ mukavemetindeki zayıflığın nihai parça mukavemeti üzerindeki olumsuz etkisinin azaltılması hedeflenmiştir. Bu yöntem ile üretilen test numunelerine yapılan ağırlık ölçümlerinin ardından çekme testi, üç nokta eğme testi ve ağırlık düşürme testi uygulanmıştır. Çekme ve eğme testi verileri, FDM yöntemi ile üretilen çekirdeğin üzerine uygulanan kompozit tabakasının mekanik dayanım ve eğme özelliklerinde olumlu etkisi olduğunu göstermiştir. Yapılan çalışmanın, gelecekte kalıpsız kompozit üretimi ile ilgili gerçekleştirilecek araştırmalara ışık tutacağı düşünülmektedir.

Experimental and finite elements analysis of three bending point of a novel bio-based sandwich composite beams

ABDERRAZEK Merzoug^{1*}, BACHIR Bouhamida¹, ZOUAOUI Sereir¹,

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.

Abderrazek.merzoug@univ-usto.dz

PURPOSE

In this study, novel bio-based sandwich beams were fabricated and tested in three-point bending. Using Vacuum Assisted Resin Transfer Molding Process (VRTM), three hybrid composite groups were carried out as skins based on Date palm fiber (DF) and glass fiber (GF). The Petiole Date Palm Wood (PDPW) of 210 kg/m³ was chosen as a core of sandwich beams. The sandwich beam dimensions were related to the normalization ASTM C393, while all samples tested using a 10kN Zwick Roell Z010 device. An attempt to make validation between finite elements and experimental results using ANSYS 14 APDL was made. Due to the weak mechanical properties, the pure date palm skins led to the maximum facing stress value (38 MPa) which is highest by 37.5% as compared to that of pure glass fiber skins. The main failure modes mechanisms were core shear, indentation and face yielding. The results show a satisfactory correlation between the experimental results and finite elements.

Key words: sandwich, beam, VRTM, composite, three-point bending, finite elements, failure.

Grafen/ZnO/Fe₃O₄ Katkılı Epoksi Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu

YAMAN, Özge¹, ÜNSAL, Ömer Faruk¹, BEDELOĞLU, Ayşe¹
¹Bursa Teknik Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü
ergurozge@yahoo.com, omer.unsal@btu.edu.tr, ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

ÖZET

Epoksi kompozitler oldukça iyi mekanik ve termal özellikleri sayesinde mühendislik uygulamalarında yaygın kullanım alanı bulmaktadırlar. Onların üstün bu özelliklerinin daha da iyileştirilmesi için yapılan bu çalışmada grafen, çinko ve demir oksit nanoparçacıkları epoksi reçineye dolgu maddesi olarak eklenerek kompozitler oluşturulmuştur. Kompozitlerin ilk aşamasında demir oksit birlikte çöktürme yöntemi ile sentezlenmiştir. Demir oksit ve grafenin aglomerasyonunu önleyerek epoksi reçine içerisinde homojen olarak dağılmasını sağlamak için, APTES (3-Aminopropil trietoksi silan) ile yüzey modifikasyonları gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan kompozitlerin özellikleri, fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi analizi, mekanik testler ve spektrofotometrik analizler yapılarak incelenmiştir. FT-IR analizi sonuçlarına göre hem grafen hem de demir oksitin yüzey modifikasyonunun uygun bir şekilde gerçekleştiği görülmüştür. Yapılan mekanik testler sonucunda kopma mukavemeti maksimum 43,41 Mpa ile katkısız epoksiye göre, %14 artış gösterirken, elastisite modülü değerlerinde ise 1579 Mpa ile %19'luk bir artış gerçekleşmiş ve katkısız epoksi ile karşılaştırıldığında uzama değeri ise %80 oranında bir artış göstermiştir.

AMAÇLAR

Elektronik, enerji, otomotiv, inşaat gibi teknolojinin her alanında kullanılan malzemeler kilit rol oynar. Bu sebeple mevcut malzemeleri sürekli olarak yenilemek ve daha gelişmiş ve farklı özelliklere sahip olmalarını sağlamak oldukça önemlidir. Örneğin geleneksel kompozitlere alternatif olarak geliştirilen nanokompozitler kullanılan nano boyutlu dolgu malzemelerinin matris ile etkileşimini oldukça arttıran yüksek yüzey alanları sayesinde çok daha üstün özellikler gösterirler. Ancak, bu malzemelerde kullanılan nano dolgu maddeleri, matris içerisinde homojen olmayan bir şekilde dağılma ve bu nanokompozitlerin mekanik ve termal özelliklerinin azalmasına neden olacak şekilde aglomera olma eğilimine sahiptirler. Bu çalışmada grafen, demir ve çinko oksitten oluşan nanodolgu malzemelerinin epoksi kompozit içerisinde homojen olarak dağılması için yüzey modifikasyonlarının yapılarak epoksi

nanokompozitlerin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Nanokompozitler, sadece gelişmiş malzeme performansları nedeniyle değil, aynı zamanda çeşitli alanlardaki ticari potansiyelleri nedeniyle de, son yirmi yıldır büyük ilgi görmektedirler. Bu malzemeler, otomotiv, havacılık, gelişmiş elektronik ve spor malzemeleri dahil olmak üzere birçok uygulamada çeşitli metalik veya seramik malzemelerin yerini alabilirler^[1]. Geleneksel kompozit malzemelerle karşılaştırıldığında, nanokompozitler, nanodolgu maddesinin olağanüstü yüksek yüzey/hacim oranı nedeniyle üstün özellikler sergilerler^[2]. Nanokompozitlerde matris olarak kullanılan epoksi reçine genellikle yüksek elastikiyet modülüne ve iyi termal stabiliteye sahip güçlü bir termoset olarak kendini göstermiştir. Ancak, bu çapraz bağlı polimerin katı kimyasal yapısı görece gevrek davranışa ve çatlak başlangıcına karşı düşük dirence neden olur ve benzer şekilde birçok polimer de, uygulamalarını sınırlayan düşük mutlak mukavemete sahiptirler. Bu eksiklikleri gidermek için, polimerler çeşitli dolgu maddeleriyle birleştirilir^[3,4]. Örneğin grafen, geniş spesifik yüzey alanı, yük taşıyıcı hareketliliği, üstün elektriksel, mekanik ve termal özellikleri nedeniyle epoksi matrisi için en çok tercih edilen dolgu maddesidir. Düşük konsantrasyonlu grafen dağılımı bile, epoksi/grafen nanokompozit özelliklerini önemli ölçüde artırabilir^[5,6]. Örneğin Yan-Jun ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada epoksi reçineye yalnızca %0.1 grafen ilavesiyle kopma mukavemetinin 53 Mpa'dan 72 Mpa'ya yükselmesiyle %35'lik bir artış gözlemlenmiştir^[7]. Grafenin yanı sıra günümüzde, düşük maliyetli olması ve bol miktarda bulunması nedenlerinden dolayı ZnO nanoparçacıkları da büyük talep görmektedir. Sudipta ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada %2 'lik çinko oksit ilavesinde kopma mukavemeti %24 oranında artış göstermiştir^[8]. Benzer şekilde nanokompozitlerde Fe₃O₄ kullanılması da elektriksel özelliklerinin iyileştirilmesinin yanı sıra grafenin aglomerasyonunu önleme açısından oldukça tercih edilen bir nanomalzemedir^[9,10]. Ancak

nanokompozitlerin üretimi esnasında karşılaşılan iki tür problem vardır. Bunlar, nanomalzemelerin matris içerisinde aglomerasyon yaparak homojen bir şekilde dağılmaması ve dolgu malzemesi ile matris arayüzeyinde yeterli etkileşim olmamasıdır. Bu durumun üstesinden gelmek için nanomalzemelerin yüzeyinin fonksiyonelleştirilmesi gerekmektedir. Örneğin Yamine ve arkadaşlarının yaptığı benzer bir çalışmada demir oksit nanomalzemelerinin daha iyi dağılmasını sağlamak amacıyla polidopamin (PDA), (3-glisidoksipropil)trimetoksisilan (GPTMS) ve (3-aminopropil)trimetoksisilan (APTES) ile yüzey modifikasyonları gerçekleştirilmiş ve APTES ile yapılan yüzey modifikasyonu sonucu mekanik özelliklerde %30 iyileşme görülmüştür [4,11].

DENEYSEL

Malzeme

Katkılı nanokompozitlerin üretimi için demir üç klorür hegzahidrat (Sigma Aldrich,İsviçre), Demir sülfat hepta hidrat (Sigma Aldrich,İsviçre), hidroklorik asit (%37, Fischer Chemiceatlarl, Fransa), amonyak (%32 Merck, Almanya), distile su, grafen tozu (Grafen Kimyasal Endüstrisi, Türkiye), epoksi reçine (şeffaf epoksi) ve sertleştirici (şeffaf epoksi), çinko oksit (< 50 nm, Sigma Aldrich), karbon nanotüp (Sigma Aldrich,İsviçre, Karbon> 95 O.D. x L6-9 nm x 5µm), APTES (3-amino propil trietoksi silan) (% 99,Acros Organics) kullanıldı.

Yöntem

Demir oksit nanoparçacık sentezi: Fe₃O₄ nanoparçacıklarının sentezlenmesi işleminde birlikte çöktürme yöntemi kullanıldı[12]. Demir (III) klorür heksahidrat (FeCl₃.6H₂O) ve demir sülfat heptahidrat (FeSO₄.7H₂O) sırasıyla ağırlıkça 2:1 oranlarda 200 ml deiyonize su içerisinde bir beherde çözündürüldü. Karışım bir manyetik karıştırma cihazına alınarak içerisinde damla damla amonyak çözeltisi Ph 10 olana kadar eklendi. Daha sonra reaksiyon azot gazı atmosferi altında 80°C'de iki saat süresince karıştırıldı. Sonrasında demir oksit nanoparçacıkları süzülerek demineralize su ile Ph nötr olana kadar yıkandı. Nanoparçacıklar elde edildikten sonra ise yüzey modifikasyonu işlemine geçildi. Bu işlem için APTES kullanıldı.

Demir oksit (Fe₃O₄)'in APTES ile yüzey modifikasyonu: Birlikte çöktürme reaksiyonu sonucunda elde edilen demir oksit 50 ml toluen içerisinde 10 dk sonikasyon yolu ile dağıtıldı. Daha sonra karışıma demir oksit ile ağırlıkça 1:1 oranında APTES damla damla ilave edilerek karışım gece boyunca 110 °C'de reflux altında tutuldu. Sonrasında

teflon bir filtre kağıdı ile süzülen karışım, daha sonra 50 °C 'de 16 saat kurutmaya bırakıldı[4].

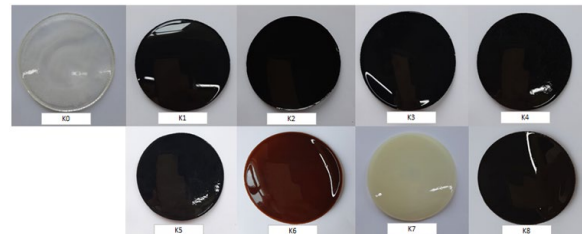
Grafen'in APTES ile yüzey modifikasyonu : 250 ml toluen içerisinde grafen tozu eklendi. Daha sonra 30 dk süresince ultrasonikasyona tabi tutulan karışıma damla damla 20 ml APTES ilave edilerek azot atmosferi altında silanizasyon için 30 °C'de 3 saat ve 100 °C'de 3 saat karıştırıldı. Reaksiyona giren grafen 2-3 kez toluen ile 4-5 kez de etanol yıkandı ve reaksiyona girmemiş APTES moleküllerini uzaklaştırmak için teflon filtre ile süzülükten sonra vakumlu fırında 80 °C'de 24 saat kurutuldu[11].

Grafen/Fe₃O₄/ZnO nanokompozit test numunelerinin hazırlanması:

Nanokompozit olarak hazırlanacak olan her bir test numunesi için belirlenen miktarda epoksi reçine santrifüj tüpü içerisinde tartıldı. Daha sonra Tablo 1'de belirlenen yüzde miktarlarında hazırlanan nanopartiküller reçine içerisine eklendi. Nanopartiküller gerekli miktarda eklendikten sonra karışımın daha homojen olması için 30 dakika ultrasonik homojenizatörde sonike edildi. Bu çalışmada epoksi ve sertleştirici oranı 2:1 olarak belirlendi. Kürlenme için 100°C 'de 1 saat etüvde bekletildi. Bunun yanı sıra katkısız epoksi test numunesi de 2:1 oranında sertleştirici ilave ederek ve yine etüvde kürlenme için 100°C 'de 1 saat bekletildi. Böylece katkısız epoksi ve katkılı nanokompozitler karakterizasyon ve diğer mekanik testler için hazır hale getirildi (Şekil 1).

Tablo 1: Grafen, Fe₃O₄ ve ZnO'nun nanokompozit test numunelerindeki yüzde miktarları.

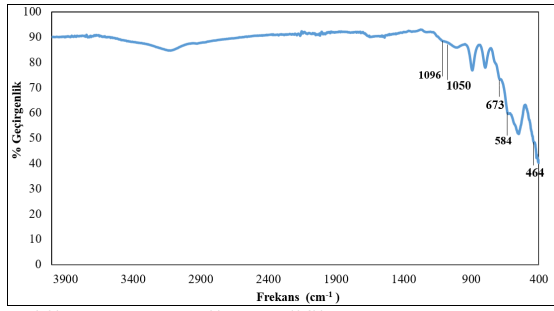
Numune Adı	Grafen(%)	Fe ₃ O ₄ (%)	ZnO(%)
K1	0,55	0	0
K2	0,36	0,18	0
K3	0,36	0	0,18
K4	0,18	0,36	0
K5	0,18	0	0,36
K6	0	0,55	0
K7	0	0	0,55
K8	0,18	0,18	0,18



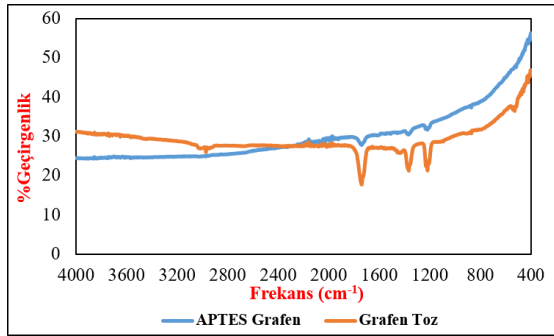
Şekil 1. Katkısız Epoksi ve Grafen / Fe₃O₄ / ZnO nanokompozit test numunelerinin görüntüleri

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

FT-IR test sonuçları incelendiğinde fonksiyonelleştirilmiş Fe_3O_4 'e ait grafikte (Şekil 2) APTES modifikasyonunun düzgün bir şekilde gerçekleştiği 1096 cm^{-1} ve 1050 cm^{-1} 'deki absorpsiyon piklerinin Si-O-Si ve Si-O-C bağlarına ait olmasının yanı sıra 464 cm^{-1} ve 673 cm^{-1} 'de bulunan piklerin ise Si-O-Fe grubuna ait olan titreşim gerilimi ve bükülme gerilimine ait olması ile kanıtlanmıştır. Grafene ait FT-IR spektrumu incelendiğinde (Şekil 3) grafenin APTES ile modifikasyonundan sonra farklı pikler gözlemlenmiştir. 1090 cm^{-1} 'deki pik Si-O'ya ait tipik bir piktir. Ayrıca 2970 ve 2870 cm^{-1} 'de yeni pikler oluşmuştur. Bu pikler modifiye edilmiş grafenin silan kısımlarına atanan alkil zincirlerinden $-CH_2$ gruplarının gerilmesine karşılık gelen piklerdir.



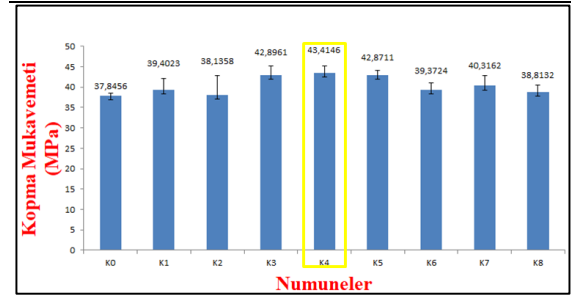
Şekil 2. APTES ile modifikasyonu sonrası Fe_3O_4 nanoparçacıklarına ait FT-IR spektrumu



Şekil 3. APTES modifikasyonu öncesi ve sonrasında grafene ait FT-IR spektrumu

Hazırlanan katkısız epoksi reçine ve nanokompozitlere ait mekanik test sonuçları Şekil 4'ten incelendiğinde katkısız epoksi reçinenin (K0) kopma mukavemetinin en düşük değere sahip olduğu gözlemlenmiştir. Katkıların eklenmesi ile tüm nanokompozit numunelerinde, mukavemetin arttığı görülmektedir. En yüksek kopma mukavemeti değerine, K4 numaralı nanokompozitte ulaşılmış olup, bu kompozitte hem grafen hem de demir oksit bulunuyor olması ve

demir oksit miktarının grafene göre yüksek olması, kopma mukavemetini olumlu yönde etkilemiştir. Katkısız epoksi reçinenin kopma mukavemeti değeri $37,84\text{ Mpa}$ iken, K4'te bu değer %14 artarak $43,41\text{ Mpa}$ 'a yükselmiştir. Ancak sadece demir oksit yüklemesinin olduğu K6'nın ve sadece çinko oksit ilavesinin bulunduğu K7'nin kopma mukavemetinin, K0'dan yüksek ve maksimum değerden düşük olması, K4'te grafen ve demir oksit sinerjik etkilerinden bahsedebileceğimiz anlamına gelmektedir. Bunun yanı sıra K2'nin ve K8'in maksimum gerilme değerleri incelendiğinde 38 Mpa değerinde olduğu yani katkısız epoksiye göre çok yüksek bir miktarda artış olmadığı gözlemlenmiştir. Bunun nedeni ise bu kompozitlerdeki düşük demir oksit miktarına atfedilebilir.

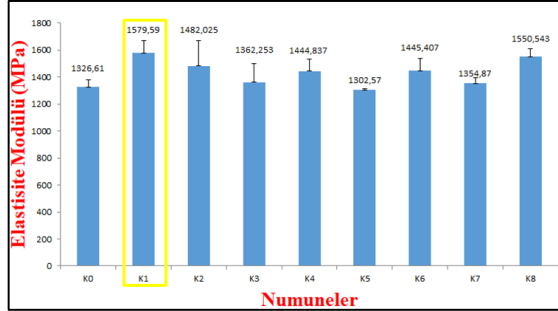


Şekil 4. Katkısız epoksi ve grafen/ Fe_3O_4 /ZnO katkılı nanokompozitlerin kopma mukavemetleri grafiği.

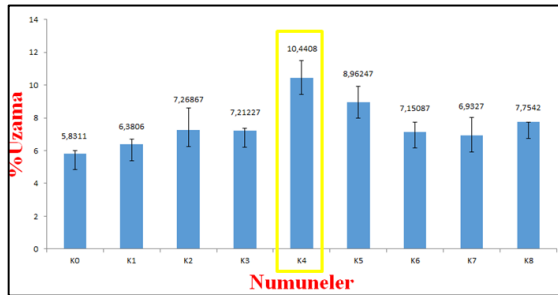
Üretilen kompozitlerin elastisite modülü değerleri Şekil 5'ten incelendiğinde K1 kompozitinin elastisite modülü değeri, üretilen nanokompozitler arasında en yüksek değere sahiptir. Bu değer epoksiye (K0), sadece grafen katılmasıyla %19 oranında artış göstermiştir. Bununla beraber K8 kompozitinin de elastisite modülü değeri oldukça yüksek olarak tespit edilmiştir. Bunun nedeninin de K8 kompozitinde eşit miktarlarda bulunan nanopartiküllerin sinerjik etkisi olabileceği düşünülmüştür. Sonuçlar doğrultusunda K5 ve K7'nin elastisite modülü değerleri ise en düşük değere ulaşmıştır. Buradaki düşüşe neden olan durumun ZnO ilavesinden kaynaklandığı düşünülmüştür.

Üretilen nanokompozitlerin uzama (%) değerleri Şekil 6'dan incelendiğinde uzama değerinin K4 nanokompozitinde en yüksek değer olan %10,44'e ulaştığı görülmektedir. Burada katkısız epoksiye göre değerlendirildiğinde, %0,18 grafen ve %0,36 demir oksit katkısının, uzama değerinde %80'lik bir artış gösterdiği sonucuna varılmıştır. Diğer kompozitleri incelediğimizde K5'in de %0,18 grafen ve %0,36

çinko oksit ilavesinde uzama değerinde iyi bir artış gösterdiği sonucuna varılmıştır.

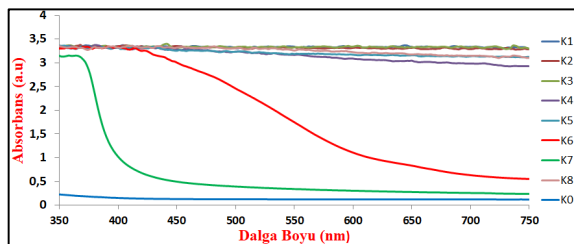


Şekil 5. Katkısız epoksi ve grafen / Fe₃O₄ /ZnO katkıli nanokompozitlerin elastisite modülü grafiği



Şekil 6. Katkısız epoksi ve grafen / Fe₃O₄ /ZnO katkıli nanokompozitlerin uzama (%) değerleri.

Kompozitlerin UV-Visible spektrometreleri analizlerine göre (Şekil 5) oluşturulan kompozitlerde nanoparçacıkların homojen bir şekilde dağılması kaynaklı absorban değerleri çok yüksek çıkmıştır, katkıli numunelerin geçirgenlik sonuçları ise çok düşük (0'a yakın) çıkmıştır.



Şekil 7. Grafen/ Fe₃O₄ /ZnO katkıli nanokompozitlerin ve epoksinin absorban spektrumu

1. YAMAN, Özge (0000-0001-6154-7278)
2. ÜNSAL, Ömer Faruk (0000-0001-8405-3676)
3. BEDELOĞLU, Ayşe (0000-0003-2960-5188)

GENEL SONUÇLAR

FT-IR analizi sonucuna göre, grafen ve demir oksit'in APTES ile yapılan modifikasyonunun başarılı olduğu, grafen ve demir oksitin uçlarına silanın bağlandığı görülmüştür. Yapılan mekanik testler sonucu elde edilen kopma mukavemeti, elastisite modülü ve uzama değerlerine göre, nanokompozitlerin mekanik özelliklerinde epoksi reçineye göre artış gözlemlenmiştir. Kopma mukavemeti 43,41 Mpa ile katkısız epoksiye göre, %14 artış gösterirken, elastisite modülü değerlerinde ise 1579 Mpa ile %19'luk bir artış olmuştur. Uzama değerlerine gelindiğinde ise çok iyi sonuçlar elde edilmiştir. Katkısız epoksi ile karşılaştırıldığında uzama değeri %80 (K4) ve % 87 (K3) oranlarında artış göstermiştir.

KAYNAKLAR

1. Demiroglu, S., Singaravelu, V., Misra, K. Mohanty, Seydibeyoğlu, Ö., (2017), *The use of nanotechnology for fibre-reinforced polymer composites*, Fiber Technology for Fiber-Reinforced Composites, p. 277-297
2. Wei, J., Vo, T., Inam, F., (2015), *Epoxy/graphene nanocomposites – processing and properties: a review*, RSC Adv., 5, p.73510-73524
3. Zaman, I., Phan, T.T., Kuan, H.C., Meng, Q., La, L.T.B., Luong, L., Youssef, O., Ma, J., (2011), *Epoxy/graphene platelets nanocomposites with two levels of interface strength*, Polymer 52, p.1603-1611
4. Baghdadi Y., Youssef, L., Bouhadir, K., Harbi, M., Mustapha S., Patra, D., (1998), *Thermal and mechanical properties of epoxy resin reinforced with modified iron oxide nanoparticles*, Annual Tech. Conf.— ANTEC, Conf. Proc., Society of Plastics Engineers, Brookfield, CT, vol. 2, pp. 1216-18
5. Kulkarni, H.B., Tambe P., Joshi G.M., (2017), *Influence of covalent and non-covalent modification of graphene on the mechanical, thermal and electrical properties of epoxy/graphene nanocomposites: a review*, Composite Interfaces, DOI: 10.1080/09276440.2017.1361711
6. Cao, M.S., Wang, X.X., Caoab, W.Q., Yuan, J., (2015), *Ulathin graphene: electrical properties and highly efficient electromagnetic interference shielding*, J. Mater. Chem. C, 3, 6589-6599
7. Wan, Y.J., Tang L.C., Gong L.X., Yan, D., Li, Y.B., Wu, L.B., Jiang, J.X., Lai, G.Q., (2013), *Grafting of epoxy chains onto graphene oxide for epoxy composites with*

- improved mechanical and thermal properties*, Carbon, 69, 467–480
8. Halder, S., Prasad, T., N.I., Khan, Goyat, M.S., Chauhan, S.R., (2017), *Superior mechanical properties of poly vinyl alcohol-assisted ZnO nanoparticle reinforced epoxy composites*, Materials Chemistry and Physics, 192, p.198-209
 9. Cheng, C., Zhang, M., Wang, S., Li, Y., Feng, H., Bu, D., Xu Z., Liu, Y., Jin, L., Xiao, L., Ao, Y., (2021), *Improving interfacial properties and thermal conductivity of carbon fiber/epoxy composites via the solvent-free GO@Fe₃O₄ nanofluid modified water-based sizing agent*, Composites Science and Technology, 209, 108788
 10. Wu, Z., Chen, J., Li, Q., Xia, D.H., Deng, Y., Zhang, Y., Qin, Z., (2021), *Preparation and Thermal Conductivity of Epoxy Resin/Graphene-Fe₃O₄ Composites*, Materials, 14, 2013. <https://doi.org/10.3390/ma14082013>
 11. Wan, Y-J., Gong, L-X., Tang, L-C., Wu, L-B., Jiang, J-X., (2014), *Mechanical properties of epoxy composites filled with silane-functionalized graphene oxide*, Composites: Part A, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.compositesa.2014.04.023>
 12. Shanmugama, S., Krishnaswamy, S., Chandrababub, R., Veerabaguc, U., Pugazhendhid, A., Mathimanie, T., (2020), *Optimal immobilization of Trichoderma asperellum laccase on polymer coated Fe₃O₄@SiO₂ nanoparticles for enhanced biohydrogen production from delignified lignocellulosic biomass*, Fuel 273, 117777

Tekstil Takviyeli Beton Yapıların Tasarımında Karbon Esaslı Filament İpliklerin Farklı Formlarda Kullanımı

KURBAN, Mutlu¹, BABAARSLAN, Osman², ÇAĞATAY, İsmail Hakkı³

¹Çukurova Üniversitesi, AOSB Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu

²Çukurova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

³Çukurova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü

mkurban@cu.edu.tr

ÖZET

Tekstil takviyeli betonlar (TTB) son dönemlerde kullanımı artan, yüksek çekme dayanımına sahip tekstil bileşenleri ve ince taneli agregalardan üretilen betondan oluşmuş yenilikçi yapı malzemeleridir. Alkali dayanımlı cam, bazalt, karbon vb. korozyon riski taşımayan tekstil bileşenlerinin donatı olarak kullanıldığı tekstil takviyeli betonların son zamanlarda birçok kullanım alanı ortaya çıkmıştır. Tekstil bileşenleri ham iplik formunda, çeşitli polimerler ile kaplanarak ve son dönemlerde ise hibrit iplik formunda iki veya üç boyutlu olarak beton takviyesinde kullanılabilir. Yüksek dayanım istenen uygulamalarda epoksi reçine kaplı tekstil yüzeylerinin kullanımı genel kabul görürken, epoksi reçine maliyetinin yüksek olması araştırmacıları alternatif yöntemler bulmaya sevk etmiştir. Hibrit/Kompozit iplik üretim teknolojileri bu amaçla kullanım için son dönemlerde yaygın olarak araştırılmaya başlanmıştır. Tekstil endüstrisinde kullanılan birçok hibrit iplik üretim yöntemi mevcut olup, bu çalışmada kullanılan materyale uygun ve ülkemiz şartlarında uygulaması mümkün olan saç örgü tekniği üzerinde durulmuştur. Çalışmada üç farklı filament iplik yapısı kullanılarak üretilmiş iki farklı tekstil yüzeyi beton içerisinde amaca uygun üç farklı konumda pozisyonlanarak takviyeli beton numuneler üretilmiştir. Takviyesiz numune ile birlikte 19 farklı üretim parametresinde numuneler üretilerek eğilme dayanım performansları incelenmiştir. Elde edilen deney sonuçlarına bakılarak, üretimde uygulanan değişkenliklerin çalışmada geliştirilen TTB'lerin eğilme dayanımı üzerindeki etkisi belirlenmeye çalışılmıştır.

İnsansız Hava Araçlarında Kullanılabilecek Sandviç Kompozitlerin Geliştirilmesi

CARAN, Rabia¹, YÜKSEL YILMAZ, Ayten Nur¹⁻², ERCAN, Necati², YUNUS, Doruk Erdem², BEDELOĞLU, Ayşe^{1*}

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü

²Bursa Teknik Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü

ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

ÖZET

Sandviç kompozitler, klasik malzemelere oranla sahip oldukları hafiflik, yüksek dayanım/ağırlık oranı, dayanıklılık gibi özellikleri sayesinde havacılık ve uzay sanayii, denizcilik, otomotiv ve yapı endüstrisi gibi pek çok sahada geniş bir kullanım alanına sahiptir. Sandviç kompozitlerin, çeşitli uygulamalar için alt ve üst yüzey tabakaları ile çekirdeğinin farklı malzeme ve geometrik yapılardan seçilerek en uygun tasarımların elde edilebilmesi en büyük avantajları arasındadır. Havacılık alanında İnsansız Hava Araçlarına (İHA) yönelik talep ve çalışmalar tüm dünyada ve ülkemizde gün geçtikçe artmaktadır. İHALarda hafif ve yüksek dayanıma sahip olan alternatif malzeme seçenekleri değerlendirilerek ihtiyaçları karşılayacak en hafif yapının tasarlanması, uçuş süresinin artırılması açısından büyük önem taşımaktadır. 3B yazıcılarla ortaya çıkarılan ürünlerin maliyetlerinin geleneksel yöntemlerle üretilenlere göre ciddi ölçüde düşük olması, kendisine her alanda yer bulabilmesini sağlamaktadır. Bu sebeple bu çalışmada ilk olarak 3B yazıcıyla balpeteği ve özgün tasarımlara sahip çekirdek yapılar üretilmiş ve ardından el yatırması yöntemi ile alt ve üst yüzeylere epoksi ile karbon elyaf takviye edilerek sandviç kompozitler üretilmiştir. Çekirdek yapı için PLA ve PLA'nın özelliklerinin tek başına havacılık için yeterli olmaması sebebiyle son zamanlarda havacılıkta sunduğu üstün özelliklerden dolayı tercih edilen karbon elyaf katkılı PLA filamentler kullanılmıştır. Daha sonra bu filamentler kullanılarak üretilen sandviç kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Sonuç olarak yapılan tasarım ve karbon katkısı genel olarak malzemenin mekanik özelliklerini artırmıştır.

Sentetik Atık Takviyeli Oksitlenmiş Poliolefin Kompozitlerin Sentez Karakterizasyon ve Özelliklerinin İncelenmesi

DEMİRCAN, Erhan¹, AKAT, Hakan², GÜLGEÇ, Betül³

¹Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü, ²İşbir Sentetik Dokuma Sanayi AŞ.

erhandemircan@isbirsentetik.com

hakan.akat@ege.edu.tr

ÖZET

Oksitlenmiş poliolefin ile doğal atıklardan çeşitli kompozitler hazırlanarak bu kompozitlerin fiziksel (uzama, elastisite, kopma mukavemeti vb.) özellikleri ile termal özelliklerinin incelenmesi ile poliolefine kazandırılacak özelliklerle üretilen sentetik kumaşlar geliştirilecektir.

AMAÇLAR

Bigbag üretim prosesinde çıkan fire, dokuma hatalı üretim, bobin dibi vb. geri dönüşüm amaçlı kullanılan granülün fiziksel özellikleri (uzama, elastisite, kopma mukavemeti vb.) geliştirilerek tekrar kullanım oranlarının artırılmasıdır.

GİRİŞ

Bigbag içerisine doldurulan ürünü, yabancı madde, UV ve neme karşı koruyan, ürünün naklini ve stoklanmasını kolaylaştıran, doldurma ve boşaltma kolaylığının yanı sıra yüksek seviyede kullanım güvenliği sağlayan esnek ambalajlardır. Müşteri taleplerine göre iç torbalı veya torbasız, tek taşıma saplı, iki saplı veya dört saplı, farklı ebat, renk, model ve özelliklerde üretilmektedir. Big Bag ler 500-2000 kg aracıda yük taşıma kapasitesi olan büyük endüstriyel ambalajlardır. Big Bag bileşenleri ana gövde, taşıma kulpları, kapak ve taban ile dolmuş ve boşaltma bacalarıdır. Bu bileşenlerin tamamı Poliolefin (PO) hammaddeden üretilmektedir. Üretilen ürünlerin ana maliyet kalemlerinden biri hammadde maliyetidir. Türkiye'de plastik hammaddeleri tüketiminin ağırlığını komodite plastikler (PE, PP, PVC, PS) oluşturmaktadır. Plastik sanayinde özellikle Big Bag üretiminde de kullanılan polipropilen (PP) ve polietilen (PE) petrol türevi termoplastik girdilerin yurtiçi tedarikçisi PETKİM talebin yaklaşık %35'ini karşılamaktadır. Talebin geri kalanı ithal edilmektedir. Hammadde pazarının bu durumu göz önüne alındığında petrol borsası ve döviz kur artışları yüksek cironlarla ancak düşük kar marjları ile çalışılan ve rekabetin yoğun olduğu (özellikle kendi petrolü olan düşük işçilik maliyetli Çin ve Hindistan nedeniyle) sentetik dokuma sektöründe rekabet edebilirliği tehdit

eden ancak kontrolümüz dışında olan faktörlerdir. Bu nedenlerden rekabet gücünü arttırabilmek için reçete dizaynı ve gizliliği, fire oranının azaltılması ve hammadde verimliliği çok önemli faktörlerdir.

İŞBİR Sentetik ve Dokuma Sanayi şirketinin ana ürünü, Bigbag dir. 2020 yıl sonu itibariyle satışlarının %82,6'sını oluşturan Bigbag üretimine 1993 yılında başlamıştır. 130.000 metrekare kapalı alanıyla Türkiye'nin ve Avrupa'nın en büyük üretim tesislerinden birine sahip olan Şirket, Bigbag satışlarının 2018-2019 yıllarında ortalama % 70,4 ünü 42 ülkeye, 2020 yılında ise %74,4'ünü 40 ülkeye ihraç etmiştir. Big Bag ürün pazarı incelendiğinde yurt dışı big bag pazar büyüklüğü, en önemli müşterilerimiz olan Avrupa ülkeleri için yaklaşık, ayda 20-25 bin ton ve 50-55 milyon euro'dur (2018).

Üretim maliyetlerinde sağlanacak düşüş ve üretim kalitesindeki artış ile İŞBİR'in AB pazarındaki toplam payının ortalama %6.0-6.5 arası seyirden %7.0'nin üzerinde bir seyre çıkması beklenirken, gelişmekte olan pazardan elde edilen cironun toplam Big Bag cirosundaki payının da %5'lerden %10'a doğru yükselmesi beklenmektedir.

Poliolefinler, otomotiv sanayinde kullanılan parçalardan, tekstil ve yiyecek paketlemesine kadar çok geniş kullanım alanı olan termoplastik bir polimerlerdir. Örnek verecek olursak, monomer propilenin polimer hale getirilmesi ile elde edilen polipropilenler genelde kimyasal solventlere karşı aşırı derecede dirençlidir. Ticari olarak üretilen plastik malzemenin ortamdaki mikroorganizmalar tarafından ayrıştırılması zordur ¹. Birçok ticari uygulamasına rağmen, poliolefinlerin (PP, PE..) önemli bir eksikliği diğer malzemelerle zayıf etkileşimleridir. Ayrıca, bu tür poliolefinler diğer polimerlerle karıştırılmaya çalışılırsa yukarıda belirttiğimiz nedenlerden dolayı başarısız olunur. Örnek olarak Polipropilenin uyumsuzluğunu

gidermek istersek, polipropilene polar grupların eklenmesi gerekir. Birçok malzeme gibi ² PP, çok zayıf etkileşimli karışımlar oluşturur çünkü bu etkileşimleri sağlayacak kimyasal grupları yoktur. Herhangi bir özel etkileşim olmadan, PP ile karışabilir karışımlar veya kompozitler oluşturmak zordur³. Bu sınırlayıcı özelliklerinden dolayı polipropilenin modifikasyonu yani fonksiyonel grup kazandırılması polipropilene diğer malzemelerle uyumlu hale getirir. PP ile ilgili literatürde bazı çalışmalar vardır. Polyesterler ile ^{4,5} PP karıştırıldığında mekanik özelliklerin arttığı görülmüştür. Maleik anhidrit modifiye PP, PP ve LCP karışımların darbe ve çekme mukavemeti önemli ölçüde geliştirdiği görülmüştür ⁴.

Oksitlenmiş polipropilen kuvvetli bir yükseltgen (H₂O₂ veya KMnO₄) varlığında yapısında peroksitlerin ve perasitler olduğu bir oksid-polimerdir ⁶⁻⁸. Polimerin yapısında perasit gibi grupların olması oksitlenmiş polipropilene bir takım özellikler kazandırır (fonksiyonellik, karışabilirlik, çözünürlük vs). Böylelikle oksitlenmiş polipropilen kullanılarak blendler, uyumlaştırıcılar nano kompozitler veya kompozitler kolayca hazırlanabilir.

Bilindiği üzere kompozit en az iki farklı malzemenin makro boyutlarda birleşerek oluşturduğu yeni malzemedir ⁹. Kompozit üretimindeki amaç, tek başına uygun olmayan, birbiri içerisinde çözünemeyen malzemeleri kullanım alanlarına uygun özellikleri verebilecek duruma getirmek için yeni özellikler katmaktır. (Dayanım, hafiflik, esneklik, maliyet, vb.) Kompozit malzemeler ana yapısını iki bileşenden oluştururlar ¹¹⁻¹².

- Matris Malzeme (Polimer, metal ve metal alaşımı, seramik esaslı malzemeler)
- Takviye Malzeme (Çelik, karbür, aramid, naylon vb.)

Kompozit genelde dayanımlarını sert ve gevrek olan takviye malzemelerden alırlar. Matris malzemeler ise kompozite tokluk ve süneklik özelliği kazandırır. Malzemeleri bir arada tutma görevi de matris malzemedir. Kompozit malzemenin gösterdiği gerek yüksek mukavemet gerekse hafiflik özelliğinden dolayı kullanım alanı geniştir (Savunma Sanayi, Uzay Teknolojisi ve Havacılık Sektörü, Otomotiv Sektörü, Ulaşım Sektörü vb) ¹³⁻¹⁵.

DENEYSEL Malzeme

Oksitlenmiş polietilen TRX K-90 ve TRX K-96 Akdeniz Kimya'dan tedarik edilmiştir. Polipropilen

MH-418 Petkim Petrokimya AŞ'den temin edilmiştir. Geri dönüşüm (granül) polipropilen İŞBİR Sentetik bünyesindeki proseslerde oluşan fireler, hatalı ürünler, bobin sonlarından elde edilen GRPP000013 numaralı granüldür. MAH (maleik anhidrit) BDH Chemical Ltd.'den tedarik edilmiştir.

Yöntem

Numuneler Poex T-27 çift vidalı ekstrüderde hazırlanmıştır. Çalışma koşulları ekstrüder sıcaklığı 210 °C, motor devri ise 436 d/d. Numune kompozisyonları tabloda yer almaktadır.

Tablo 1. Numune kompozisyonları

Numune adı	PP	Granül	OPE	MAH
GR000013	0	100	0	0
GROPEMAH	0	89,4	10	0,6
GRPPOPEMAH	50	49,4	10	0,6

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Oksitlenmiş polietilenin asitlik değerleri için test yapılmıştır. Hassas olarak 1,000 gram oksitlenmiş PE numunesi balon içine tartıldı ve üzerlerine 100 ml ksilen eklendi. Çözelti geri soğutucu altında ve gliserin banyosu içinde, yaklaşık 140 °C civarında 1 saat karıştırılarak ısıtıldı. Hazırlanan çözülden sıcakken 50 ml alındı ve üzerine birkaç damla fenolftalein indikatörü eklenerek 0,1 N KOH ile titre edildi. Sarfiyatlar kaydedildi.

Hesaplama: 50 ml çözelti titre edildi.

$$\text{Asit Sayısı (OPE)} = \frac{56,1 \times 3,6 \times 0,09918}{1,0020} = 19,99$$

Elde edilen numunelerin MFI testleri Davenport marka cihazlarda yapılmıştır. Numunelerin MFI değerleri aşağıdaki tabloda yer almaktadır.

Tablo 2. Numunelerin MFI değerleri

Numune adı	MFI (gr/10 dk)
GR000013	6
GROPEMAH	9
GRPPOPEMAH	11

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde MFI değerlerinde artış gözlemlenmiştir. Molekül ağırlığı ile MFI değerleri arasındaki ilişkiyi anlayabilmek için numunelere molekül ağırlığı tayini yapılması gerekmektedir. Numunelerin mukavemet testleri için film ve/veya dog bone yapılarak kopma, uzama testleri yapılacaktır. Proje sonunda elde edilecek sonuç ile hammadde tüketimleri azaltılması, çevre dostu ürünler elde edilmesi, sıfır atık konusuna katkı sağlayacağı hedeflenmektedir.

GENEL SONUÇLAR

Oksitlenmiş polietilenin ölçülen asitlik değeri 20 olarak bulunmuştur. Oksitlenmiş polietilen ile yapılan numunelerin MFI değerleri şu şekildedir. GROPEMAH 9 g/10 dk, GRPPOPEMAH 11 g/10 dk.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Maleik anhidrit ve oksitlenmiş polietilen ile yapılan çalışmalar Metil Metakrilat farklı monomerler kullanılarak da tekrarlanabilir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma TÜBİTAK'ın 119C140 nolu 2244 Sanayi Üniversite projesine sağladığı destekle devam etmekte olup TÜBİTAK'a katkılarından dolayı teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

1. A. B. Mathur, V. Kumar, A. K. Nagpal, and G. N. Mathur, *Indian. J. Technol.*, 19, 89 (1981).
2. T. C. Chung and D. Rhubright, *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 31, 2759 (1993).
3. T. C. Chung and D. Rhubright, *Macromolecules*, 27, 1313(1994).
4. M. Heino and J. Seppala, *J. Appl. Polym. Sci.*, 48, 1677 (1993).
5. P. Bataille, S. Boisse, and H. Schreiber, *Polym. Eng. Sci.*, 27, 622 (1987).
6. Pieter Gijsman, Jan Hennekens, *Polymer Degradation and Stability* 42 (1993) 95-105
7. United States Patent US7622031 patent, Method for preparing oxidized polyolefin waxes 2009
8. WO2008089080A2 patent, Method for preparing oxidized polyolefin waxes 2007

9. Kaya, A.İ. (1995). Atık Kâğıtlardan Geri Kazanılmış Liflerden Kompozit Malzeme Üretim Olanaklarının Araştırılması, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, (Doktora tezi), sparta, 239p.
10. Hahn, H. T., Tsai, S. W. (1980). *Introduction to composite materials (Vol. 1): CRC Press.*
11. Itoh, M., Inoue, K., Hirayama, N., Sugimoto, M., Seguchi, T. (2002). Fiber reinforced plastics using a new heat-resistant silicon based polymer. *Journal of materials science*, 37 (17), 3795-3801.
12. Mazumdar, S. (2001). *Composites manufacturing: materials, product, and process engineering: Crc press.*
13. Qu, J. (1993). The effect of slightly weakened interfaces on the overall elastic properties of composite materials. *Mechanics of Materials*, 14(4), 269-281.
14. Rosato, D. V. (1997). *Designing with reinforced composites: Hanser Gardner Publications.*
15. Vasiliev, V. V., Morozov, E. (2001). *Mechanics and analysis of composite materials: Elsevier Pub*

Mechanical Characterization of Hemp Fiber Reinforced Thermoplastic Polymer Fiber Biocomposites

BAYSAL, Ataberk¹, YAYLA, Paşa², TURKMEN, Halit Süleyman³

^{1,2} Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

³ Istanbul Technical University, Aeronautical Engineering Department, Istanbul, Turkey
ataberkb@gmail.com

PURPOSE

In this study, the mechanical characterization tests of two different types of plates with short hemp reinforcements with polypropylene and recycled polypropylene matrix polymers were studied to reveal their tensile, compression, flexural and shear properties. Plates were fabricated by hot-pressing from their felt forms. These felts are being actively used at different industrial areas in their felt forms but their performances as biocomposite plates are not unknown in detail.

INTRODUCTION

Thermoplastic polymers are widely used together with natural fibers, due to their recyclability of both matrix and reinforcement material. Natural fiber reinforced composites present same or comparable mechanical properties with their lower densities compared to synthetic fiber reinforced composites¹. Thermoplastic felt is a combination of textile fiber, bonded by thermoplastic fibers to give a material with high thickness and low density. Properties of a thermoplastic felt depend on the applications where it is expected to be used. They are fabricated by carding and needling of short reinforcement fibers and polymer fibers together. Felts are being used as sound insulation and vibration absorption materials in automobiles. The automotive industry, where the lower cost and lower weight are critical, has started using natural fibers since the beginning of this century². The aviation industry, another area where cost and weight reduction are very important, has also started using natural fibers as a reinforcing material for polymer matrix composites³.

The increasing concerns on climate change and increased efforts on the use of recyclable or recycled materials for automobiles have shaped the perspective on thermoplastic felts from an insulation material to a structural material. Finding the right natural fiber and thermoplastic polymer fiber is essential to obtain a felt with the best mechanical properties, suitable for the desired design requirements. For this, seals with different polymer matrices must be mechanically

characterized and the test results must be compared with each other.

EXPERIMENTAL




Material

Hemp fiber reinforced nonwoven felts with polypropylene and recycled polypropylene fiber matrices have been provided by Şiteks. Felts are reinforced with short hemp fibers and uses two different polymers as matrix material, polypropylene (PP) and recycled polypropylene (RPP). Felts have 50% hemp fiber, 50% thermoplastic polymer fiber ratio by weight. Felts are produced by Şiteks by carding loose fibers into a felt-like batting and then punched together using barbed felting needles. All felts that contain polypropylene are black. The addition of color black does not affect the mechanical performance in any way, it is just a cosmetic change on the felt and it has been done due to customers of Şiteks' request. Since the company only produces felts with black color dyed polypropylene fibers, these black felts have been used for this study.

Method

Felts have been cut by Şiteks at the dimensions of 180 mm X 180 mm before delivery due to dimensional limitations of the hot press machine tray, as per the authors' request. Felts were hot pressed at Prof. Mustafa Köseoğlu Textile Based Composite Advanced Technology and Innovation Center in ITU. Four plates for each felt type, a total of eight plates were fabricated. After hot pressing completed, all plates were cut by using a water jet machine to produce test specimens without causing any delamination or heat-affected zone on the specimens.

Tensile, compression, flexural, and shear tests were conducted on the specimens. Table 1 shows the felt types and the mechanical tests that are conducted with the numbers of specimens tested. For every test type, only one plate could be allocated, five specimens were tested for each tensile, compression and flexural test and due to the dimensions of the

1. BAYSAL, Ataberk ( 0000-0001-6663-2156)
2. YAYLA, Paşa ( 0000-0002-1787-9475)
3. TURKMEN, Halit Süleyman ( 0000-0001-5508-7236)

plates, only four specimens could be cut and tested for the shear tests.

All testing of the samples was completed by using Shimadzu AGS-X series universal electromechanical test device with a load cell of 50 kN. The tests were conducted at Mechanical Tests Laboratory in Marmara University. All specimens were cut, and mechanical tests were conducted according to the relevant ISO and ASTM standards. ISO 527-4, ISO 14126, ISO 14125, and ASTM D7078M were used for tensile, compression, flexural and shear tests, respectively. All results are given with their standard deviations as “Mean \pm SD” form.

Table 1. Biocomposite plate properties

Material	Area Density	Thickness	Weight	Density
PPH	1200 g/m ²	2 mm	38.9 g	0.6 g/cm ³
RPPH	1200 g/m ²	2 mm	38.9 g	0.6 g/cm ³

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

After the completion of all the tests, strength, strain, and modulus values were calculated for every test by using the equations in their relevant standards. Tensile stress-strain curves of plates are shown in Figure 1, and tensile test results of specimens are tabulated in Table 2. To shorten names of biocomposite plates to make a room at the tables, names of the plates are coded as initials of matrix and reinforcement as PPH and RPPH.

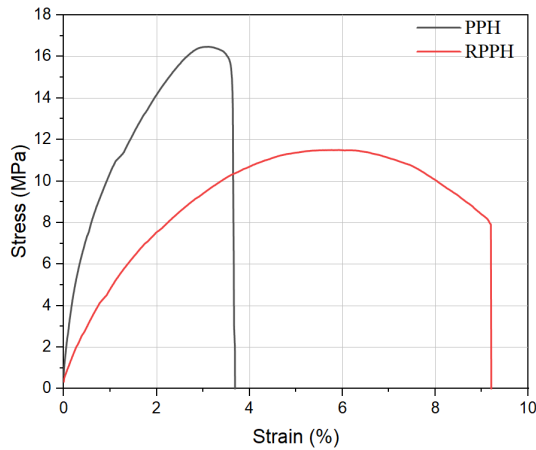


Figure 1. Stress-strain curves of tensile tested specimens

Table 2. Tensile test results of specimens

Code	Maximum Stress (MPa)	Modulus (MPa)	Strain (%)
PPH	16.69 \pm 0.96	1574 \pm 327	3.19 \pm 0.49
RPPH	12.24 \pm 1.49	583 \pm 169	7.12 \pm 1.87

Figure 1 shows the tensile stress-strain curves of an average of five specimens of PPH and RPPH. RPPH shows a more ductile behavior than PPH. Also, PPH has 36% higher tensile strength and 63% higher tensile modulus than RPPH with lower strain value.

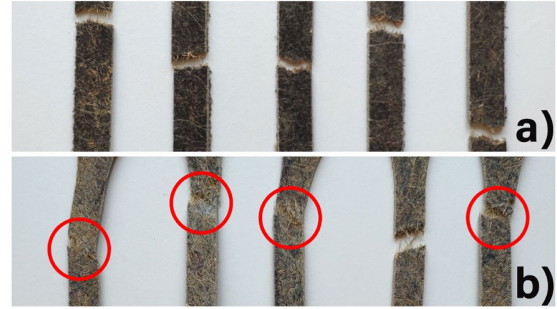


Figure 2. Fractured specimens after tensile testing, a) specimens of PPH b) specimens of RPPH

Figure 2 shows the difference in failure between the specimens. While all specimens of PPH have been broken completely, specimens with circles have shown partial breaking. Only one specimen of RPPH is completely broken.

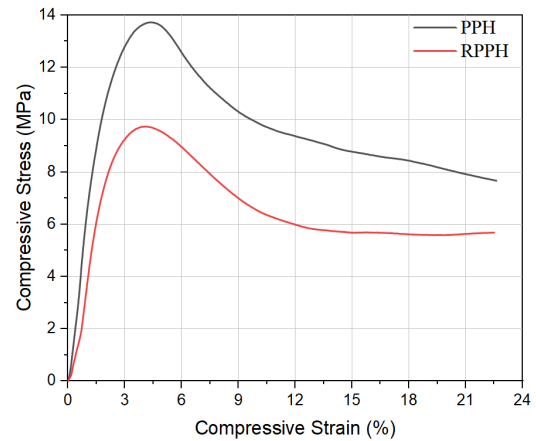


Figure 3. Compressive stress-strain curves of tested specimens

Table 3. Compression test results of specimens

Code	Maximum Stress (MPa)	Modulus (MPa)	Strain (%)
PPH	13.99 \pm 1.36	712 \pm 158	4.24 \pm 0.35
RPPH	10.86 \pm 2.80	632 \pm 232	4.10 \pm 0.92

Figure 3 shows the compressive test curves of PPH and RPPH. However, the PPH has performed better than RPPH. Table 3 shows the compression test results of PPH and RPPH. Similar to the tensile test results, PPH has performed better than RPPH with 29% higher compressive strength and 13% higher compressive modulus.

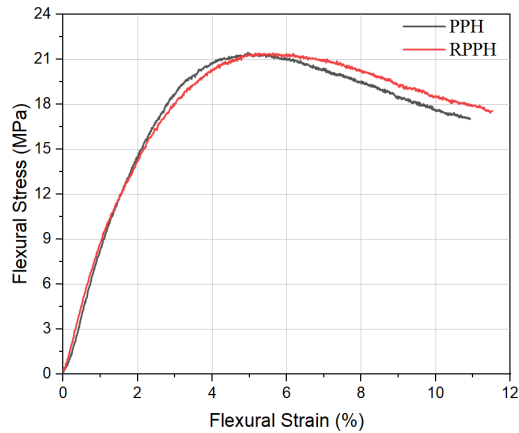


Figure 4. Flexural stress-strain curves of tested specimens

Table 4. Flexural test results of specimens

Code	Maximum Stress (MPa)	Modulus (MPa)	Strain (%)
PPH	21.67 ± 1.32	685 ± 74	5.40 ± 0.13
RPPH	21.84 ± 4.04	657 ± 222	5.87 ± 0.56

Figure 4 and Table 4 show the results of flexural tests. Flexural stress and modulus values of both biocomposites are almost the same. Their maximum strain values at the maximum point of strain are also very similar to each other and their curves are almost the same. However, there is one aspect that separates the behavior of PPH from RPPH. RPPH has very high standard deviation values compared to the deviations of PPH. Also, the individual specimen behaviors of both batches show this difference as shown in Figure 5.

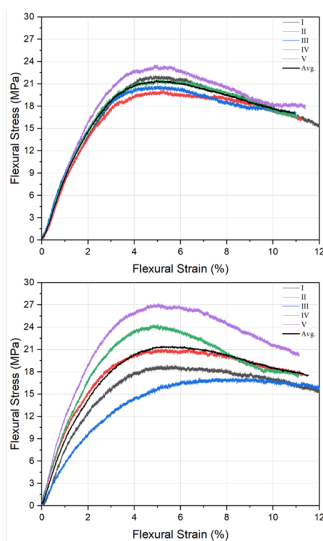


Figure 5. Flexural specimen behaviors of PPH on top and RPPH on the bottom.

Figure 5 also shows the high scatter of RPPH specimens. This high scatter of specimen results is most likely due to the behavior of different recycled polypropylene fibers obtained from different industrial areas for the recycling process.

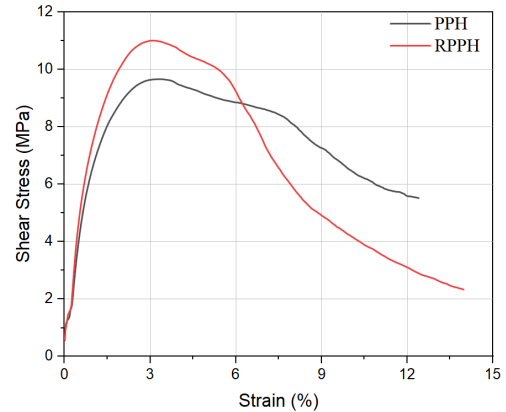


Figure 6. Shear stress-strain curves of tested specimens

Table 5. Shear test results of specimens

Code	Maximum Stress (MPa)	Modulus (MPa)	Strain (%)
PPH	9.18 ± 0.49	857 ± 47	3.83 ± 1.17
RPPH	11.11 ± 0.88	1236 ± 89	3.02 ± 0.55

Table 5 shows that shear stress and modulus values of RPPH are higher than those of PPH with 21% and 44% respectively.

RPPH has lower tensile and compression strengths and modulus values than PPH. They have similar flexural test results, but it should also be noted that even though flexural test results are similar, the standard deviation of flexural stress and modulus values are high, relative to their mean values. These standard deviation values are equal to 19% of the mean flexural stress and 34% of the mean flexural modulus. This proves again the assumption made above about the high scatter of RPPH.

Barbosa et. al.⁴ worked on the impact and the tensile properties of recycled polypropylene polymers in their granule form. They have concluded that there is no big difference in tensile properties between polypropylene and recycled polypropylene.

Bourmaud et. al.⁵ found similar results as Barbosa et. al. but they also noted that the recycling of these materials was done by the laboratory condition, thus it is not real recycling materials collected from different sources.

Tri Phuong et. al.⁶ proposed that polypropylenes have worse mechanical properties after the recycling process, so there are conflicting results about this subject. They also proposed that the mechanical performance of recycled polypropylene greatly depends on the recycling process and recycling temperature.

As Bourmaud et. al.⁵ noted, laboratory and industrial recycling may differ greatly from each other, due to the application differences between these two areas. Biocomposite felts that have been produced and tested for in the study were used in different industrial areas actively. Most likely, these polypropylene fibers have been used by the industry heavily until they become worn out. This might explain the tensile and compression performance difference between PPH and RPPH. The reason for higher flexural strength and modulus scatter of RPPH is mainly due to the variety of different recycled PP fibers. Instead of providing from one supplier, these recycled PP fibers have been provided from different suppliers and were used in different industries. Although it is presumed that the fibers to be mixed equally before carding process, this scatter in tensile tests shows that the RPPH specimens are not completely homogeneous.

CONCLUSIONS

In this study, the short fiber hemp reinforced with polypropylene fiber matrix and recycled polypropylene fiber matrix felts were hot-pressed, water jet machined and mechanically tested to determine their mechanical properties. It has been seen that recycled polypropylene matrix biocomposite has shown poor performance on tensile and compression tests compared with the virgin polypropylene matrix biocomposite. During tensile testing, the biocomposite with recycled polypropylene matrix has shown more ductile behavior than its virgin polypropylene counterpart. Their flexural test values were similar to each other.

Highly scattered values among the specimens of recycled polypropylene matrix were observed at the tensile, compression and flexural tests, indicating a high variety of polypropylene fibers with different mechanical properties.

Recycled polypropylene matrix biocomposite has shown better shear properties than virgin polypropylene matrix biocomposite.

This performance difference in tensile and compression tests together with no visible difference in flexural tests indicates that these fibers have been worn out at the areas where their tensile and compression strength have been utilized.

SUGGESTIONS FOR FUTURE STUDIES

Further tests with these plates will be conducted to determine their impact and failure properties. In addition to the biocomposites used in this study, different types of felts using different thermoplastic polymers will be tested and compared with the current results to determine their mechanical characteristics.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors acknowledge Şismanlar Tekstil A.Ş. "Şiteks" for providing hemp-reinforced thermoplastic felts.

REFERENCES

1. Joshi, S. V., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., & Arora, S. (2004). Are natural fiber composites environmentally superior to glass fiber reinforced composites? *Composites Part A: Applied science and manufacturing*, 35(3), 371-376.
2. Ahmad, F., Choi, H. S., & Park, M. K. (2015). A review: natural fiber composites selection in view of mechanical, light weight, and economic properties. *Macromolecular materials and engineering*, 300(1), 10-24.
3. Arockiam, N. J., Jawaid, M., & Saba, N. (2018). Sustainable bio composites for aircraft components. In *Sustainable Composites for Aerospace Applications* (pp. 109-123). Woodhead Publishing.
4. Barbosa, L. G., Piaia, M., & Ceni, G. H. (2017). Analysis of impact and tensile properties of recycled polypropylene. *International Journal of Materials Engineering*, 7(6), 117-120.
5. Bourmaud, A., Le Duigou, A., & Baley, C. (2011). What is the technical and environmental interest in reusing a recycled polypropylene-hemp fibre composite?. *Polymer Degradation and Stability*, 96(10), 1732-1739.
6. Tri Phuong, N., Gilbert, V., & Chuong, B. (2008). Preparation of recycled polypropylene/organophilic modified layered silicates nanocomposites part I: the recycling process of polypropylene and the mechanical properties of recycled polypropylene/organoclay nanocomposites. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 27(18), 1983-2000.

Çözeltiliye Daldırma Yöntemiyle Üretilen Karbon-Epoksi Prepreglerde Baskı Silindir Kuvvetinin Kompozit Mukavemetine Etkisi

ERCAN Mehmet E.^{1,2}, KUBİLAY F. Zeynep^{2,3}, GÖKÇE Emine C.³, SEYHAN Aybeniz³, POLAT Yusuf^{4,*}

¹Savunma Teknolojileri Bölümü, Ankara Yıldırım Beyazıt Üni., Ankara, Türkiye,

²Ar-Ge Bölümü, Merih Asansör A.Ş., Ankara, Türkiye

³TEMAG Lab., Tekstil Tek. Ve Tasarım Fak., İstanbul Teknik Üni., İstanbul, Türkiye

⁴Makine Müh. Bölümü, Müh. ve Mimarlık Fak. Erzurum Teknik Üni., Erzurum, Türkiye

*yusuf.polat@erzurum.edu.tr

ÖZET

Yabancı kökenli olan ve önceden ıslatılmış (pre-impregnated) manasına gelen prepreg malzemeler, kompozit üretiminde ara bir form olarak üretilen yarı mamul ürünlerdir. İki ana üretim metodundan bir tanesi olan çözeltiliye daldırma yönteminde (solution dip method) kumaş reçine çözeltilisine daldırılarak üzerindeki fazla reçine sıyrılır. Bir dizi ısıtım işlemi uygulandıktan sonra sarılarak belirli bir kimyasal formda raf ömrü dahilinde düşük bir sıcaklıkta muhafaza edilir. Karmaşık bir proses olan çözeltiliye daldırma yönteminde üretim kalitesi belli başlı parametrelere bağlıdır. Bu yazıda, bahsedilen parametrelerden biri olan baskı silindir kuvvetinin kompozit malzeme mukavemetine etkileri incelenmiş, yapılan eniyileme çalışmalarında optimum dayanım değerinin sağlandığı bir baskı silindir kuvvet aralığının bulunduğu tespit edilmiştir.

AMAÇ

Çözeltiliye daldırma yöntemiyle üretilen prepreg malzemelerde, ürün kalitesi açısından önemli bir etkiye sahip olan baskı/sıyırma silindirlerinin, son ürün mukavemetine etkileri deney sonuçlarıyla incelenerek optimum bir kuvvet aralığı olup olmadığı araştırılmıştır.

GİRİŞ

Prepreg üretim yöntemi endüstride uzun yıllardır kullanılmasına rağmen, prosesi uygulayan üreticiler, prosesle ilgili yöntem, malzeme, proses parametreleri vs. gibi bilgileri gizli tutmaktadır.

Prepreg üretim yöntemlerinden biri olan çözeltiliye daldırma yöntemi kompleks bir prostedir. İstenilen özellikte prepreg elde etmek için çalışma koşullarına bağlı kritik parametreler sıcaklık, sıkma silindir basıncı, reçine viskozitesi ve hat hızı olarak ele alınabilir^{1,2}. Çözeltiliye daldırma yöntemiyle üretilen prepreg ürünlerde başlangıç parametresi reçinedir.

Reçine, düşük viskozite özelliğine sahip olmalıdır ve mikron boyutlarındaki lif demetleri arasındaki boşluklara nüfuz edebilmelidir³. Viskozite aynı zamanda sıcaklığın bir fonksiyonu olmakla birlikte sıcaklığın prostesteki diğer bir işlevi de prepreg ürünün, ön kürleştirme ile şekil verilebilir yarı mamul olmasını sağlamaktır⁴. Proses hat hızı, ısıtım işlem süresini doğrudan, reçine viskozitesini ve impregnasyonu dolaylı olarak belirlediği için, viskozite, sıcaklık ve üretim hızı, birbirleriyle etkileşen ana proses parametreleridir. Baskı silindirlerinin fonksiyonu ise bu üç değişkenden bağımsız olarak, reçine haznesi çıkışında bir baraj etkisi meydana getirmektir. Silindirler, fiberler üzerinde bulunan fazla reçineyi sıyrarak fiber demetleri arasında bulunabilecek hava kabarcıklarının reçineyle yer değiştirmesini sağlamaktadır. Böylece baskı silindirleri, prepregdeki reçine-elyaf oranını da büyük ölçüde belirlemektedir. Bu çalışmada; laboratuvar ölçekli prepreg üretim hattı ile üretilen prepregler üzerinde, hat hızı, sıcaklık ve reçine viskozitesi parametrelerinin değiştirilmediği şartlarda, baskı silindirlerinin uyguladığı kuvvetin son ürün olan kompozit mukavemetine etkisi araştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzemeler

Merih asansör bünyesinde Tübitak destekli proje kapsamında lab ölçekli prepreg araştırma hattı kurulmuştur. Duratek KL-790 epoksi reçine sistemi ve Spinteks 200 g/m² karbon elyaf malzemeleri tedarik edilmiştir.

Yöntem

Çözeltiliye daldırma (solution dip) yöntemi kullanılan üretimde reçine viskozitesinin 50 mPas değerinin üzerinde olmadığı reçine sistemleri impregnasyon işlemine elverişli olarak tanımlanır³. Bu sebeple ilk olarak reçine viskozitesinin sıcaklığa bağlı eğrisi deneysel olarak saptanmıştır. Epoksi reçine ve sertleştirici, ürün bilgi formunda belirtildiği gibi

ERCAN, Mehmet E. (0000-0002-5855-3930)

KUBİLAY, F. Zeynep (0000-0001-9617-4045)

GÖKÇE, Emine C. (0000-0003-0792-1921)

SEYHAN, Aybeniz (0000-0003-2383-019X)

POLAT, Yusuf (0000-0002-4807-7002)

sırasıyla ağırlıkça %55 ve %45 oranlarında karıştırılarak impregnasyon banyosuna konulmuştur. Reçine pot süresi uzun olduğundan ve proses hızı düşük olduğu için laboratuvar ölçekli hat ile çalışılırken, herhangi bir dozajlama sistemine ihtiyaç duyulmamış ve reçine banyosuna manuel olarak besleme yapılmıştır.

Prepreg üretimi için metrekareye düşen karbon elyaf ağırlığının az olması, reçinenin lifler arasında nüfuziyetinin daha kolay olmasını sağlamaktadır. İyi bir emdirme sağlamak amacıyla dokuma sıklığı 200 g/m² olan karbon elyaf kumaş kullanılmıştır³. Laboratuvar ölçekli hat ile numuneler üretilmeden önce, prototip bir baskı silindiri ünitesi ile denemeler yapılmıştır. Elle yatırma yöntemiyle ıslatılan elyaflar bu prototip silindirlere geçirilmiştir. Lab ölçekli hat üzerine konulacak silindir adedi ve geçiş sayısı, prototip hat üzerinde yapılan denemeler sonucunda ölçülen elyaf reçine ağırlık oranlarına göre belirlenmiştir.

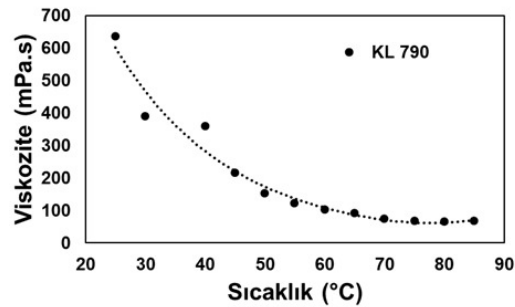
Yapılan ön çalışmalarda çok yüksek kuvvetlerin kumaş formunu bozduğu gözlemlendiğinden hidrolik kuvvetin yerine, baskı kuvvetini ayarlamak amacıyla silindir çenelerine, yay sabiti deneysel olarak tespit edilen kuvvet yayları takılmıştır. Böylece yay sıkışma miktarına bağlı olarak silindir baskı kuvvetleri ampirik yöntemle hesaplanmış, 200 N, 400 N ve 600 N değerleri için prepreg üretimleri yapılmıştır.

Baskı silindirlerinde uygulanan kuvvet ile elyaf demetleri içerisindeki hava kabarcıkları giderilmiş, reçine penetrasyonu sağlanmıştır. Daha sonra ısı işlem uygulanarak, kılcallık etkisiyle reçinenin demetler arasında nüfuziyetinin artırılması amaçlanmıştır.

Üretilen prepreg numunelerinden ASTM D638-14 ve D790-17^{5,6}, standartlarına göre test numuneleri hazırlanarak çekme ve üç nokta eğme testleri gerçekleştirilmiştir.

Sonuçlar

Proseste reçine uygunluğu önemli bir parametre olduğundan reometrede reçine viskozitesi test edilmiş viskozite sıcaklık eğrisi çıkarılmıştır (Şekil-1). İyi bir emdirme elde etmek için gerekli viskozite değeri 50 mPas değerinin altında olması gerektiğinden³ yaklaşık 70-80 °C civarında ısı işlem uygulanarak çalışılması uygun görülmüştür.



Şekil-1 KL-790 Viskozite-Sıcaklık Eğrisi

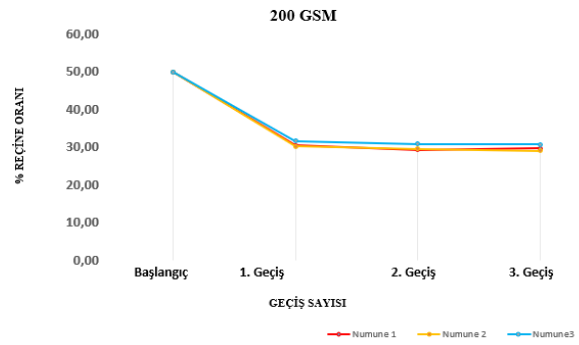
Baskı silindir sayısının reçine oranına etkisini görmek amacıyla prototip bir baskı silindiri ünitesi tasarlanmıştır (Şekil-2).

Dokuma karbon elyaf kumaşlar (0,5 x 1 m²) geçiş öncesi ve her geçişten sonra tartılarak ağırlıkça reçine-fiber oranları belirlenmiştir. Yapılan geçiş testleri sonucunda hazırlanan deneysel çalışma verileri grafikte gösterilmiştir (Şekil-3).



Şekil-2 Prototip baskı silindir ünitesi

Geçiş adedine bağlı olarak kumaş üzerinde kalan reçine oranının, ilk geçişten sonra önemli miktarda değişiklik göstermediği görülmüştür. Baskı silindirlerinde yüksek basınç uygulanmasının fiberler üzerinde deformasyona sebep olduğu da ayrıca gözlemlenmiştir. Bu sebeple baskı kuvveti değerinin 200 N ile 600 N aralığında optimize edilmesine karar verilmiştir.



Şekil-3 Baskı silindir geçiş sayısına göre reçine-fiber oranları

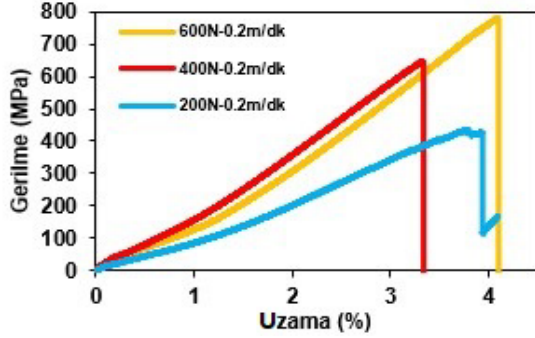
Sistemde hat hızı, reçine viskozitesi ve sıcaklık parametreleri değiştirilmeden aynı koşullarda üretilmek kaydıyla baskı silindirlerinde farklı üç kuvvet değeri için üretim yapılmıştır. Üretilen prepreg numunelerin listesi Tablo-1'de gösterilmiştir.

Tablo-1 0,2 m/dk hızda aynı koşullarda üretilen numunelere uygulanan baskı kuvvetleri.

Prepreg Üretim Koşulları	Baskı Kuvveti (N)		
0,2 m/dk, 80 °C, 50 mPas	200	400	600

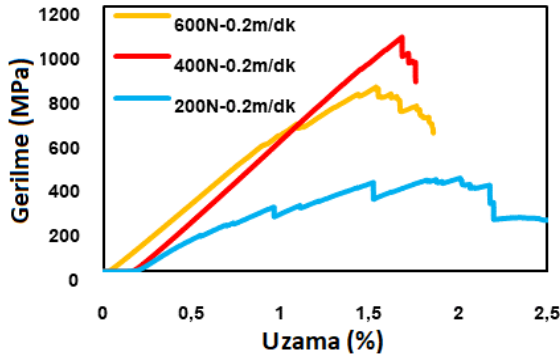
Yarı mamul prepreg ruloları halinde üretimler yapılmıştır. Rulolardan 400 mm x 400 mm olacak şekilde kesilerek hazırlanan numuneler sıcak preste (10 katman, 140 °C, 15 ton baskı kuvveti altında 10

dk.) kürleştirilmiştir. Testler için kürleşmiş Kompozit numuneler ASTM D638-14 standardında belirtilen ölçülerde su jeti ile kesilmiştir. Çekme testi numunelerine ait test sonuçları Şekil-4'te verilmiştir. Çekme test sonuçlarına bakıldığında kuvvet miktarı arttıkça çekme mukavemetinin yükseldiği görülmüştür.



Şekil-4 200,400 ve 600 N baskı altında üretilen prepreg numunelerin çekme testlerine ait gerilme - uzama grafiği.

ASTM D790-17 standardında belirtilen ölçülerde su jeti ile kesilen eğme numunelerine ait eğilme test sonuçları grafikte gösterilmiştir (Şekil-5). Tabakalar arası gerilme mukavemetini ifade eden eğilme grafiğine dikkat edilirse, belli bir baskı kuvvet değerine kadar mukavemet artarken, bir noktadan sonra mukavemet değerinin düştüğü gözlemlenmektedir. Bu durumda 400 N değerinin optimum bir baskı kuvveti olduğu görülmüştür.



Şekil-5 200 N, 400 N ve 600 N baskı altında üretilen prepreg numunelerinin eğilme testine ait gerilme- uzama grafiği.

YORUMLAR

Baskı silindirlerinin prepreg üzerine etki ettiği kuvvet, fiber demetleri arasındaki hava kabarcıklarını dışarı ittirerek bu boşluklara reçine nüfuz etmesini sağlamaktadır. Diğer yandan fazla reçineyi kumaş üzerinden sıyrarak reçine fiber oranını ayarlamaktadır. Ancak baskı silindirlerinde uygulanan fazla kuvvet, prepreg fiber formunu bozmaktadır. Kuvvet uygulanmadığında ise elyaflar üzerinde yoğun miktarda reçine kaldığından istenilen mukavemet özellikleri sağlanamamaktadır. Söz konusu silindirlerin fiberler üzerine etki edeceği

kuvvet, her sistem için optimize edilmelidir. Yapılan bu çalışmada prepreg üretiminde optimum bir baskı kuvveti ile çalışılması gerektiği anlaşılmıştır. Elde edilen veriler doğrultusunda yaklaşık 400 N baskı kuvvetinde, en ideal mukavemet sonuçlarına ulaşılmıştır. Gelecek dönem çalışmalarında daha iyi mukavemet değerleri sağlayabilmek amacıyla, bu değerin alt ve üst yakın değerleri incelenecektir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma TÜBİTAK 3191539 numaralı proje desteği ile gerçekleştirilmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Seferis J.C., Velisaris C.N., Drakonakis V. M., 2012, "Prepreg Manufacturing", Wiley Encyclopedia of Composites, Second Edition.
- [2] Akbar, S., Ding, C. Y., Yousaf, I., & Khan, H. M. (2008). E-Glass/Phenolic Prepreg Processing by Solvent Impregnation. *Polymers and Polymer Composites*, 16(1), 19–26.
- [3] Wiedemann G., Rothe H., Review Of Prepreg Technology, Developments In Reinforced Plastics-5 Processing And Fabrication Ch.-3.
- [4] K. J. Ahn, James C. Seferis, September 1993, "Prepreg processing science and engineering", *Polymer Engineering & Science*, Volume 33, Issue 18 p. 1177-1188.
- [5] ASTM D638-14, Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014
- [6] ASTM D790-17, Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials1, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2020

Alüminyum Ramat Katkılı Polioksümetilen Kompozitlerin Sünme Özelliklerinin İncelenmesi

YURTBAŞI, Zühal¹KURT, Gökçe¹, KAŞGÖZ, Alper¹,

¹Yalova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi

zahal.yurtbasi@yalo.edu.tr

ÖZET

POM ve ramat bileşenleri ile elde edilen kompozitlerin sünme özelliği incelenerek ramatın sektörde kullanılabilirliği görmek amaçlanmıştır. Elde edilen sonuçlar incelendiğinde de sünme özelliğinde gelişme görülmüş ve uzun vadede de bunun sağlanabildiği 1 günlük sünme eğrileri incelenerek belirlenmiştir.

AMAÇLAR

Bu çalışma ile alüminyum cevher üretiminde atık ürün olarak elde edilen ramatın polioksümetilen ile birlikte kullanılarak faydalı bir kullanım alanının oluşturulmasını sağlamaktır.

GİRİŞ

Polioksümetilen (POM), poliasetal adı ile de karşımıza çıkan yarı kristalin yapıya sahip bir mühendislik polimeridir. POM, yüksek mukavemet, yüksek kimyasal dayanım özelliklerinin yanında düşük sürtünme direnci ile aşınma direnci yüksek malzemedir¹. Bu özellikleriyle otomotiv parçalarında sıkça kullanılmaktadır.

Alüminyum cevherinin işlenmesi ülkemizde gün geçtikçe artmaktadır. Dolayısıyla atık ürünü olan cüfur miktarı da her geçen gün artış göstermektedir. Alüminyum cürufu metalik alüminyum ile birlikte NaCl, KCl ve CaF₂ gibi tuzlar ve Al₂O₃ gibi metalik oksitlerde barındırmaktadır. Alüminyum cürufunun bertaraf edilmeden gömülmesi dünyanın birçok yerinde yasaktır. Bu nedenle bertaraf edilmesi yerine geri dönüşebilir bir uygulama alanının bulunmasıyla hammadde kaynağı olarak kullanılabilirliğinin sağlanması oldukça çevreci bir çözüm sağlamaktadır².

Polioksümetilen için işleme kolaylaştırıcı kaydırıcı etkisi bulunan Al₂O₃ kullanımı literatürde mevcuttur³. Bu çalışma ile alüminyum ramatın Al₂O₃ barındırmasından yola çıkılarak polioksümetilen polimeri ile faydalı bir uygulama alanının elde edilip edilemeyeceği sünme test sonuçları incelenmesi ile değerlendirilmiştir.

- YURTBAŞI, Zühal (ORCID No: 0000-00032-2172-3139)
- KURT, Gökçe (ORCID No: 0000-0002-8262-4786)
- KAŞGÖZ, Alper (ORCID No:0000-0001-9869-8555)

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmalar sırasında kullanılan alüminyum ramat yerli üreticilerden temin edilmiştir. POM ise Kocetal firmasından (K300) temin edilmiştir.

Yöntem

Kompozitler Tablo 1'de verilen oranlara göre çift vidalı ekstrüzyonda granül olarak üretilmiştir. Ekstrüzyon sıcaklık profili olarak besleme bölgesinden ekstrüzyon kafa bölgesine doğru 120-165-190-210°C olarak belirlenmiştir. Elde edilen granüllerden baskı kalıplama yöntemi ile filmler elde edilmiş ve test örneği olarak kullanılmıştır.

Tablo1. Hazırlanan kompozit örneklerinin içerikleri ve isimlendirilmesi

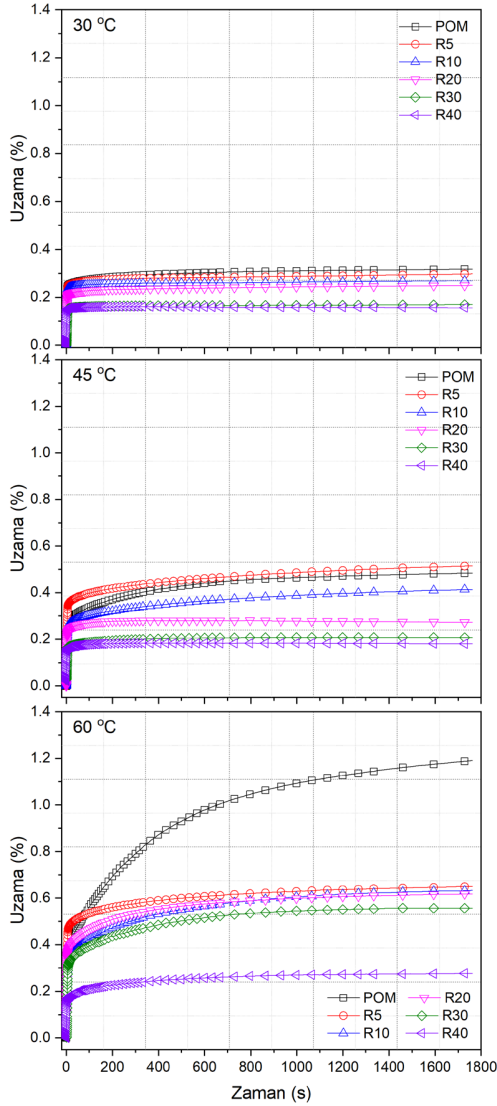
KOMPOZİT İSMİ	Ramat (kütlece %)	POM (kütlece %)
POM	0	100
R5	5	95
R10	10	90
R20	20	80
R30	30	70
R40	40	60

Hazırlanan kompozitlerin sünme özellikleri tek eksenli çekme sürünme davranışları dinamik mekanik analiz cihazı (Discovery Hybrid Reometer-1, DHR-1, TA, USA) ile iki farklı sıcaklıkta (30 ve 45°C) 5 MPa'lık sabit bir stres seviyesi ile ölçülmüştür. Sürünme süresi 3 dakika olarak belirlenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

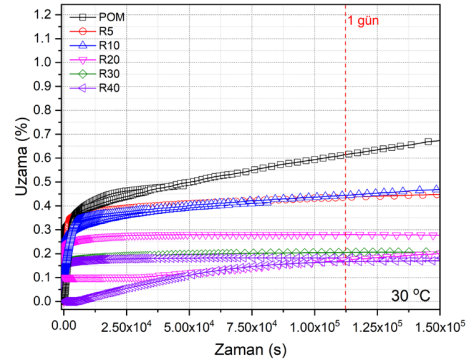
30, 45 ve 60°C sıcaklıklarda 5 MPa gerilme değeri altında POM/Ramat kompozitleri için sürünme eğrileri Şekil 1'de gösterilmektedir. Grafiklerde de görüldüğü gibi POM polimerine ramat bileşiminin katılması ile sünme değerlerinde bir azalma görülmektedir. Sonuçlar incelendiğinde, ramatın polioksümetilenin yapısına katılma oranının artmasıyla sünme değerlerinde giderek azalması ile sonuçlanmıştır. Bu durumun nedeni olarak ramatın POM zincirleri arasına girmesi ve deformasyonun kendi üzerinde taşınmasını

sağlamasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Sıcaklık değeri arttıkça ramat oranı ile sünme değerleri arasında düzenli bir ilişki bulunmamaktadır. Bunun sebebi ramatın kaydırıcı etkisinin sıcaklık artışı ile reolojik özelliklerindeki etkilerininin de görünür hale gelmesi olarak değerlendirilebilmektedir.



Şekil 1. POM/Ramat kompozitlerinin 30, 45 ve 60 °C sıcaklıklardaki sünme eğrileri.

Ayrıca 30°C'deki sünme test sonuçlarının 1 günlük süre değerleri ise Şekil 2'de gösterilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde, ramatın eklenmesi ile sünme değerlerinde görülen azalmanın zamana bağlı olarak uzun vadede de POM'un sünme değerlerinin altındaki değerlerde davranış göstermektedir.



Şekil 2. POM/Ramat kompozitlerinin 30°C'deki 1 günlük sünme eğrileri.

GENEL SONUÇLAR

Sonuçlar incelendiğinde POM'a ramat eklenmesi ile sünme deformasyon değerinin azaldığı ve bunun uzun vadede de sağlandığı görülmektedir. Bu çalışma için amaç ramat atığına bir uygulama alanının bulunması olarak belirlenmiş ve sonuçlara bakıldığında POM'un sünme özelliklerini geliştirdiği görülmüştür. Böylelikle ramatın uygulama olarak POM ile kullanılabilmesi ve kullanım ömrünü arttırabileceği söylenilebilmektedir.

TEŞEKKÜR/BILGILENDİRME/FON KAYNAĞI

Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 2020/AP/0009 nolu proje kodu ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- Koç, Recep, and İbrahim Mutlu. "POLİ-OKSİMETİLEN (POM) VE KOMPOZİTLERİNİN ABRASİV AŞINMA DAVRANIŞLARI." *Teknoloji* 8.2 (2005).
- Çelik, Osman Halil. *Alüminyum Siyah Curuflarındaki Alüminyumun Ve Bileşiklerinin Hidro Ve Pirometalurjik Yöntemler İle Geri Kazanılması*. Diss. Fen Bilimleri Enstitüsü, 2015.
- Wacharawichanant, Sirirat, Paramaporn Sahapaibunkit, and Unchana Saeueng. "Study on mechanical and morphological properties of polyoxymethylene/Al₂O₃nanocomposites." *Proceedings of the TIChE International Conference* 2011. 2011.

Cellulose Nano fibrils Effects on Thermal Stability and Dynamic Mechanical Properties of Epoxy Nanocomposites

NEGAWO, Tolera A.^{1,2}, KILIC, Ali,^{1,4} CANDAN, Zeki³

¹TEMAG Labs, Faculty of Textile Technology and Design, Istanbul Technical University, Turkey

²Wollo University, Department of Textile Engineering, Kombolcha, Ethiopia

³Department of Forest Products Engineering, Faculty of Forestry, Istanbul University-Cerrahpasa, Turkey

⁴Areka Advanced Ltd., Istanbul, Turkey

tolman2011@gmail.com

SUMMARY

The epoxy resin filled with cellulose nanofibrils (CNF) was developed by liquid cast molding techniques. The effects of incorporating nano cellulose fibrils filler into epoxy at different loading (1wt%, 3wt%, and 5wt %) were investigated. The results of thermal properties from DSC, TGA, and DMA discussed thermal stability and stiffness of epoxy nanocomposites. From DMA test results, the reduction in tan delta peak height of nanocomposites with the increase in NCF loading shows increments of stiffness imparted by fillers. The glass transition temperature of nanocomposites shifted to a higher temperature as the filler loading and uniform dispersion were attained. The thermal stability of CNF filled nanocomposites can be compared from TGA results. The temperature where maximum weight loss happened is shifted to a higher temperature when compared with pure epoxy polymer. CNF fillers acted as a thermal insulating barrier to the epoxy polymer and resulted in less thermal degradation of nanocomposites relatively. From overall test results, 3wt% CNF is the optimized cellulose nanofibrils filler loading for better thermal properties and modulus of the epoxy-based nanocomposites

Keywords: cellulose nanofibrils, epoxy, nanocomposite, thermal stability, DMA

PURPOSE

The objective of the present work was to investigate the effects of incorporating nano cellulose fibrils filler into epoxy at different loading. Epoxy resin-based bio-nano composites were manufactured using the Liquid Composite Molding (LCM) process and the resulting epoxy nanocomposite's mechanical and thermal properties were characterized.

INTRODUCTION

Lignocellulosic fiber or natural fibers constructed mainly from cellulose, hemicellulose, and lignin are reinforcing elements of biocomposites. These biocomposites unlock the potential of underutilized

renewable agricultural biomass to be commercially¹ applicable other than food based markets^{1 2}. Biocomposites are used in the automotive, packaging, building, and furniture sectors³. These application areas could have been diversified when bio-based nanocomposites are developed. Nanomaterials from cellulose play a major role to reinforce nanocomposites⁴. Natural fibers are composed mainly of cellulose, hemicelluloses, lignin, and other extractives such as waxes, ashes, protein, starch and inorganic elements can be the source for isolation of nano cellulose. The chemical components are distributed throughout the cell wall, which is composed of primary and secondary wall layers. The chemical composition varies from plant to plant, and within different parts of the same plant. Cellulose is found in structural components of the cell wall of all green plants. Cellulose presented in nature is mostly associated with lignin and hemicelluloses. Each cellulose fiber is formed by the union of fibrils, which are a long thread-like bundle of molecules laterally stabilized by intermolecular hydrogen bonds⁵. With the use of appropriate chemical, mechanical, and/or enzymatic methods, cellulose can reduce its size in diameter or both diameter and length, up to the nanoscale⁶.

Nanocellulose can be defined as the perfect stereoregular configurations of cellulose molecules in the primary cell wall of a plant. Cellulose molecules with at least one dimension in the nanoscale (1–100 nm) are referred to as nanocellulose. The characteristic properties of nano cellulose like crystallinities, surface area, and mechanical properties vary with the extraction methods and processing techniques⁷. Cellulose nanocrystals (CNCs) are commonly produced using acid hydrolysis of cellulosic materials dispersed in water. Lu et al. studied the isolation of pure cellulose from rice straw by a three-step process (de-wax, de-lignification, and removal of hemicellulose) with a

-
- NEGAWO, Tolera (0000-0003-1843-4440)
 - KILIC, Ali (0000-0001-5915-8732)
 - CANDAN, Zeki (0000-0002-4937-7904)

yield of 36%. Further acid hydrolysis of pure cellulose with sulfuric acid resulted in a 6.4% yield of cellulose nanocrystals⁸.

Epoxy resin curing results in a high crosslinked network structure and the materials show limitations in resistance to fracture and brittleness. There are studies done to overcome the limited engineering applications of epoxy by toughening it with rigid nano/microparticles, fillers, hybridized nano reinforcers, and also surface-modified soft rubber additives^{9 10 11}. Manh Vu et al. investigated the effects of loading micro/nanofibrils from bamboo to epoxy resin and reported the improvements in nanocomposites fracture toughness, tensile and flexural properties when the fillers are surface modified with silane coupling agent¹². The epoxy resin reinforced by electrospun nano cellulose from cellulose acetate resulted in an increase of flexural strength from 87Mpa to 105Mpa and flexural modulus from 2700Mpa to 3160Mpa at 0.1wt% of filler¹³. Saba et al, prepared epoxy nanocomposites filled with cellulose nanofibers, and the reported thermal properties show higher degradation temperature (350 to 450°C) and thermal stability of reinforced epoxy composites, due to char formation from nanofillers which acts as an insulating layer against further thermal degradation¹⁴. The structure and chemical composition of a natural fiber depend on its climatic conditions, age, and degradation process¹⁵.

The aims of this study was to investigate the effects of incorporating nano cellulose fibrils filler into epoxy at different loading. Epoxy resin-based bio-nano composites were manufactured using the Liquid Composite Molding (LCM) process and the resulting epoxy nanocomposite's mechanical and thermal properties were characterized.

EXPERIMENTAL

Material

The cellulose nanofibrils obtained from bleached wood pulp were used as a reinforcer. it has a string-like structure with having a diameter of 20nm and 1-micron length. The low viscosity (350cPs) epoxy resin called DURATEK 1200 was used as a composite matrix. Both the resin and its hardeners (the fast hardening agent coded as DTS 2110) were supplied by Duratek Epoxy and Polyurathane resin Company located in Gebze, Turkey. The design of the experiment for Nanocellulose fibrils based Epoxy nanocomposite is given in **Table 1**.

Method

Preparation of Nanocomposites

Epoxy resin-based composites were fabricated by loading 1%, 3%, and 5wt% Cellulose nanofibrils filler into epoxy through a liquid moulding process. As

shown in **Figure 1**, cellulose nanofibrils were added into the epoxy resin using a high-speed mechanical stirrer. By mechanical stirrer, gradually increasing to the higher speed of stirrer to 1000rpm and mixing continued for about 5minutes. The mechanically mixed samples were then ultrasonicated to get better homogenous final results. It was done for about 10minutes by giving breaks in between based on personal observation of the mixing process. The stoichiometric ratio (4:1) of the epoxy and hardener was maintained and the mixture was mechanically stirred for at least 10 min at room temperature. The mixture was then poured into a mould, and left to cure for 48 hr at room temperature. The mould was covered by Teflon to facilitate the removal of the sample. The same method is used to fabricate pure epoxy composites without any filler as the control sample.

Table 1. Design of experiment for Nanocellulose fibrils based Epoxy nanocomposite.

Compo site Sample	Wt.% Constituents		Fabrication Method	Characteriza tion Tests
	Epoxy & Har dener	CN F		
Pure epoxy	100	0	-Adding filler to resin,	DMA -Storage Modulus
1% CNF epoxy	99	1	-Mechanical stirring, - Ultrasonicati on	-Loss Modulus -Damping factor
3% CNF epoxy	97	3	-Pour to cast by LCM technique,	Thermal Properties
5% CNF epoxy	95	5	-Curing	-TGA -DSC

Characterization of Nanocomposites

Dynamic Mechanical Thermal Analysis DMTA

This technique is used to analyze viscoelastic properties as a function of temperature. Storage modulus (E'), loss modulus (E''), damping, and glass transition temperatures of composite specimens were measured using Hitachi DMA 7100 located at "Nanotechnology Laboratory & Thermal Analysis Laboratory", Istanbul University-Cerrahpasa. Sample dimensions were 50 × 10 × 3 mm. All samples were tested in dual cantilever mode (3-point bending) at a frequency of 1 Hz. The temperature

was increased from 30 to 200 °C at a rate of 5 °C/min.

Thermal analysis by TGA and DSC

Thermal properties of the nanocomposites and pure cured resin used in the study were analyzed by DSC and TGA analysis. For TGA, 5 to 10 mg of the samples were exposed to a heating rate of 10 °C/min over a temperature range of 20 °C to 500 °C. Nitrogen gas was used as the inert purge gas to avoid undesired oxidation of the materials. For DSC analysis approximately 5 mg of the samples prepared previously were taken and placed in a DSC pan. Thermal analysis software was used for data acquisition and processing. The samples were heated from 30 to 200 °C at a heating rate of 10 °C/min.

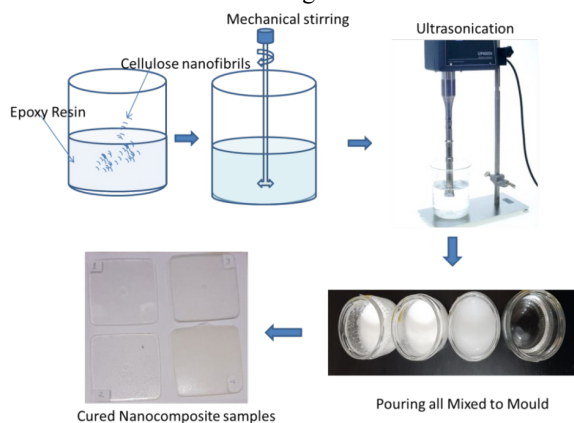


Figure 1. Schematic representation of the preparation of cellulose nano fibrils-filled epoxy nanocomposites.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Dynamic mechanical properties of nanocomposites

Storage modulus

The effect of applied loads in a cyclic manner under increasing temperature measures the Nanocomposites stiffness and the reported storage modulus curve is given in **Figure 2**. This storage modulus curve shows different phases such as glassy state, glass transition state, and rubbery plateau state. In the glassy state, the storage modulus values show higher values due to tightly packed molecules by the intermolecular forces. In polymeric composites, the addition of fillers in the resin causes the restriction in polymeric chain movements and thus higher stiffness. As observed from the storage modulus curve's glassy state, pure epoxy is less stiff than 1wt% CNF and 3wt % CNF filled Nanocomposites. Such results are due to constrained epoxy polymer chain movement and perfect dispersion of fillers within the resin. Similar results were reported by Saba et. al in their study about the dynamic mechanical study of epoxy and cellulose nanofibers¹⁴. However, at 5wt% filler loading, the storage modulus of epoxy resin reduced due to

agglomeration of fillers. The filler aggregation resulted in stress concentration rather than stress transfer to the matrix and hence fewer modulus values were reported.

The effect of incorporating CNF to epoxy is further understood in the glass transition state of the curve where the intense drop of storage modulus values is observed. Pure epoxy sample started the reduction of its stiffness at early temperatures about 55°C compared to other CNF filled nanocomposites. In the case of a 3wt%, CNF filled nanocomposite sample, the storage modulus keeps its rigidity until 65°C which shows improvement of thermal stability of nanocomposite. Such increments in Tg indicate the improvement degree of reinforcement by the incorporation of CNF into epoxy matrix due to restrictions of polymers segmental motions and chain rigidity added by fillers¹⁶. Further increments of temperature above Tg, the storage modulus shows decreasing trend indicating that the nanocomposites are undergoing the phase transition from solid to the rubbery stage where it shows higher mobility of molecules.

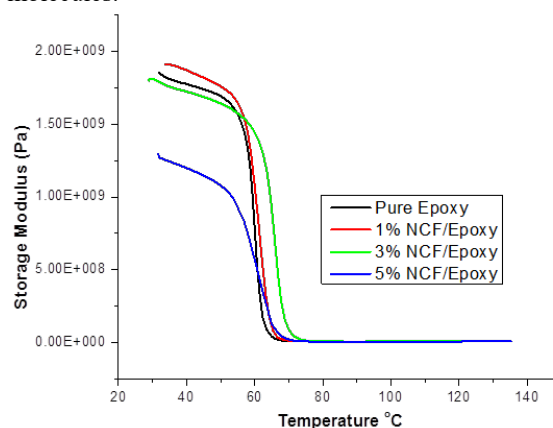


Figure 2. The storage modulus value of pure epoxy and its cellulose nanofibrils nanocomposites.

Loss modulus

The loss modulus is the measured values of energy dissipated from the composite material while cyclic deformation is continuously done by force applied to the sample and the results are generated as a curve from measurements done within the range of increasing temperatures. **Figure 3** displays the pure epoxy and its CNF filled nanocomposites loss modulus curves given as a function of temperature. The results show that the loss modulus is increasing to the maximum values from room temperature to its peak values at glass transition temperature Tg and the rapid decrease in dissipated energy measured for the rest of higher temperature ranges. **Table 2** compares the Tg values of samples at which curves of loss modulus reach their peak values. The

variations of internal frictions that happened within nanocomposite might be the reason for different reported Tg values. Thus, the addition of 1wt% and 3wt% CNF filled samples has improved the thermal stability of the epoxy resin. Further loading of CNF by 5wt% has resulted in a reduction of peak height because of filler aggregations conferred and a two-phase system created in nanocomposite samples. These results are in agreement with those reported in storage modulus values. A positive shift in Tg values to higher temperatures is noted with the increase in nano cellulose concentration in the system. A possible reason may be the change in crosslinking density of the network. Similar results were reported by research studies on the effects of cellulose nanofibrils in polymer reinforcing¹⁷.

Table 2. Peak height tan delta, Tg from E'' , Tan delta and Tg from DSC scan.

Nanocomposite Samples	Peak height of Tan curve	Peak height of Tg from tan δ ($^{\circ}$ C)	Tg from Peak height of E'' ($^{\circ}$ C)	Tg from DSC scan ($^{\circ}$ C)
Pure Epoxy	1.79	68.5	60.7	56.9
1 CNF/ Epoxy	1.68	69.1	62.1	57.7
3 CNF/ Epoxy	1.40	74.8	65.7	59.7
5 CNF/ Epoxy	1.05	74.1	58.8	59.5

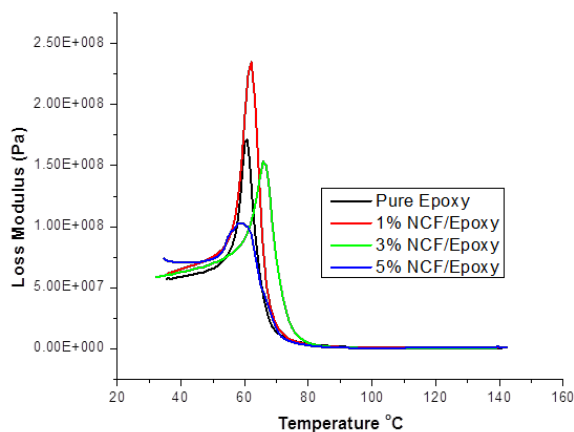


Figure 3. The Loss modulus value of pure epoxy and its cellulose nanofibrils nanocomposites.

Tan delta

Damping factor or tan delta is the ratio of loss modulus dissipated energy to stored energy measured as storage modulus during cyclic applying of forces to the samples. The tan delta values of epoxy and its

CNF filled nanocomposites are given in **Figure 4** as a function of temperature. The damping curve increases to its peak value at the glass transition temperature of the samples and then decreases for the other higher temperatures. The incorporation of fillers into the matrix and their interfacial adhesion has a significant effect on the damping properties of the composites^{18, 19}. The results show that the pure epoxy sample damping factor peak value is the highest when compared to other nanocomposites. The added CNF fillers reduce the molecular mobility of the matrix. The increase in CNF filler loading has reduced the peak height of tan delta values of nanocomposites as given in **Table 2**. This is due to the fillers' physical interactions with epoxy molecules by reducing its segmental relaxation and thus less loss modulus values at their respective glass transition temperatures. A nanocomposite from 3wt% of CNF showed the shift of its Tg values to the highest temperature of 75 $^{\circ}$ C. The broader tan delta curve was observed for pure epoxy when compared to the nanocomposites. The narrowest width of the curve for 3wt% CNF filled nanocomposite indicates the optimum percentage of filler loading for reinforcement when compared to others.

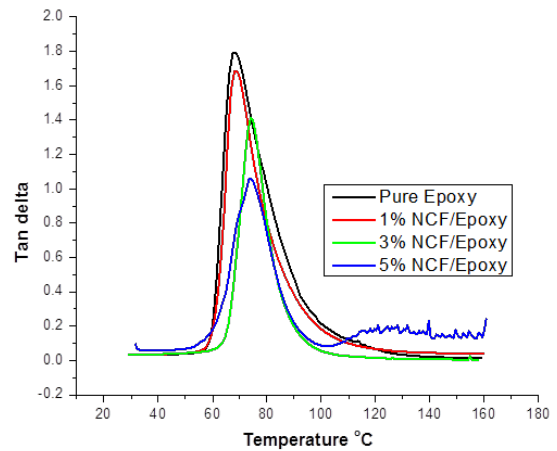


Figure 4. The damping/tan delta value of pure epoxy and its cellulose nanofibrils nanocomposites.

Cole - Cole plot analysis

The Cole-cole plot from the loss modulus of nanocomposite as a function of storage modulus is given in **Figure 5**. This graph is used to interpret the DMA results of the samples by observing the shapes of the curves plotted. According to reported findings, the curves near to semi-circles and smooth in shapes indicated a homogenous mixture of nanocomposite fillers within the matrix²⁰. Hence the curve from the pure matrix can be taken as a reference to compare others if insignificant effects of curing are considered. The curve for 1wt% CNF filled samples

has shown a slight deviation from the curves of a pure epoxy sample. This deviation is observed remarkably for the highest filler loading (5wt% of CNF) revealing the immiscibility of heterogeneous fillers and resin. This could be an agglomeration of fillers to make micro size in some points as bad dispersion effects were reported in another DMA test results also. In nanocomposite filled with 3wt% CNF, the cole-cole plot curves lie very near to the pure epoxy and semi-circular. This justifies good adhesion from uniformly dispersed fillers and its optimal loading has contributed to improving thermal stability as supported by another characterization test results. Similar findings were reported by Saba et al.²¹ in their study about epoxy based hybrid composites from oil palm nanofiller and kenaf.

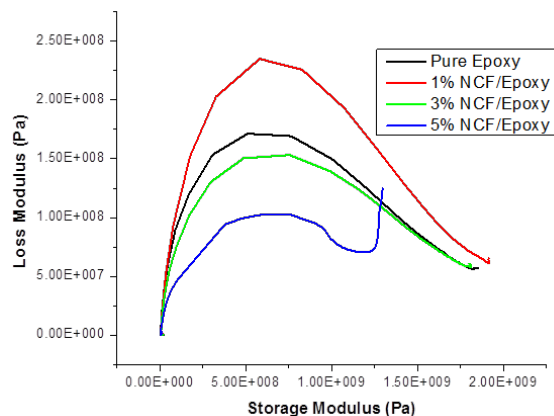


Figure 5. Cole-cole plot of storage modulus and loss modulus.

Thermal properties from TGA

The thermogravimetric analysis TGA is used to study the thermal stability of cured epoxy polymer and its CNF filled nanocomposites. The graph given in **Figure 6** shows the measured results as test samples weight loss percentage with increasing temperature. As observed from the graph the physical change by weight loss happened at some specific temperatures. First, the slight reduction in weight loss % at a temperature of 100°C is due to evaporation of moisture absorbed or trapped in the sample surfaces and also dehydration of alcoholic groups from epoxy polymer. The temperature ranges from 300- 350°C are where the second stage of weight loss happened by showing extreme degradation of samples. At these temperatures, epoxy polymer aromatic groups and aliphatic amine groups of curing agents decomposed, and also CNF fillers were degraded. The thermal stability of CNF filled nanocomposites can be justified from the temperature where maximum weight loss happened is shifted to a higher temperature when compared with pure epoxy polymer. CNF fillers acted

as a thermal insulating barrier to the epoxy polymer and resulted in less thermal degradation of nanocomposites relatively. Qua et al.²² described the reduction in decomposition rate of nanocomposites after incorporation of nanofibers is also because of inhibition in polymer chains movement. However, at higher content of CNF (5wt%) less thermal stability was observed due to the higher surface area of fillers exposed to heat, and similar findings by Pandurangan and Kanny²³ reported on their study about thermal properties and curing of epoxy resin filled with cellulose fibers. At higher temperatures above 400°C the complete decomposition of samples observed indicating volatile residual contents of epoxy polymer and with certain charr remained in CNF filler based nanocomposites.

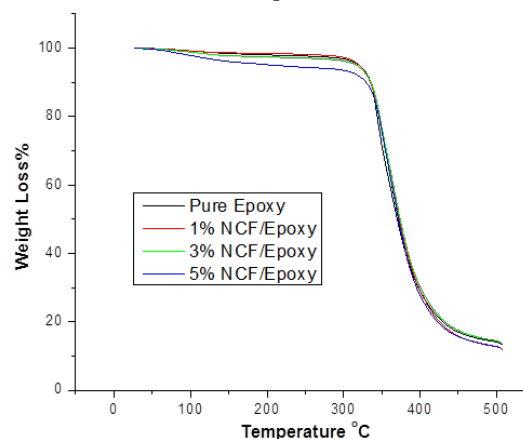


Figure 6. The weight loss% of pure epoxy and its cellulose nanofibrils nanocomposites from the TGA test.

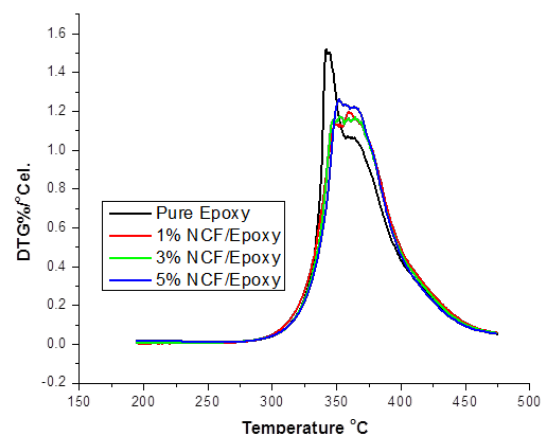


Figure 7. The derivative weight loss% per degree Celcius of pure epoxy and its cellulose nanofibrils nanocomposites from the TGA test.

Differential scanning calorimeter (DSC)

The thermal properties of the nanocomposites were examined using differential scanning calorimetry

(DSC). For the DSC, samples of 5 mg of material were first prepared, and then placed in an aluminum pan. The sample was heated from room temperature to 200°C at the rate of 10°C / min in the DSC chamber. All measurements were carried out in nitrogen flow (75 ml/min) using a Shimadzu DSC-60 Plus (Shimadzu Corp.) equipped with a thermal analysis data station. The heat flow was recorded as a function of the temperature.

Figure 8 shows the DSC plot of epoxy nanocomposites and pure epoxy composites showing the heat flow transition at variable temperatures. The glass-transition temperature (T_g) of the nanocomposites samples was determined using DSC. Thermograms for pure epoxy and its nanocomposites with different contents of NCF are shown in the graph. There is no significant difference in $T_{g\text{onset}}$ in the presence of CNF filler. Depending on the network created by CNF reinforcement, there is only a slight change in the crystal structure of cured epoxy.

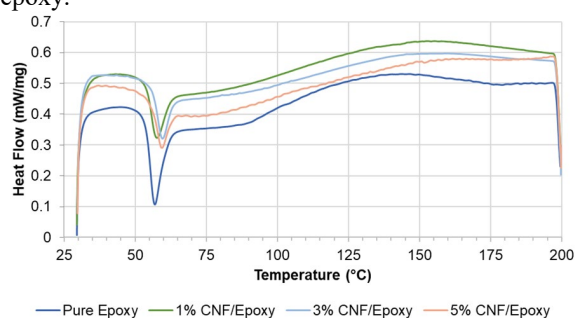


Figure 8. Heating curves of DSC for epoxy composites and epoxy nanocomposites.

Although the thermal behavior resembled each other for reference epoxy and its nanocomposites, there is a slight but significant difference in glass-transition temperature. **Table 2** demonstrates that T_g shifts from 56.9 °C for pure epoxy to 59.5 °C for 5% CNF reinforced epoxy. This indicates an incorporated network within the crystal structure of nanocomposite samples. As reported in the literature, filler addition to a matrix restrains the chain mobility in composite systems, resulting in glass transition to shift towards higher temperature²⁴.

CONCLUSIONS

The nanocomposites developed from epoxy resin and cellulose nanofibrils as fillers were developed via the liquid cast moulding method and investigated for the properties of thermal stability. The characterization test results are in support of each other to analyze the effects of fillers on nanocomposite properties. From the test results, the following conclusions are drawn. From DMA test results, the storage modulus curve's glassy state showed pure epoxy is less stiff than 1wt% CNF and 3wt % CNF filled Nanocomposites. Such

results are due to constrained epoxy polymer chain movement and perfect dispersion of fillers within the resin. The glass transition temperature of nanocomposites shifted to a higher temperature as the filler loading and uniform dispersion were attained. In nanocomposite filled with 3wt% CNF, the cole-cole plot curves lie very near to the pure epoxy and semi-circular. This justifies good adhesion from uniformly dispersed fillers and its optimal loading has contributed to improving thermal stability. Further loading of CNF by 5wt% has resulted in a reduction of T_g from loss modulus peak height because of filler aggregations conferred and a two-phase system created in nanocomposite samples.

CNF fillers acted as a thermal insulating barrier to the epoxy polymer and resulted in less thermal degradation of nanocomposites relatively. However, at higher content of CNF (5wt%) less thermal stability was observed due to the higher surface area of fillers exposed to heat. The DSC results showed that thermal behavior resembled each other for reference epoxy and its nanocomposites, there is a slight but significant difference in glass-transition temperature in which T_g shifts from 56.9 °C for pure epoxy to 59.7 °C for 3% CNF reinforced epoxy. From overall test results, 3wt% CNF is the optimized cellulose nanofibrils filler loading for better thermal properties and modulus of the epoxy-based nanocomposites.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank Nanotechnology Laboratory & Thermal Analysis Laboratory located at Istanbul University-Cerrahpasa and Areka LLC for composite sample production and characterization.

REFERENCES

1. Abraham, E. *et al.* Extraction of nanocellulose fibrils from lignocellulosic fibres: A novel approach. *Carbohydrate Polymers* **86**, 1468–1475 (2011).
2. Alemdar, A. & Sain, M. Biocomposites from wheat straw nanofibers: Morphology, thermal and mechanical properties. *Composites Science and Technology* **68**, 557–565 (2008).
3. Keya, K. N. *et al.* Natural fiber reinforced polymer composites: history, types, advantages and applications. *Materials Engineering Research* **1**, 69–85 (2019).
4. Maia, T. H. S., Calazans, M., Lima, V., Moreira, F. K. V. & Lucas, A. de A. Role of Cellulose Nanofibrils in Polymer Nanocomposites. in *Nanocellulose* 251–276

- (John Wiley & Sons, Ltd, 2019). doi:10.1002/9783527807437.ch8.
5. Saravanakumar, S. S., Kumaravel, A., Nagarajan, T., Sudhakar, P. & Baskaran, R. Characterization of a novel natural cellulosic fiber from Prosopis juliflora bark. *Carbohydrate Polymers* **92**, 1928–1933 (2013).
 6. Chen, W. *et al.* Isolation and characterization of cellulose nanofibers from four plant cellulose fibers using a chemical-ultrasonic process. *Cellulose* **18**, 433–442 (2011).
 7. Abitbol, T. *et al.* Nanocellulose, a tiny fiber with huge applications. *Current opinion in biotechnology* **39**, 76–88 (2016).
 8. Lu, P. & Hsieh, Y.-L. Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from rice straw. *Carbohydrate Polymers* **87**, 564–573 (2012).
 9. Li, T., He, S., Stein, A., Francis, L. F. & Bates, F. S. Synergistic toughening of epoxy modified by graphene and block copolymer micelles. *Macromolecules* **49**, 9507–9520 (2016).
 10. Barari, B. *et al.* Mechanical, physical and tribological characterization of nano-cellulose fibers reinforced bio-epoxy composites: an attempt to fabricate and scale the ‘Green’ composite. *Carbohydrate polymers* **147**, 282–293 (2016).
 11. Medina, L., Ansari, F., Carosio, F., Salajkova, M. & Berglund, L. A. Nanocomposites from clay, cellulose nanofibrils, and epoxy with improved moisture stability for coatings and semistructural applications. *ACS Applied Nano Materials* **2**, 3117–3126 (2019).
 12. Vu, C. M., Choi, H. J. & Pham, T. D. Effect of micro/nano white bamboo fibrils on physical characteristics of epoxy resin reinforced composites. *Cellulose* **24**, 5475–5486 (2017).
 13. Gabr, M. H. *et al.* Thermal and mechanical properties of electrospun nano-cellulose reinforced epoxy nanocomposites. *Polymer testing* **37**, 51–58 (2014).
 14. Saba, N. *et al.* Thermal and dynamic mechanical properties of cellulose nanofibers reinforced epoxy composites. *International journal of biological macromolecules* **102**, 822–828 (2017).
 15. Jawaid, M. & Khalil, H. A. Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review. *Carbohydrate polymers* **86**, 1–18 (2011).
 16. Pandurangan, K. K. Study of Curing Characteristics of Cellulose Nanofiber-Filled Epoxy Nanocomposites. *Catalysts, Biomass Derived Heterogeneous and Homogeneous Catalysts* (2020) doi:10.3390/catal10080831.
 17. Xu, X. X., Fei Liu†, Long Jiang*†, J. Y. Zhu§, Darrin Haagenson‡, and Dennis P. Wiesenborn‡. Cellulose Nanocrystals vs. Cellulose Nanofibrils: A Comparative Study on Their Microstructures and Effects as Polymer Reinforcing Agents. *ACS Appl. Mater. Interfaces* (2013) doi:10.1021/am302624t.
 18. Candan, Z., Gardnerb & Stephen M. Shaler. Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) of cellulose nanofibril/nanoclay/pMDI nanocomposites. *Composites Part B: Engineering* (2016) doi:10.1016/j.compositesb.2015.12.016.
 19. Liang Yue, Fei Liu, Shekar Mekala & Zloczower. High Performance Biobased Epoxy Nanocomposite Reinforced with a Bacterial Cellulose Nanofiber Network. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* (2019).
 20. Jeevan Jyoti, Bhanu Pratap, Arya & Dhakate. Dynamic Mechanical Properties of Multiwall Carbon Nanotube Reinforced ABS Composites and its Correlation with Entanglement Density, Adhesion, Reinforcement and C Factor. *Royal society of chemistry* (2016).
 21. Saba, N., Paridah, M. T., Abdan & Ibrahim. Dynamic mechanical properties of oil palm nano filler/kenaf/epoxy hybrid nanocomposites. *Construction and Building Materials* (2016).
 22. Qua, Hornsby, Sharma, Lyons & Mcall. Preparation and characterization of Poly(vinyl alcohol) nanocomposites made from cellulose nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, (2009).
 23. Pandurangan, M. T. & Kanny, K. Study of Curing Characteristics of Cellulose Nanofiber-Filled Epoxy Nanocomposites. *Catalysts* **10**, 831 (2020).
 24. Hamou *et al.* Impact of TEMPO-oxidization strength on the properties of cellulose nanofibril reinforced polyvinyl acetate nanocomposites. (2018).



CHAPTER 6

TEKNIK TEKSTİLLER | TECHNICAL TEXTILES

Yara Örtüsü Uygulamalarında Kullanılmak Üzere Kitosan/Jelatin Hidrojellerin Biyouyumluluğunun İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi

KAZANCI GÖĞÜŞ, Dilruba Öznur, TÜZÜM DEMİR, Ayşe Pınar

Uşak Üniversitesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, 64200, UŞAK
dilrubakazanci@gmail.com, pinar.demir@usak.edu.tr

ÖZET

Yara örtüleri, yüksek su emme kapasitesine sahip, yara yüzeyinde nemli bir ortam sağlayan, gaz alışverişine izin veren, toksik olmayan ve yaradan kolayca çıkarılabilen biyomalzemelerden üretilmelidirler. İyileşen dokunun yerini alması için biyomalzeme canlı vücudunda yaralanan dokuyla benzemeli yani biyouyumlu olmalıdır. Geleneksel yara örtülerinden gazlı veya pamuklu bezler, nemli ortama ihtiyacı olan yaralarda gereken desteği sağlayamamakta ve çıkarılması sırasında iyileşen dokuyu da çıkartarak yeni bir travmaya neden olmaktadır. Hidrojeller yumuşak doku yapısında, yüksek su emme kapasites ve üç boyutlu ağ yapısına sahip olduklarından geleneksel yara örtülerine alternatif olmaktadır. Hidrojinin biyouyumluluğu, kullanılan malzemelere bağlıdır. Kitosan biyouyumlu, zararlı olmayan, farklı dokuların oluşumunu hızlandırma gibi özelliklere sahip olduğu için bu alanda kullanılmaktadır.

Bu çalışmada, yara örtüsü uygulamalarında kullanılmak üzere hazırlanan hidrojeller, farklı molekül ağırlıklarına sahip kitosan, jelatin ve çapraz bağlayıcı içermektedir. Çalışmada, kitosanın molekül ağırlığı (düşük, orta, yüksek) ve miktarı (10, 15, 20 mL), kullanılan jelatin miktarı (30, 40, 50 mL) ve çapraz bağlayıcı miktarının (0,5, 0,75, 1,0 mL) hidrojellerin biyouyumluluğuna etkisi incelenmiştir. Deneysel Box- Behnken deney tasarımı yöntemine göre tasarlanmıştır. Hidrojellerin biyouyumluluğu; şişme oranı, gaz geçirgenliği ve gözeneklilik testleri ile, izlenmiştir. Şişme oranı analizi için insan vücudu kan plazması içeriğine en yakın çözelti olan sentetik vücut sıvısı kullanılmıştır. Hidrojellerin gözeneklilik yüzdesi, Arşimed prensibiyle hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlar Design Expert 13 paket programı ile istatistiksel olarak değerlendirilmiş ve her cevap değişkeni için matematiksel model oluşturularak parametrelerin optimum değerleri belirlenmiştir. Bu çalışmada, optimum koşuldaki hidrojellerinin elde edilmesinde, parametrelerin aynı anda değişmesinin biyomalzemenin özelliklerine olan etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi ile çıkacak sonuçların biyomedikal uygulamalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: yara örtüsü, hidrojeller, kitosan, biyouyumluluk, istatistiksel analiz

AMAÇLAR

Yara örtüleri araştırma ve uygulamaları biyomalzeme çalışmalarında tüm dünyada önemli bir yere sahiptir. Üretilen bu malzemelerin hem canlı vücuduna hem de çevreye uyumlu olması modern yara örtüsü araştırmaları için önemlidir. Çalışmanın amaçları; farklı molekül ağırlıklarına ve miktarlara sahip kitosanlar, farklı miktarlarda jelatin ve farklı miktarlardaki çapraz bağlayıcı kullanarak kovalent bağlı hidrojeller elde etmek, insan vücudundaki kan plazması içeriğindeki değerlere en yakın içerikteki sentetik vücut sıvısı (simulated body fluid) hazırlayıp, bu çözeltiyi biyouyumluluk deneylerinde kullanmak, hidrojellerin biyouyumluluğunu; şişme oranı, gaz geçirgenliği, gözeneklilik analizleri ile incelemek, elde edilen sonuçları Design Expert 13 paket programı ile istatistiksel olarak değerlendirmek, çıkış değişkenlerini maksimum yapan parametrelerin optimum değerlerini belirlemek ve matematiksel model oluşturmaktır. Çalışma sonuçlarının biyomedikal malzeme üretimine ve literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

GİRİŞ

Biyomalzemeler, canlı vücudundaki dokuların işlevlerini yerine getirmek veya desteklemek için kullanılan doğaya ve canlı vücuduna uyumlu sentetik veya doğal kaynaklı malzemelerdir. Yara örtüleri; yüksek su emme kapasitesine sahip, yara yüzeyinde nemli bir ortam sağlayan ve gaz alışverişine izin veren, toksik olmayan, yaradan kolayca çıkarılabilen biyomalzemelerden üretilmelidirler. İyileşen dokunun yerini alması için biyomalzeme canlı vücudunda yaralanan dokuyla benzemeli yani biyouyumlu olmalıdır. Kronik yaralar genellikle sık pansuman değişikliği nedeniyle fiziksel kısıtlamalara yol açarak hastanede kalış süresini arttırır. Bu durum hastalar üzerinde bir yük oluşturarak yaşam kalitelerini azaltır.¹ Dünya çapında yaklaşık 20 milyon hasta kronik yaralardan şikayetçidir.² Yara örtüleri epitelizasyon ve yarada

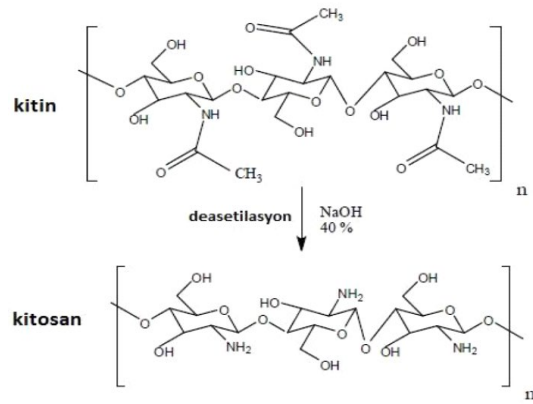
hücre çoğalmasını sağlarken yara izi oluşmasının riskini azaltmak için de nemli bir ortam sağlamalıdır. Gazlı bez gibi geleneksel yara örtüleri, yara bölgesine güçlü yapışmalarından dolayı pansuman değişiklikleri sırasında ağrıya ve daha fazla travmaya neden olur. Bunun yanında, hidrojel bazlı pansumanlar, soğutma etkisi sağlama ve dokuya düşük yapışma özellikleriyle hastalarda ağrıyı azaltmaktadır¹. Hidrojellerin yaklaşık olarak %90'ı su %10'u doğal ya da sentetik polimerlerden oluşmaktadır. Bu yüksek su kapasitesi, hidrojelleri kuru yaraları iyileştirmek için uygun hale getirmektedir. Gözenekli yapıları sebebiyle hidrojeller geçirgendir, bu da CO₂, O₂ ve su buharının sürekli değişimini sağlamaktadır³. Ayrıca hidrojellerin polimerik ağ yapıları, vücuttaki hücre dışı matriks (extracellular matrix) ile benzemektedir. Bu özellikler hidrojelleri yara örtüsü amacıyla kullanıma uygun hale getirmiştir¹.

Hidrojelin biyouyumluluk ve biyobozunurluk performansı, kullanılan malzemelere bağlıdır. Kitosan biyouyumlu, zararlı olmayan, farklı dokuların oluşumunu hızlandırma gibi özelliklere sahip olduğu için yara örtüsü amaçlı hidrojel üretiminde kullanılmaktadır.

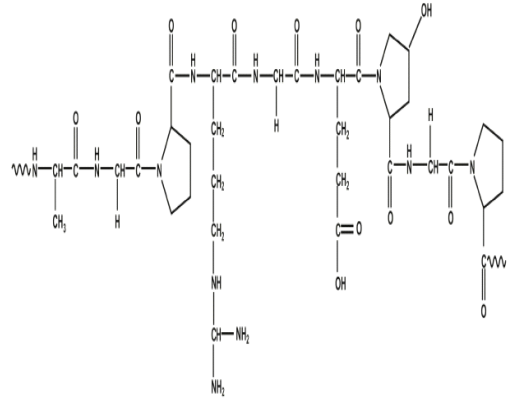
Hidrojel üretiminde kullanılacak kitosan; lineer, yarı kristalin ve (1, 4)-2-asetamid-2-deoksi--D-glukan (N-asetil D-glukozamin) ve (1, 4)-2-amino-2-deoksi--D-glukan (D-glukozamin) üniteleri içeren bir polisakkarittir. Kitinden elde edilen bir malzemenin kitosan olabilmesi için deasetilasyon sonucunda en az % 60 miktarda D-glukozamin içermesi gerekmektedir⁴. Kitinin deasetilasyon reaksiyonu şematik olarak Şekil 1'de gösterilmiştir. Deasetilasyon derecesi, kitinin yapısında bulunan asetil gruplarının uzaklaştırılma derecesi olarak tanımlanmaktadır. Deasetilasyon derecesinin farklılığı başta çözünürlük olmak üzere molekül ağırlığını ve viskoziteyi etkilemektedir. Kitosanın kitine göre avantajlarının en önemlisi çözünürlüktür. Kitin çok miktarda molekül içi ve moleküller arası hidrojen bağlarına sahip olan yarı kristalin bir polimerdir. Bu sebeple derişik asit çözeltilerinde ve bazı toksik çözücülerde çözünmektedir. Kitosan ise katyonik bir polimer olmasından dolayı pH 6'dan düşük çözeltilerde kolaylıkla çözünmektedir. Asidik ortamlarda kitosanın yapısında bulunan NH₂ grubu –NH₃⁺a dönüşür, böylece ortamdaki anyonik gruplarla etkileşime girer. Bu sayede protonlanmış durumda olan kitosan katyonik polielektrolit davranış göstererek viskozitesi yüksek, zıt yüklü molekül ve yüzeylerle etkileşime giren bir polimer haline gelir⁵. Kitin üzerinde serbest amin grupları yoktur, ancak kitosandaki D-glukozamin yapıları seyreltik asitlerle protonlanarak çözünürlük kazanmaktadır. Bu amino gruplardan dolayı kitosan farklı malzemelerle kompleks oluşturabilir. Kitosan pozitif yüklenen tek doğal polisakkarittir ve üzerinde bulunan amino ve hidroksil grupları başka malzemelerle kovalent bağlar oluşturur.

Kitinin deasetilasyon derecesi %0, kristallliği %100'dür. Kitosanın deasetilasyon derecesinin maksimum olduğu yerde kristallliği sıfıra yakındır. Kutlusoy (2016)'un yaptığı çalışmada kitosanın biyouyumluluğunun hazırlanış metoduna ve deasetilasyon miktarına bağlı olduğu belirtilmiştir⁴. Deasetilasyon miktarı arttıkça biyouyumluluğun arttığı gözlenmiştir. Dolayısıyla kitosanın hücre uyumluluğunun kitine göre daha fazla olması bu sebeptendir.

Jelatin, kolajenin ısı, fiziksel veya kimyasal olarak bozunmasıyla elde edilen doğal, toksik olmayan ve biyobozunur bir polimerdir. Düşük mekanik kararlılığa sahiptir, dolayısıyla fiziksel ve kimyasal olarak kolay çapraz bağlanabilir. Jelatinin çapraz bağlanması sonucu mekanik kararlılığı artırılmış olur⁶. Şekil 2'de jelatinin kimyasal yapısı verilmiştir.



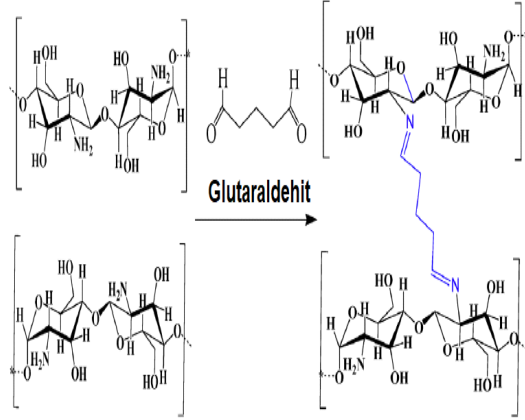
Şekil 1. Kitinin deasetilasyonu ile kitosan eldesi⁴



Şekil 2. Jelatinin kimyasal yapısı

Hidrojeller fiziksel ve kimyasal yöntemler ile hazırlanabilirler. Her iki yöntemde de monomerleri çapraz bağlayarak ağ yapısı elde edilir. Kimyasal yöntemde kovalent bağlar etkiliyken, fiziksel yöntemle hazırlamada elektrostatik güçler ve hidrojen bağları etkilidir. Fiziksel bağlı jeller ısıtma yoluyla polimer çözeltisi haline geri dönebilir fakat kimyasal yöntemle üretilen hidrojeller kovalent bağların kuvveti sebebiyle daha kalıcıdır⁷. Bu

yüzden kullanılan çapraz bağlayıcılar da hidrojellerin performansında etkilidirler. Çapraz bağlayıcı olarak kullanılan glutaraldehit amino gruplarıyla kolay etkileşir, termal ve kimyasal olarak kararlıdır, maliyeti düşük ve kolay ulaşılabilir. Glutaraldehitin çapraz bağlanma mekanizması Şekil 3'te gösterilmiştir.



Şekil 3. Kitosanın glutaraldehitle kimyasal bağlanması

Biyouyumluluk çalışmalarında genellikle fosfat tampon çözeltisi (phosphate buffer solution) (PBS) kullanılmıştır^{7,8,9}. Çünkü bu çözelti insan kan plazması içeriğine benzemektedir. Taş 1990'nın hazırlanmış olduğu sentetik vücut sıvısı (SVS) ((simulated body fluid) (SBF)) çözeltisinin insan kan plazmasına çok daha yakın içeriğe sahip olduğu belirtilmiştir¹⁰. Sentetik vücut sıvısının (SVS) içeriğindeki iyon konsantrasyonları insan kan plazmasındaki inorganik bileşenlerle neredeyse aynıdır. Literatürde hazırlanmış SVS çözeltilerinin ve insan plazmasının iyon konsantrasyonları Tablo 1 ve Tablo 2'de verilmiştir.

Başarılı bir yara tedavisi için hidrojellerin gaz geçirgenliği önemlidir. Yüksek su buharı geçirgenliği sonuçları, hızlı dehidrasyonun sonucudur ve yara oluşumunu neden olur. Bunun yanı sıra, düşük su buharı geçirgenliği de iltihaplı akıntıyı ve bakteri üremesini artırır. Hidrojellerin gözenekliliğin çok ve gözenek çapının büyük olması istenmektedir¹¹.

Cevap yüzey metodolojisi, bir deneysel sistemde cevap değişkenlerinin (çıktılar) etken değerlerle (girdiler) olan ilişkisini ortaya koymak ve etken değerlerin kombinasyonlarıyla cevap değişkeninin maksimum veya minimum yapan değerleri bulmak için kullanılan istatistiksel yöntemdir. Etken değerler, deneyi yapan kişinin belirlediği ve değiştirebileceği bağımsız değişkenlerdir. X₁, X₂,...,X_n şeklinde gösterilirler. Cevap değişkeni, etken değerlerin kombinasyonu sonucu elde edilen çıktılardır. Yani etken değerlere bağımlı değişkenlerdir. Y₁,Y₂,...,Y_n şeklinde gösterilirler. Y içerisinde deney sırasında olabilecek hataları da kapsamaktadır. Yani gerçek cevap η, hata fonksiyonu ε ise Y=η+ε olacaktır. Cevap yüzey

yöntemi genellikle cevap değişkeni grafiğinde bir düzensizlik olduğu düşünülüyorsa, matematiksel modelleri hassaslaştırmak için kullanılır¹².

Box- Behnken deney tasarımı bir cevap yüzey metodolojisidir, cevap değişkenlerini optimize etmek amacıyla kullanılır. İkinci dereceden bir tasarımıdır, deney kombinasyonları kübik modelin kenarları ve orta noktalarını oluşturmaktadır. Box- Behnken deney tasarımında her faktör 3 düzey almaktadır. İki faktör uç düzeyde yer alırken bir faktör her zaman orta düzeyde yer almaktadır. Bu da deneylerin fiziksel olarak yapılmasında diğer tasarım yöntemlerinden avantajlıdır¹³. İstatistiksel modellerin oluşturulmasında doğrusal ve doğrusal olmayan regresyon denklemlerinin birinci ve ikinci derece polinomları kullanılır. Eğer sistemde bir dönüm noktası varsa, yüksek mertebeden doğrusal olmayan modellerle tanımlanır. Modelin katsayılarını belirlemek için, bağımsız değişkenlerin herbiri beş düzeyde belirtilir. Herbir değişken için bu beş düzeyin değeri deneydeki değişkenlerin sayısına ve üzerindeki çalışılacak aralığa bağlıdır. Modellerin değişkenlerinin belirlenmesi için hazırlanan optimal plan matrislerinin oluşturulmasında, eşitlik 1 kullanılarak değişkenlerin kodlanmış değerleri hesaplanır.

$$U_i = (X_i - X_{i0}) / \Delta X_i$$

(Eşitlik 1)

Burada; U_i : i parametresinin kodlanmış değeri, X_{i0} : i parametresinin ortalama değeri, X_i : i parametresinin gerçek değeri ΔX_i : i parametresinin adım aralığıdır.

ANOVA, varyans analizi, deney sonuçlarının değerlendirilmesinde kullanılan istatistiksel yöntemdir. Cevap değişkenlerinin değerlerinin ortalama değere kıyasla oluşturduğu farkı inceler¹⁴. Üç faktörlü bir matriste parametrelerin kodlanmış değerleri; (+1) yüksek seviyeyi, (-1) düşük seviyeyi ve (0) ise orta seviyeyi gösterir¹³. Plan matrisleri oluşturulurken önce her bir parametre için değişim aralığı ve merkez değer belirlenir.

Tablo 1: SVS çözeltilerinin ve insan plazmasının iyon konsantrasyonları¹⁰

İyon	Kokuba SVS çözeltisi (mM)	Tas SVS çözeltisi (mM)	İnsan plazması (mM)
Na ⁺	142,0	142,0	142,0
Cl ⁻	147,8	125,0	103,0
HCO ₃ ⁻	4,2	27,0	27,0
K ⁺	5,0	5,0	5,0
Mg ²⁺	1,5	1,5	1,5
Ca ²⁺	2,5	2,5	2,5
HPO ₄ ²⁻	1,0	1,0	1,0
SO ₄ ²⁻	0,5	0,5	0,5

Tablo 2: Kokuba SVS çözeltisi ile PBS çözeltilerinin iyon değerleri¹⁵

İyon	Kokuba SVS çözeltisi (mM)	PBS çözeltisi (mM)	İnsan plazması (mM)
Na ⁺	142,0	157,0	142,0
Cl ⁻	147,8	140,0	103,0
HCO ₃ ⁻	4,2	-	27,0
K ⁺	5,0	4,5	5,0
Mg ²⁺	1,5	-	1,5
Ca ²⁺	2,5	-	2,5
HPO ₄ ²⁻	1,0	10,0	1,0
SO ₄ ²⁻	0,5	-	0,5

Bu çalışmada, yara örtüsü uygulamalarında kullanmak üzere kitosan miktarının, jelatin miktarının ve çapraz bağlayıcı miktarının elde edilecek olan hidrojellerin biyoyumluluğuna etkisi istatistiksel olarak incelenmiştir. Amino gruplarıyla kolay etkileşmesi, ısı ve kimyasal olarak kararlı olması, maliyetinin düşük ve kolay ulaşılabilir olması dolayısıyla çapraz bağlayıcı olarak glutaraldehit kullanılmıştır. Deneyler Box-Behnken deney tasarım yöntemine göre tasarlanmıştır. Her bir çapraz bağlayıcı için 15 farklı hidrojel elde edilmiştir. Hidrojellerin biyoyumluluğu; şişme oranı, gaz geçirgenliği, gözeneklilik testleri ile izlenmiştir. Şişme oranı testinde insan vücudu kan plazması içeriğine en yakın çözelti olan sentetik vücut sıvısı (simulated body fluid) kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar Design Expert 13 paket programı ile istatistiksel olarak değerlendirilmiş ve şişme oranı cevap değişkeni için matematiksel model oluşturularak parametrelerin optimum değerleri belirlenmiştir. Belirlenen optimum koşullardaki hidrojel örnekleri için kitosanın molekül ağırlığının biyoyumluluğa etkisi istatistiksel olarak incelenmiştir. Bu çalışmada, optimum koşuldaki kitosan-jelatin hidrojellerinin elde edilmesi için, üç parametrenin aynı anda değişmesinin biyomalzemenin özelliklerine olan etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi ile çıkacak sonuçların biyomedikal uygulamalara ve literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

DENEYSEL

Bu bölümde, deneylerde kullanılacak malzemeler, deneysel tasarım yöntemi, hidrojel eldesi ve analiz yöntemleri belirtilmiştir.

Malzemeler

Çalışmada düşük (DMK) (50,000-190,000 Da), orta (OMK) (190000-310000 Da) ve yüksek (YMK) (310000-375000 Da) molekül ağırlıklarında

kitosanlar (Sigma-Aldrich), jelatin (Sigma-Aldrich), glutaraldehit (Sigma-Aldrich), asetik asit (Merck), etanol, sodyum klorür (NaCl) (99.5%), sodyum bikarbonat (NaHCO₃) (99.5%), potasyum klorür (KCl) (99.0%), sodyum fosfat dibazik dihidrat, (Na₂HPO₄.2H₂O) (99.5%), magnezyum klorür heksahidrat, (MgCl₂.6H₂O) (98%) (Sigma-Aldrich), sodyum sülfat, (Na₂SO₄), tris(hidroksimetil)aminometan, ((CH₂OH)₃CNH₂) (99.2%) (Sigma-Aldrich), kalsiyum klorit dihidrat (CaCl₂.2H₂O) (99%) (Sigma-Aldrich), hidroklorik asit, (HCl) (37 vol%) temin edilmiştir.

Yöntem

Box- Behnken Deneysel Tasarım Yöntemi ile Deneylerin Planlanması

Box- Behnken deneysel tasarım yöntemine göre planlanan deney matrisi ve örnek kodları Tablo 3'de verilmiştir. Cevap değişkenlerine etki edecek parametrelerin eksen (0) ve etken (-1, +1) literatür değerleri göz önüne alınarak belirlenmiş değerleri Tablo 4'te verilmiştir. Deneysel hatayı azaltmak için merkez noktada üç defa deneyler tekrar edilmiştir.

Tablo.3 Üç Faktörlü İkinci Dereceden Plan Matrisi

Deney No	Örnek Kodu	X ₁	X ₂	X ₃
1	10K30J0,75GA	-1	-1	0
2	20K30J0,75GA	+1	-1	0
3	10K50J0,75GA	-1	+1	0
4	20K50J0,75GA	+1	+1	0
5	10K40J0,5GA	-1	0	-1
6	20K40J0,5GA	+1	0	-1
7	10K40J1GA	-1	0	+1
8	20K40J1GA	+1	0	+1
9	15K30J0,5GA	0	-1	-1
10	15K50J0,5GA	0	+1	-1
11	15K30J1GA	0	-1	+1
12	15K50J1GA	0	+1	+1
13	15K40J0,75GA	0	0	0
14	15K40J0,75GA	0	0	0
15	15K40J0,75GA	0	0	0

Tablo 4. Deneysel parametreler ve aralık değerleri

Parametre	-1	0	+1
X ₁ , kitosan miktarı (mL)	10	15	20
X ₂ , jelatin miktarı (mL)	30	40	50
X ₃ , çapraz bağlayıcı miktarı (mL)	0,5	0,75	1,0

Çözeltilerin Hazırlanması

Kitosan çözeltisinin hazırlanması: Toz halindeki kitosandan %2'lik çözelti hazırlamak için 2 g kitosan 100 ml %1'lik asetik asit çözeltisiyle manyetik karıştırıcıda tamamen çözünene kadar yaklaşık 2 saat karıştırılmıştır⁸.

Jelatin çözeltisinin hazırlanması: %2'lik jelatin çözeltisi hazırlamak için, 2 g jelatin 100 ml saf su içinde manyetik karıştırıcıda 50 ° C'de tamamen çözünene kadar karıştırılmıştır⁸.

Gulutraldehit çözeltisinin hazırlanması: %0.5'lik glutaraldehit çözeltisi hazırlamak için %25'lik glutaraldehit çözeltisinden 2 ml alınıp asetik asit ile seyreltilmiştir.

Sentetik vücut sıvısı çözeltisinin hazırlanması: 960 ml ultra saf su üzerine, sodyum klorür (NaCl), sodyumbikarbonat (NaHCO₃), Potasyumklorür (KCl), sodyum fosfat dibazik dihidrat (Na₂HPO₄.2H₂O) eklenmiş, ve çözelti 36,5-37 ° C'ye ısıtılmıştır. Daha sonra, magnezyum klorür heksahidrat (MgCl₂.6H₂O), 1M hidrojen klorür (HCl), Kalsiyum klorit dihidrat (CaCl₂.2H₂O), sodyum sülfat (Na₂SO₄), tris(hidroksimetil)aminometan ((CH₂OH)₃CNH₂) eklenmiş ve karıştırılmıştır. 37 ° C'de pH 7'ye getirilmiştir. Kullanılan kimyasalların miktarları ve yöntem literatüre göre yapılmıştır¹⁰.

Hidrojel Hazırlama Yöntemi

%2'lik kitosan ve jelatin çözeltilerinden Tablo 3'de belirlenen miktarlara göre alınmış ve 1 saat boyunca manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Çözelti su banyosunda 24 saat boyunca 130 rpm'de karıştırılmıştır. Bu çözeltiye %0,5'lik glutaraldehit çözeltisinden Tablo 3'e göre eklenmiş ve 2-3 saat karıştırılmıştır. Jelleşen çözelti 10 x 2cm ölçülerinde petri kaplarına aktarılmış ve 35 ° C'deki etüvde 48 saat bekletilmiştir. Film haline gelen hidrojel üzerindeki safsızlıkların uzaklaştırılması için saf suyla yıkanmış ve petri kabından çıkartılan hidrojel filmler desikatöre alınmıştır⁸.

Analiz Yöntemleri

Hidrojelin şişme miktarının (%) belirlenmesi: Kurutulan hidrojeller 10 ml SVS çözeltisi içinde 35 ° C'deki etüve konulmuştur. 4 saat süresince kurulanıp, ağırlıkları ölçülmüş¹⁶ ve şişme yüzdeleri Eşitlik 2'ye göre hesaplanmıştır⁴.

$$\text{Şişme miktarı (\%)} = \frac{w_i - w_0}{w_0} \times 100 \quad (\text{Eşitlik 2})$$

w_i: Şişmiş hidrojinin ağırlığı (g), w₀: Kuru hidrojinin ağırlığı (g)

Hidrojellerin gaz geçirgenliği analizi: Örneklerin 35°C etüvde 24 saat sonra kaybedilen su miktarları ölçülmüş ve hesaplama için Eşitlik 3 kullanılmıştır.

$$\text{Su buharı geçirgenliği} = \frac{W}{A \times t} \quad (\text{Eşitlik 3})$$

W: Kaybedilen su miktarı (g), A: Numune yüzey alanı (cm²), t: süre (s)

Hidrojellerin gözeneklilik analizi: Arşimed prensibi ile gözeneklilik yüzdesi hesaplanmıştır (Eşitlik 4)¹¹

$$\text{Gözeneklilik (\%)} = \frac{W_x - W_y - W_z}{W_0 - W_y} \times 100 \quad (\text{Eşitlik 4})$$

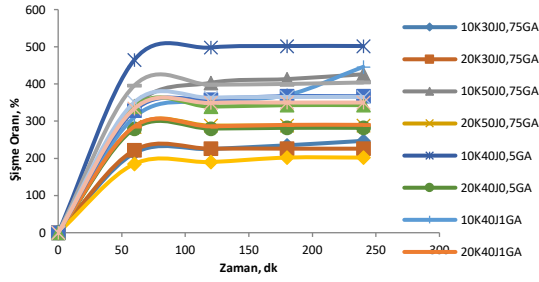
W₀: Etanol dolu şişenin ağırlığı (g), W_x: Hidrojel ve etanol olan şişenin ağırlığı (g), W_y: Etanol ile doyurulmuş hidrojel alındıktan sonra etanolün ağırlığı (g), W_z: Etanol ile doyurulmuş hidrojinin ağırlığı (g)

İstatistiksel analiz yöntemi: Deney çıktılarını maksimum yapan parametrelerin optimum değerlerini belirlemek için Design Expert- 13 paket programı kullanılmıştır. Sonuçları maksimum yapan parametrelerin optimum değerleri belirlenerek her bir değişken için matematiksel model oluşturulmuştur.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Hidrojellerin Şişme Davranışı

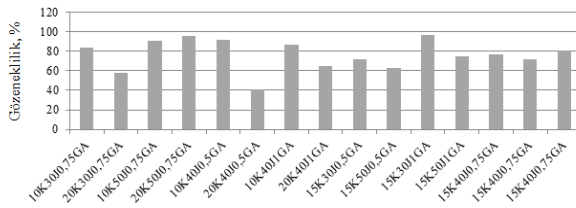
Hidrojellerin şişme süreleri uzundur. Hazırlanan hidrojeller ilk 15-20 dk içinde hızlı şekilde su almış ve yaklaşık 4 saat içerisinde de dengeye ulaşmışlardır. Hidrojellerin SVS sıvısı içerisinde zamana karşı şişme %'leri Şekil 4'de gösterilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, çapraz bağlayıcı miktarının artması hidrojellerin su tutma oranını düşürmüştür. Çünkü hidrojel daha fazla çapraz bağ yaparak moleküller arası boşluk azalmış, polimerik yapı sertleşmiş ve suyun moleküller arasına girme olasılığı azalmıştır. Jelatin miktarı arttıkça şişme oranının arttığı gözlenmiştir. Çünkü su jelatin için iyi bir çözücüdür, jelatin molekülleri arasındaki uzaklığı artırır dolayısıyla şişme oranı artmış olur. Kitosan miktarı arttıkça molekül büyümekte ve şişme oranı düşmektedir.



Şekil 4. Hidrojel filmlerin şişme oranı yüzdesinin zamanla değişimi

Hidrojellerin Gözeneklilik Analizi

Sentezlenen hidrojellerin gözeneklilikleri (%) Şekil 5’de verilmiştir. Kitosan miktarı arttıkça molekül büyüdüğü ve esnekliği azaldığı için gözenekliliği azalmıştır. Çapraz bağlayıcı miktarı arttıkça molekül daha sıklaşmıştır bu da gözenekliliği azaltmıştır. Jelatin yapıya esneklik kazandırmakta ve gözenekliliği artırmaktadır.



Şekil 5. Hidrojel filmlerin gözeneklilik yüzdesi

Sonuçların İstatistiksel Olarak Değerlendirilmesi

Çalışmada optimum koşuldaki kitosan-jelatin hidrojellerinin elde edilmesi için, üç parametrenin aynı anda değişmesinin biyomalzemenin özelliklerine olan etkisi istatistiksel olarak değerlendirilmiştir. Hazırlanan bütün örnekler için ANOVA tabloları quadratic modele göre hazırlanmıştır. Şişme oranı için ANOVA tablosu Tablo5’de verilmiştir.

Modelin F değerinin 11,36 olması bu modelin anlamlı olduğunu gösterir. P değeri’nin 0.05’ten küçük olduğu yerlerde model anlamlıdır. Şişme oranı cevabına göre yapılan teste A, B, BA² önemli model terimleridir. Diğer terimlerin modele ilavesi çok etkili olmadığı gözlenmiştir. Şişme oranına göre model deklemini aşağıdaki gibidir.

Biyouyumluluk açısından şişme %’sini maksimum yapan parametrelerin optimum değerlerini 10 ml kitosan 40 ml jelatin ve 0.5 ml glutaraldehit içeren hidrojel örneği vermektedir.

Tablo 5. Cevap 1. Şişme Oranı

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	90553,98	9	10061,55	11,36	0,0078	significant

A-Kitosan	23762,00	1	23762,00	26,83	0,0035	
B-Jelatin	31125,12	1	31125,12	35,14	0,0019	
C-Glutaraldehit	528,13	1	528,13	0,5963	0,4749	
AB	4160,25	1	4160,25	4,70	0,0824	
AC	2862,25	1	2862,25	3,23	0,1322	
BC	729,00	1	729,00	0,8231	0,4059	
AA ²	821,56	1	821,56	0,9276	0,3797	
BA ²	22368,10	1	22368,10	25,26	0,0040	
CA ²	2432,41	1	2432,41	2,75	0,1584	
Residual	4428,42	5	885,68			
Lack of Fit	4265,75	3	1421,92	17,48	0,0546	not significant
Pure Error	162,67	2	81,33			
Cor Total	94982,40	14				

Farklı molekül ağırlıklı kitosan hidrojellerin biyobozunurluk açısından değerlendirilmesi

Kitosanın molekül ağırlığının hidrojelin özelliklerine etkisi incelenirken optimum miktarlarda kitosan jelatin ve glutaraldehit kullanılmıştır. Farklı molekül ağırlıklı kitosanlar için bu prosedür tekrarlanmış olup, yüksek molekül ağırlıklı kitosanda herhangi bir jelleşme gözlenmemiştir. Bunun sebebi olarak, kullanılan çapraz bağlayıcı miktarının yüksek molekül ağırlıklı kitosan için az geldiği düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlar Tablo 6’da verilmiştir. Bu sonuçlara göre düşük molekül ağırlıklı kitosanın şişme davranışı orta molekül ağırlıklı kitosana göre daha iyi sonuçlar vermiştir.

Tablo 6. Hidrojel filmlerin SVS çözeltisinde zamana bağlı şişme %’leri

Zaman, dk	0	60	120	180	240
DMK	0	453	515	515	520
OMK	0	468	480	488	488

Tablo7. Hidrojellerin gözeneklilikleri(%)

Hidrojel film	W ₀	W _x	W _y	W _z
DMK	16,19	16,21	16,18	0,021
OMK	16,27	16,28	16,25	0,0125

Tablo 8. Su buharı geçirgenliği analiz verileri

Hidrojel film	A,cm ²	W ₀ , g	W ₁ , g	SBG, g/cm ² h
DMK	0,5	0,0067	0,0062	4,17
OMK	0,5	0,0094	0,0090	3,33

Farklı molekül ağırlıklı kitosan hidrojellerin gözeneklilik (%) sonuçları Tablo 7’de, gaz geçirgenliği analiz sonuçları da Tablo 8’de verilmiştir. Düşük molekül ağırlıklı kitosanın gözeneklilik yüzdesi orta molekül ağırlıklı kitosan hidrojele göre daha yüksek çıkmıştır. Molekül büyüdükçe esnekliğin azaldığı ve gözenek yüzdesinin düştüğü gözlenmiştir. Düşük molekül ağırlıklı kitosandan elde edilen hidrojel su buharı geçirgenliği orta molekül ağırlıklı kitosan hidrojele

göre daha yüksektir. Bu da DMK'nın gözenek yüzdesinin daha fazla olmasından kaynaklanmaktadır. Farklı molekül ağırlıklı kitosanlarla yapılan çalışmada düşük molekül kitosanla elde edilen hidrojellerin biyouyumlulukları orta molekül ağırlıklı kitosana göre daha iyi sonuçlar vermektedir.

GENEL SONUÇLAR

Yara örtüleri, yüksek su emme kapasitesine sahip, yara yüzeyinde nemli bir ortam sağlayan, gaz alışverişine izin veren, toksik olmayan ve yaradan kolayca çıkarılabilen biyomalzemelerden üretilmelidirler. İyileşen dokunun yerini alması için biyomalzeme canlı vücudunda yaralanan dokuyla benzemeli yani biyouyumlu olmalıdır. Bu çalışmada, kitosanın molekül ağırlığı ve miktarının, kullanılan jelatin miktarının ve çapraz bağlayıcı miktarının hidrojellerin biyouyumluluğuna etkisi istatistiksel olarak incelenmiş ve şişme %'sini maksimum yapan parametrelerin optimum değerlerini içeren örneğin 10 ml kitosan 40 ml jelatin ve 0.5 ml glutaraldehit içeren hidrojel örneği olduğu gözlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, çapraz bağlayıcı miktarının artması hidrojellerin su tutma oranını düşürmüştür. Çünkü hidrojel daha fazla çapraz bağ yaparak moleküller arası boşluk azalmış. polimerik yapı sertleşmiş ve suyun moleküller arasına girme olasılığı azalmıştır. Jelatin miktarı arttıkça şişme oranının arttığı gözlenmiştir. Çünkü su jelatin için iyi bir çözücüdür, jelatin molekülleri arasındaki uzaklığı artırır dolayısıyla şişme oranı artmış olur. Kitosan miktarı arttıkça molekül büyümekte ve şişme oranı düşmektedir. Kitosan miktarı arttıkça molekül büyüdüğü ve esnekliği azaldığı için gözenekliliği azalmıştır. Çapraz bağlayıcı miktarı arttıkça molekül daha sıklaşmıştır bu da gözenekliliği azaltmıştır. Jelatin yapıya esneklik kazandırmakta ve gözenekliliği artırmaktadır. Kitosanın molekül ağırlığının hidrojelin özelliklerine etkisi incelenirken yüksek molekül ağırlıklı kitosanda herhangi bir jelleşme gözlenmemiştir. Bunun sebebi olarak, kullanılan çapraz bağlayıcı miktarının yüksek molekül ağırlıklı kitosan için az geldiği düşünülmektedir. Farklı molekül ağırlıklı kitosanlarla yapılan çalışmada düşük molekül kitosanla elde edilen hidrojellerin biyouyumlulukları orta molekül ağırlıklı kitosana göre daha iyi sonuçlar vermektedir.

Bu çalışmada, optimum koşuldaki hidrojellerinin elde edilmesinde, parametrelerin aynı anda değişmesinin biyomalzemenin özelliklerine olan etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi ile çıkacak sonuçların biyomedikal uygulamalara katkı sağlayacağı düşünülmektedir

TEŞEKKÜR

Bu çalışmaya katkılarından dolayı Uşak Üniversitesi Araştırma Fonu'na (Proje No: UPAP 06/2020/TP001) desteği için teşekkür ederiz.

KAYNAKÇA

1. Koehler, J., Brandl, F. P., Goepferich, A. M. 2018. "Hydrogel wound dressings for bioactive treatment of acute and chronic wounds", *European Polymer Journal*, 100, 1-11.
2. Carlson, B. 2016. "Advanced Wound Care Markets Worldwide", Rockville, MD, USA: Kalorama Information.
3. Şahiner, N., Sagbas, S., Şahiner, M., Silan, C., Aktas, N., Turk, M., 2016, "Biocompatible and biodegradable poly(Tannic Acid) hydrogel with antimicrobial and antioxidant properties", *International Journal of Biological Macromolecules*, 82, 150–159.
4. Kutlusoy, T. 2016. "Kitosan-ko-hyaluronik asit kriyojellerinin hazırlanması ve karakterizasyonu", *Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 0-112.*
5. Taşkın, P. 2015. "Kitosanın radyasyonla bozunmasına deasetilasyon derecesinin etkisi", *Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 0-80.*
6. Akalın, G. O. 2011. "Jelatin hidrojellerinin sentezlenmesi, şişme/bozunma davranışlarının incelenmesi ve uygun immobilize Lipaz-Jelatin hidrojel sisteminin oluşturulması", *Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 0-105.*
7. Şimşek, M. 2004. "Dekstran hidrojellerin enzimatik bozunma kineğinin estrümantal tekniklerle incelenmesi", *Yüksek Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 0-103.*
8. Liu, Y., An, M., Wang, L., Qiu, H. 2014. "Preparation and characterization of Chitosan-Gelatin/Glutaraldehyde Scaffolds", *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 53:2, 309-325.
9. Chiono, V., Ettore, P., Vozzi, G., Ciardelli, G., Ahluwalia, A., Giusti, P. 2008. "Genipin-crosslinked chitosan/gelatin

- blends for biomedical applications”, *J Mater Sci: Mater Med*, 19, 889-898.
10. Taş, C., Bayraktar, D. 1999. “Chemical Preparation of Carbonated Calcium Hydroxyapatite Powders at 37 ° C in Urea-containing Synthetic Body Fluids”, *Journal of European Ceramic Society*, 19, 2573-2579.
 11. Ehterami, A., Salehi, M., Farzamfar, S., Vaez, A., Samadian, H., Sahrpeyma, H., Mirzaii, M., Ghorbani, S., Goodarzi, A. 2018. “In vitro and in vivo study of PCL/collagen wound dressing loaded with insulin-chitosan nanoparticles on cutaneous wound healing in rats model”, *International Journal of Biological Macromolecules*, 117, 601-609.
 12. Baş, C. 2010. “Cevay yüzey tasarımları ve sinir ağları yaklaşımları”, *Doktora Tezi*, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 0-152.
 13. Yerlikaya, F. 2013. “Paklitaksel nanopartiküllerinin kalite tasarımı ile geliştirilmesi ve değerlendirilmesi”, *Doktora Tezi*, Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 0-109.
 14. Savaşkan, M. 2003. “Deney tasarım yöntemlerinin karşılaştırmalı kullanımı ile ince sert kaplı matkap uçlarının performans değerlendirilmesi ve optimizasyonu”, *Doktora Tezi*, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 0-277.
 15. Vladescu, A., Parau, A., Pana, I., Cotrut, M. C., Constantin, L. R., Braic, V., Vranceanu, M. D. 2019. “In vitro activity assays of sputtered HAp coating wit SiC Addition in various simulated biological fluids”, *Coatings*, 9, 389.
 16. Mansur, H. S., Costa Jr, E., Mansur, A. A. P., Barbosa-Stancioli, E. F. 2009. “Cytocompatibility evaluation in cell-culture systems of chemically crosslinked chitosan/PVA hydrogels”, *Material Science and Engineering C*, 29, 1574-1583.

IN THE EXPENSE OF HYDROLYZED REASSURANCE PAINTS REVIEW OF THE PERFORMANCE OF WASHES USED

Zeynep Nihan KIR ^a, Nalan BENLİ ^a

^aEksoy Kimya

nihans@eksoy.com

SUMMARY

Washing is one of the main processes in the textile industry and affects the final performance of the product. To obtain good fastness values by removing hydrolyzed and unconsirable dyes from the fabric; costly washing processes are required, which causes loss of water, time and energy workmanship. In this study, a washing agent that reduces the number of washes and baths and does not change the activity of the washing process has been examined in comparison with traditional washing processes and washing agents.

PURPOSES

With the washing agent used, it is aimed to reduce energy and water consumption by reducing the number of baths during the removal of hydrolyzed bath over the fabric. Thus, it is aimed to provide an ecological approach by reducing the amount of waste water.

INTRODUCTION

Reactive dyes are known as dyes used in cotton textile applications [1]. Reactive dyes are one of the most commonly used dyes in the textile industry due to their high washing and rubbing color fastness, easy compliance with many dyeing methods, wide color spectrums in the visible area and bright color on the product. Boyarmadde creates coil bonds by reacting chemically with cellulosic fiber through its active groups. For this reason, age fastness values such as washing and rubbing are much better when evaluated

compared to other dyes [2]. In order to increase the desire of cellulose fibers to react, the paint medium is adjusted basically. Salt is added to the paint medium in order to increase the diffusion and substantiity of dyes into the fibers. [3] Figure 1 shows a typical reactive painting process

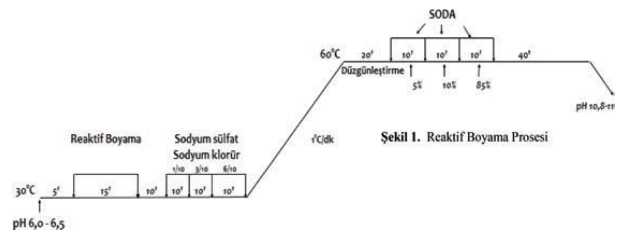


Figure 1. Traditional Washing Process

During reactive dyeing, the reactive group of dyes reacts not only with hydroxyl groups of cellulose macro molecules, but also with hydroxyl groups of water and hydrolysis groups of water. In hydrolyzed dyeing, it loses the activity of reacting with fiber, and the dyeing efficiency decreases. Although the reaction of the dye with fiber in the basic environment occurs faster than hydrolysis, approximately 20% of the dyeing material disappears [4]. To obtain good fastness values by removing hydrolyzed and unconsirable dyes from the fabric; costly conventional washing processes are required, which causes loss of time, energy and labor. Washing agents are chemicals that provide high washing fastness by removing

excess hydrolyzed dyes on the fabric during the washing process. Washing perforation-manses of washing substances are examined on cotton fabric treated with hydrolyzed reactive dye.

During washing, the absorbance values of the fabric and accompanying fabric treated with hydrolyzed dye are measured in the Data Color 850 Spectrophotometer. Using these measured values, K/S values are calculated from Kubelka Munk equality [5].

Kubelka Munk equality and description are given below:

$$K/S = (1-R)^2 / 2R$$

R = Reflex value at maximum absorption value.

K = Absorption coefficient. Q = Scatter coefficient.

In 2007, Akçakoca and his colleagues evaluated the efficiency of hydrolyzed reactive paint with various washing agents (anionic and nonionic). The structures of the washing substances divided into 5 groups are polyacrilatcopimer with succulent structure, polymeric carbonic acid containing polyphosphate, mixture of organic and inorganic compounds, phosphonate modified polycarboxylic acid and polyfunctional nitrogen in non-ionic structure. They found that the most effective washing agent was non-ionic washing agent, which showed weak cationic character in acidic environment. In the increased concentration, they observed that performance in non-ionic washing substances increased, but in anionic washing agents, washing performance decreased. [6]

In 2007, Eren and his colleagues carried out an ozonation study of monoazo group reactive dyes; hydrolysis processes and results were examined in different temperature, duration and alkaline environments. As a result of the studies, they

evaluated color removal and ozone yield mutually. [7]

Güyer and his colleagues emphasized the importance of water management in industrial facilities in their studies in 2016. In this regard, recycling and reuse, decreased water resources, increasing amount of wastewater have created a hot agenda in today's growing economy. Advanced oxidation processes after reactive dyeing of cotton fabric within the scope of their studies

(AOPs) (O₃, UV-O₃, O₃-H₂O₂, O₃-H₂O₂-UV) and researched the recyclability and reuse of washing/bleaching wastewater. [8]

In this study, a washing process and agent that reduces the number of baths in washing processes and does not change washing efficiency have been compared with traditional washing methods and agents. The results of experimental studies are discussed.

EXPERIMENTAL

Material

In this study, Color Index: Reactive Red 195 was used as reactive paint and the output of the project 01137.STZ.2011-2 SANTEZ (Sample 4) was used as a washing agent. Washing agents numbers and chemical structures are given in Table 1.

Sodium carbonate was used as an helper to obtain hydrolysis paint. In addition to washing substances, acetic acid was used in the washing process. For application and fastness tests 100% cotton dimi fabric is used.

Method

For the preparation of hydrolysis paint solution, 2.5 g of Reactive Red 195 and 10 g of

soda are weighed into a beaker, dissolved with soft water under laboratory conditions and completed to 1 liter. The prepared paint solution is mixed with the magnetic mixer at 95°C for 4 hours. It is then left to cool until it reaches room temperature. 100% cotton woven fabric is scarfed with 80% tightening from the prepared hydrolysis dye solution. 3 minutes dried at 120°C. Hydrolysis dyed fabric is sewn from one end to one with the same type of kasar woven cotton accompanying fabric. It is subjected to washing. Washing process was done in Forlab painting machine. After washing, accompanying fabrics are examined. Contamination of accompanying fabrics is evaluated according to gray scale (ISO 105 A03).

Table 1: Codes and Chemical Structures of Washing Substances

Sampl e	Chemical Structure	Ionic Character
1	Poliakrilat	Anyonik
2	Polymerkikarbonic acid containing polyphosphate	Anyonik
3	Combinations containing surfacting material	Anyonik
4	Combinations containing polyfunctional nitrogen	Non-thothing

RESULTS/DISCUSSION

The absorbance values obtained as a result of traditional and bathroom reduced washing procedures are given in Figure 2.

As shown in Figure 2, it has been observed that the absorbance values of the traditional washing bath are examined and the use of washing agent 4 achieves a lower absorbance value than other washing substances.

So 4 Number washing Item other washing Assigning according to more short washing Process more fertile Is has been seen. 4 Number washing Item absorbance values other washing items more is low. This situation improvement Activity Shows.

Table 2. Comparison of Traditional and Reduced Baths

GELENEKSEL SABUNLAMA			GELENEKSEL SABUNLAMA		
Proses	zaman/dk	su L/kg	Proses	zaman/dk	su L/kg
Taşarlı Yıkama	3	3	Taşarlı Yıkama	3	3
Durulama 70°C	10	8	Durulama 70°C	10	8
Nötralizasyon 50°C	15	8	Nötralizasyon 50°C	15	8
Sabunlama 95°C	15	8	Sabunlama 95°C	15	8
Sabunlama 95°C	20	8	Sabunlama 95°C	20	8
Durulama 80°C	10	8	Durulama 80°C	10	8
Durulama 80°C	10	8	Durulama 80°C	10	8
Durulama 70°C	10	8	Durulama 70°C	10	8
Soğuk Çalkalama	10	8	Soğuk Çalkalama	10	8
TOPLAM ATIK SU : 67 L/kg			TOPLAM ATIK SU : 67 L/kg		

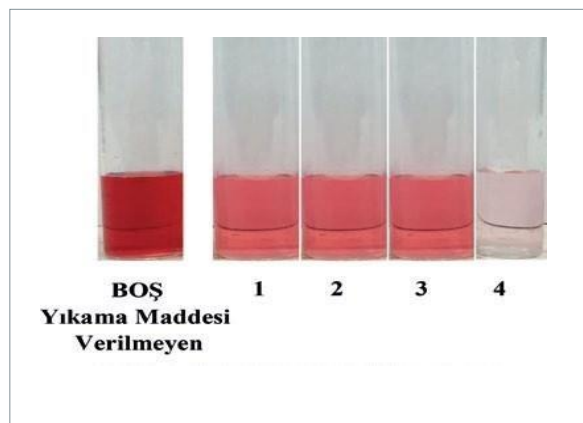


Figure 2. Washing Bath Waters After Traditional Washing Process

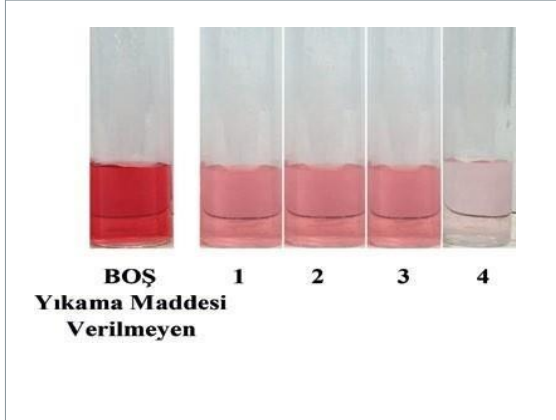


Figure 3. Wash Baths After Reduced Number of Baths Washing Process

Figure 2 and Figure 3, respectively, sample 1, Sample 2, Sample 3, Sample 4, traditional and bathroom water after reduced washing after reduced number of baths given 0.5 g/L from washing substances are seen.

When Figure 2 and Figure 3 are examined, the inhibited dye in the bath solution with its improved chemical use remains in the solution bath and therefore collapses less into the fabric.

A total of 3 bathrooms, 2 rinsing and 1 soaping savings were achieved in the steps of washing process with washing agent number 4. Thus, both the total water waste rate was reduced and the total time, energy and labor advantage was provided according to the traditional washing process. For example, a washing agent number 1 produces a total of 67 L/kg of wastewater in the traditional washing process, while 43 L/kg of wastewater is produced with the use of an improved washing agent. Thus, 24L/kg of wastewater, 40 minutes of time was saved.

The use of washing substances saves energy and water amounts by reducing the number of wash baths. Since the amount of wastewater generated is

also reduced by the reduction in bath water, a more environmentally friendly approach is formed. In addition, the decrease in bathroom numbers also reduces labor.

RESULTS

In this study, Would- Give Work within the scope of Developed non-Ionic washing agent (4 Number washing item) Performance, traditional washing Process Types and other washing Item Types with karşılaştırılmıştır. Her varied traditional washing as a result Measured absorbans values in 4 Number washing Item Use with washing process stages kısaltılabileceği has been seen. Developed washing agent Thanks him many from a point of view saving while providing hem de haslık values in Healing Realised. Work Results this About to be done forward research and industrial to trials auxiliary Will. Sum 3 bathroom adımından saving can be, his time energy and Labor like production parametrelerinden saving can be is determined. 4 Number washing Item Use with traditional washing process according to 24 L / kg more that Wastewater Produced In addition For 40 minutes. Time saving provided. Her varied washing process as a result 4 Number washing Item both color Strength hem de haslık Values in terms of in good Results Taken has been seen.

THANK YOU/INFORMATION/FUND SOURCE

I would like to express my thanks to Eksoy Kimya for the implementation and publication of my research.

REFERENCES

1. Tutak, M., Özdemir, A. O., (2011), Reactive Dyeing of Cationized Cotton: Effects on the

Dyeing Yield and the Fastness Properties, Journal of Applied Polymer Science, 119: 500 – 504.

2. Ozcan, Y., (1978), Textile Fiber and Dyeing Technique, Istanbul University Publications, Istanbul.

3. Yurdakul, A., Atav,R., (2006), Paint-Printing Principles, Ege University Textile and Apparel Research and Application Center Publication, Ege University, p.149, Izmir.

4.Eren, H.A., Kurcan, P., Anish, P., (2007), Dergipark Academic, Volume 17, Issue 2, Pages 119-125.

5.Kubelka, 1948; Mcdonald, 1987; McLaren, 1986 6. Akcakoca, E.P., ve Ark. (2007), Dyes and Pigments 72, 23-27

6.Güyer, G.T., Kashif, N., ve Ark. (2016), Elsevier, Volume 139, Pages 488-494.

7.R., Shamey., T., Hussein.(2005), Critical solutions in the dyeing of cotton textile materials

8.Weible K-H. The influence of calcium when washing off reactive dyes. Melliand English 1990;10:E 361e2. Original German pages: Melliand Textilberichte 1990;10:772e4.

Biyobozunur Gübrelenebilir Özelliğe Sahip Evcil Hayvan Atık Torbası

KAYA Zerrin¹, AKSEL EREN Hüseyin², KIROĞLU Birnur³, KARAYEL Hülya⁴
Marsala Tekstil
zerrin.kaya@marsalatexile.com

ÖZET

Günümüzde bilinçli tüketicilerin artmasıyla birlikte çevre yükü azaltılmış ürünlerin tasarımı, geliştirilmesi ve üretilmesi önem kazanmaktadır.

Bu nedenle artan gereksinimlere cevap verme, doğaya zarar vermeyen, hem kendimize hem de doğaya faydalı olan ürünlerin üretilmesinde yeni bakış açıları ve değişen kullanım alanlarının da etkisiyle tekstillerin farklı şekillerde tasarlanması ve üretilmesi günümüzün önemli konuları arasında yer almaktadır.(1)

İnsanlar tarafından evcil hayvanların sahiplenme oranları günümüzde hızla artış göstermektedir.. Evcil hayvan beslenmenin yanında getirdiği bakım gibi sorumluluklarda yer almaktadır. Özellikle evcil hayvanların tuvalet eğitimi, verilmesi gereken alışkanlıkların başında gelir.

Evcil hayvan dostlarına tuvalet alışkanlığı kazandırmak kadar, tuvalet bölgelerini temiz tutmak da son derece önemlidir. Bu nedenle tuvalet bölgelerinin temiz tutulması için kullanılan dışkı toplama ürünlerinde doğaya bırakıldığında yeşil çevre dostu tasarımlara sahip olması çok önemlidir. (2)

Günümüzde evcil hayvan atık toplama poşetleri kullanılmakta olup petrol kaynaklı sentetik ambalaj malzemeleri doğada uzun süre parçalanmadığından dolayı çevre kirliliği ve toksik madde birikimi gibi dezavantajlara sahiptir (3)

Bu çalışmada evcil hayvan dışkılarının toplanmasında plastik ve doğa da uzun süre yok olmadan kalan ürünler yerine çevreye zarar vermeyen kısa sürede doğada kendiliğinden yok olabilen tekstil esaslı dışkı toplama materyalleri geliştirilmesi hedeflenmektedir

AMAÇLAR

Son yıllarda tekstil endüstrisindeki hızlı değişim ve giyim dışında farklı kullanım özelliğine sahip tekstil fonksiyonel ürünlerinin geliştirilmesinde sentetik içerikli kaynaklar hızla tüketilmekte ve doğa her geçen gün daha fazla kirletilmektedir.

Bu nedenle farklı kullanım özelliklerine sahip ürünlerinin tasarlanmasında biyobozunur yapıya sahip doğada kendiliğinden yok olan çevreci sürdürülebilir

hammadeler ile ürünler elde etmek büyük önem taşımaktadır.

Bu proje ile elde edilecek ürünlerin en temel özelliği doğada kısa sürede kendiliğinden çözünebilecek özelliğe sahip dokuma kumaşların yeniden doğaya ve tüm canlılara zarar vermeden geri kazanılmasını sağlayacak sürdürülebilir ve biyobozunur ürünler geliştirmektir.

GİRİŞ

Literatür çalışmaları incelendiğinde hayvanları koruma kanunda belirtildiği üzere ;

Hayvanların sahiplenilmesi ve bakımı

Madde 5- Bir hayvanı, (...) ⁽¹⁾ sahiplenilen veya ona bakan kişi, hayvanı barındırmak, hayvanın türüne ve üreme yöntemine uygun olan etolojik ihtiyaçlarını temin etmek, sağlığına dikkat etmek, insan, hayvan ve çevre sağlığı açısından gerekli tüm önlemleri almakla yükümlüdür.

Hayvan sahipleri, sahip oldukları hayvanlardan kaynaklanan çevre kirliliğini ve insanlara verilebilecek zarar ve rahatsızlıkları önleyici tedbirleri almakla yükümlü olup; zamanında ve yeterli seviyede tedbir alınmamasından kaynaklanan zararları tazmin etmek zorundadırlar.(4)

Hayvan sahipleri bakmakla yükümlü oldukları hayvanları (kedi,köpek) dış ortamda tuvalet ihtiyaçlarını gerçekleştirdiklerinde bu alanların çeşitli materyaller ile temizliğini sağlamak zorundalar. Genel olarak temizliği sağlamak adına polipropilen veya poliüretan içerikli naylon poşetler kullanılmaktadır. Bu poşetler doğaya atıldığında kendiliğinden kısa sürede kaybolmamakla beraber çevreye zarar vermektedir.

Geliştirilecek olan bu proje ile elde edilecek ürünler özellikle çöp kutusu gibi alanlara gerek olmadan toprağa direk bırakıldığında 6 ay gibi bir süre içerisinde doğada kendiliğinden yok olacak ve çevreye ekolojik katkıda bulunması hedeflenmektedir.

Evcil hayvan bakan insanların,hayvanın temel ihtiyaçlarından biri olan tuvalet ihtiyacı için dışarıya çıkardıklarında hayvanın dışkı boşaltımını

gerçekleştirmesi sonrası sentetik ve doğada uzun yıllar sonra kaybolmayan(500-1000 yıl) (4) poşetler yerine doğada kolayca kaybolan biyobozunur elyaflardan üretilmiş ekotasarım ürünleri üretilecektir.

DENEYSSEL

Malzeme

Bu tasarım için kullanılacak malzemeler;

- 60 NE %100 tencel ring micro
- 60 NE %100 Pamuk Compact
- %50 tencel , %50 pamuk
- %70 tencel ,%30 pamuk iplikleri ile dokuma bezayağı örgüsü çalışmaları yapılacaktır.

Yöntem

ÇALIŞMA	KONSTÜRÜKSİYON BİLGİSİ
A	60 NE %100 tencel ring micro
B	60 NE %100 Organik Pamuk Compact
C	%50 tencel , %50 Organik Pamuk Compact
D	70 tencel ,%30 Organik Pamuk Compact
E	%50 Modal %50 Organik Pamuk Compact

Tablo 1. Üretilen Kumaş Konstürüksiyonları

Yukarıdaki tabloda belirtildiği üzere hem maliyet hem biyobozunur yapı ve özellikleri kapsamında değerlendirilen 3 farklı iplik türü ile 5 farklı deneme dokuma çalışmaları yapılacaktır.Bezayağı olarak yapılacak bu kumaş çalışmalarına sadece yıkama,kurutma ve konfeksiyon işlemleri yapılacaktır.

Konfeksiyon aşamasında ; torba formunda biyobozunabilir iplikler ile dikim işlemi yapılacaktır.

DENEYSSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yapılacak olan çalışmalar sonucunda 5 farklı konstürüksiyon içeriğine sahip kumaş elde edilecektir. Yapılan literatür çalışmalarından da edinilen bilgiler ışığında kullanılan liflerin doğada kaybolma sürelerine bağlı olarak ;

Organic pamuk: 1 ay - 5 ay

Ip parçaları: 3 ay - 14 ay

Bez parçaları: 6 ay gözlemlenmektedir.(5)

Organik koton: Çevre için faydaları

- Çevreye çok az zarar vererek üretilmektedir.
- Suni gübre kullanılmadan yetiştirilmektedir.

- Organik tarlacılar zararlı kimyasallara maruz kalmazlar.
- Normalden az su kullanarak yetiştirilebilmektedir.

Modal ,tencel gibi selülozik elyaflar, sürdürülebilir kaynaklardan elde edilen ağaç hamurundan, çevreye duyarlı süreçlerle üretilir. Selüloz, biyolojik olarak parçalanabilir, böylece kullanım sonrası tamamen doğaya geri dönebilir.(6)

Bu çalışmalar sonucunda elde edilecek tekstil materyalinin evcil hayvan (kedi,köpek) dışkılarının yapıldığı alanın temiz tutulması amacıyla dışkıların elle direk temas etmeden tekstil torbası içerisine alındığı bir ürün elde edilecektir. Aynı zamanda ürün konstürüksiyon farklılığı ile maliyete uygun ürünler geliştirilecektir.

- 1.AKSEL EREN, Hüseyin (0000-0003-3908-5139)
2. KAYA, Zerrin (0000-0002-0279-5287)
3. KIROĞLU, Birnur (0000-0002-8782-4541)
4. KARAYEL, Hülya (0000-0002-1010-3172)

GENEL SONUÇLAR

Üretimi gerçekleştirecek olan 3 farklı iplik ve 5 farklı konstürüksiyondaki ürünlerin doğada biyobozunur yapıya sahip liflerden elde edilen ipliklerle kullanıma uygun dokuma konstürüksiyon ve prosesleri sayesinde yeni sürdürülebilir çevreci ekotasarım ürünler elde edilecektir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Geliştirilecek ve üretilen bu ürün farklı projelere know how oluşturacak nitelik taşımaktadır. Bu ürün hayvan tuvalet atığı temizliğinde çevreyi koruyucu sürdürülebilir bir niteliğe sahip olup, bu tarz ürünler

- Taşıma
- Tarım
- Doğada kısa sürede kaybolması istenen çevreci ürünlerin elde edilmesi için bir alt yapı oluşturmaktadır.

KAYNAKLAR

(1)Özen, Ö. ve Erdem İşmal, Ö. (2021). Tekstil tasarımına ekolojik bir yaklaşım: Lyocell üzerine doğal boyama ve eko baskı. yedi: Sanat, Tasarım ve Bilim Dergisi, 26, 109-130. doi: 10.17484/yedi.863763

(2)Sosyoloji Araştırmaları Dergisi / Journal of Sociological Research Cilt / Volume 20 Sayı / Number 2 (Ekim / October 2017) : (89-107)

(3)KILINÇ, M., TOMAR, O., & ÇAĞLAR, A. (2017).
Biyobozunur Gıda Ambalaj Malzemeleri. *Afyon
Kocatepe Üniversitesi Fen Ve Mühendislik Bilimleri
Dergisi*, 17(3), 988-996

(4)T.C Cumhurbaşkanlığı Mevzuat Bilgi Sistemi
[https://www.mevzuat.gov.tr/mevzuat?MevzuatNo=51
99&MevzuatTur=1&MevzuatTertip=5](https://www.mevzuat.gov.tr/mevzuat?MevzuatNo=5199&MevzuatTur=1&MevzuatTertip=5)

(5)“İmaj Çevre ve Danışmanlık”
info@imajcevre.com.tr

<https://www.imajcevre.com.tr>

Son erişim tarihi: 01 Kasım 2021.

(6) Orimpex Organik Tekstil
<https://orimpex.com.tr/surdurulebilir-tekstil>

Son erişim tarihi: 01 Kasım 2021.

Farklı Çekim Oranlarına Sahip Elastan-Poliamid İpliklerin Kumaş Özelliklerine Etkisi

Esra GELGEÇ, Mustafa ÇÖREKÇİOĞLU, F.Filiz YILDIRIM, Şaban YUMRU, Sultan ELİBÜYÜK, Özlem DEMİR, Perinur KOPTUR
Ozanteks Tekstil San ve Tic. A.Ş
esra@ozanteks.com.tr

ÖZET

Bir giysinin rahatlığı; vücuda oturmasına, zorlanma altında ne kadar esneyeceğine ve bunun ne kadarının geriye döneceğine bağlıdır. Dolayısıyla fiziksel hareket sırasında giysilerin esneme özelliği ile düşük direnç göstermesi ve kuvvet ortadan kalktığında orijinal boyut ve şekillerine hızlı bir şekilde geri dönmesi önemlidir. Örne kumaşlar yapısındaki ilmek formu sayesinde vücut hareketlerine göre ölçülerini kolaylıkla değiştirebildikleri için günlük ve spor giysilerde sıklıkla tercih edilmektedir. Bu ipliklerin kumaş yapısına dahil edilmesi ile kalıcı esneklik yanı sıra kumaşlarda geri dönüş özelliği de sağlanmış olmaktadır. Bu çalışma ile; farklı çekim oranlardaki elastanların kalıcı uzama değerine etkisinin araştırılması amaçlanmıştır.

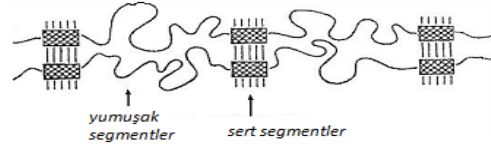
AMAÇLAR

Genel olarak kumaşların vücut hareketlerine uygun olarak rahat bir şekilde esnemesi ve esnetme sonrasında da herhangi bir deformasyon olmadan orijinal şeklini koruması gerekmektedir. Ancak giysiler böyle büyük bir esnekliğe sahip değilse kumaş torbalama adı verilen deformasyon meydana gelir.

Bu çalışma ile; farklı elastan çekim oranlarının kumaşın esneme özelliğine, kalıcı esneklik ve geri dönüş özelliğine olan etkisi inceleyerek parametreler arası ilişkilerin incelenmesi sonucunda yeni ürün geliştirilirken gereksiz denemelerin önüne geçmeyi ve bu sayede deneme maliyetlerini düşürmek hedeflenmektedir. Ayrıca tüketicilerin değişen beklenti profilini de karşılamak amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Örne kumaşlar yapısındaki ilmek formu sayesinde vücut hareketlerine göre ölçülerini kolaylıkla değiştirebildikleri için günlük ve spor giysilerde sıklıkla tercih edilmektedir. Ayrıca yüksek elastikiyete sahip ipliklerin kumaş yapısına dahil edilmesiyle esneme yetenekleri daha da geliştirilebilmektedir. Bu ipliklerin kumaş yapısına dahil edilmesi ile kalıcı esneklik yanı sıra kumaşlarda geri dönüş özelliği de sağlanmış olmaktadır.^{2,3}



Şekil 1. Elastan Lif Moleküllerinin Sert ve Yumuşak Kısımları .⁴

Yumuşak bölgelerin düşük erime sıcaklıklarına karşılık sert bölgeler yüksek erime sıcaklığına sahiptir. Sert bölgeler mukavemet ve kararlılık özelliği kazandırır. Uzama anında polimer zincirlerinin kaymasını önleyerek eski haline gelmesini sağlarlar. Yumuşak bölgeler ise amorf halde olup makromoleküller gelişmiş bulunur. Düşük erime sıcaklığına sahip bu bölgeler liflere yüksek elastikiyet özelliği kazandırmaktadırlar. Elastan liflerinin esnek kısımlarını oluşturan polimerin cinsine göre, poliester-poliüretan ve polieter-poliüretan lifleri olarak iki gruba ayrılır. Üretilen elastan lifleri büyük çoğunlukla polieter tipi olup, daha az olarak da poliester tipleri üretilmektedir.¹

Giysileri seçerken tüketicileri etkileyen ana faktörler estetik görünüm ve modadır. Ancak bu faktörlerin yanı sıra giysinin kullanım sırasındaki giyim konforu da oldukça önemlidir. İnsan cildi, vücut hareketleriyle birlikte büyük ölçüde esneme kabiliyetine sahiptir. Genel olarak kullanıcı, giysisinden de aynı tutumu görmeyi bekler.

Elastik lifler sayesinde kumaşlarda ve giysilerde konfor, hareket özgürlüğü insanların beklentilerini karşılayabilir seviyelere gelmiştir.

Elastanlı kumaşlar hakkında günümüze kadar birçok deneme, araştırma geliştirme çalışmaları yapılmıştır. Singh Sawhney,⁵ esnek kumaşların esneme ve diğer fiziksel özellikleri üzerinde kumaş yapısının etkisini araştırmıştır. Örgü tipinin kumaş esnemesi üzerinde etkisi olduğunu tespit etmiştir. Taraktaki çözgü iplikleri sayısının artmasıyla, elastikiyet ve kalıcı

uzamanın azaldığını gözlemlemiştir. Kumaşın esneme özellikleri üzerinde atkı ipliklerinin etkisinin tarağın etkisinden daha büyük olduğunu, elastikiyet ve kalıcı uzamanın atkı ipliği yoğunluğunun artmasıyla her iki yönde azaldığını tespit etmiştir.

Bilal, Tanveer ve Mumtaz,⁶ farklı numaralarda elastan ve farklı çekim oranlarına sahip elastan kullanarak elastikiyet ve kalıcı elastikiyet özelliklerine etkileri incelenmiştir. Daha kalın elastan kullanıldığında yırtılma mukavemeti, elastikiyet ve geri toplama değerinin arttığını, elastan çekim oranı artırıldığında ise elastikiyetin arttığını ve geri toplamanın düştüğünü sonucuna varmışlardır.

Mukhopadhyay vd⁷. Lycra™ filamentinin, pamuk-Lycra™ harmanlanmış örgü kumaşın tepe yükte uzama, anında geri kazanım, gecikmiş toparlanma, kalıcı sertleşme ve esneklik üzerindeki etkisini incelemiştir. Anında toparlanma, uzama ve esnekliğin Lycra™ karışımı kumaşlarda daha yüksek olduğu, ancak gecikmiş toparlanma ve kalıcı sertleşmesinin% 100 pamuklu kumaşlara göre daha düşük olduğu görülmüştür.

Elastan iplikler genellikle tekstilde çıplak halde kullanılmamaktadır. Genellikle başka hammaddelerle birleştirilmekte ve gipe iplikler oluşabilmektedir. Literatürde elastin ipliklerin çekimleri ve bu çekimlerin kumaş özelliklerine etkisi ile ilgili çalışmalar görmek mümkündür⁸.

Yapılmış çalışmalarda, elastin çekiminin etkisi incelenmiştir. Çekim belirli bir miktar arttığında iplik mukavemetinin arttığı, ancak çekimin daha da artmasının mukavemet değerlerini kötü etkilediği raporlanmıştır. 2004 yılında yapılmış bir çalışmada, 2.0-4.5 çekim oranlarının 44.4 dtex/4f elastin pamuk karışımlarında denendiğinde, 3.5 çekim oranının en iyi elastiki iyileşme özelliğini sergilediği görülmüştür. 2007'de yapılmış bir çalışmada da elastin ipliğinin çekim oranının artırılması sonucunda iplik özelliklerinin kötüleştiği belirtilmiştir. 2014 yılında yapılmış bir çalışmada, iplik, öz inceliği ve çekim oranının iplik mukavemeti ve tüylülüğü üzerinde etkisinin istatistiki olarak önemli olduğu görülmüştür⁸.

Ozanteks firması, yenilikçi ürünler geliştirmeye ve aynı zamanda mevcut ürünlerin kalitesini arttırmayı amaçlar. Gipe iplikli polyamid kumaşlara farklı elastan çekim oranlarının uygulayarak elastikiyet ve kalıcı uzama özelliklerine etkisini incelemeyi amaçlamıştır. Böylelikle firmamız, parametreler arası ilişkilerin incelenmesi sonucunda yeni ürün geliştirilirken gereksiz denemelerin önüne

geçilebilecek istenen seviyelerde performansa daha kısa sürelerde ulaşılacaktır.

DENEYSEL

Malzeme

%91 Poliamid-%9 elastan süprem örgülü kumaşlar kullanılmıştır. Kumaşlar numune makinesinde işletme şartlarına uygun olarak boyanmıştır.

Metot

22 dtex 20 denye poliamid +33 dtex elastan iplikler 2.0, 2.2 ve 2.4 ac - air cover çekim kullanılarak üretilmiş ve bu iplikler süprem örgü ile Santoni SM6 seamless makinelerinde örülmüştür. Kumaşlara, boyanmalarından sonra ISO EN 14704-1 testi uygulanmıştır. Test ile kumaşların % elastikiyet, 1 dakika ve 30 dakika sonraki kalıcı uzama değerleri ölçülmüştür.

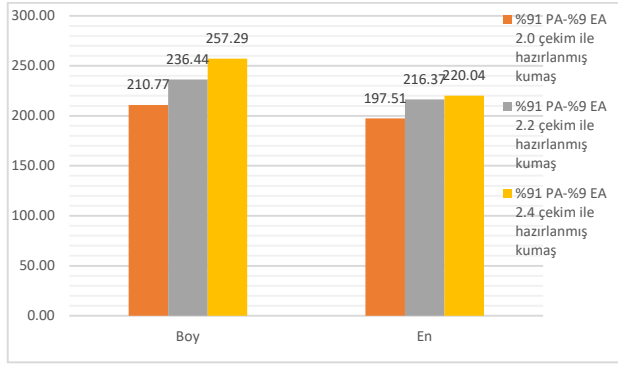
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Yapılan elastikiyet testi sonucunda elde edilen değerler Tablo 1'de verilmiştir.

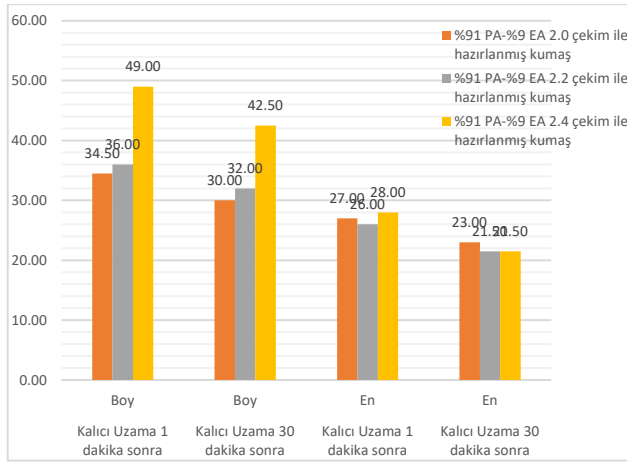
Table 1. Farklı çekim değerlerine sahip elastan ipliklerle üretilmiş süprem kumaşların %esneme ve kalıcı uzama değerleri

		Esneme %	Kalıcı Uzama 1 dakika sonra	Kalıcı Uzama 30 dakika sonra
%91 PA-%9 EA 2.0 çekim ile hazırlanmış kumaş	Boy	210,77	34,50	30,00
	En	197,51	27,00	23,00
%91 PA-%9 EA 2.2 çekim ile hazırlanmış kumaş	Boy	236,44	36,00	32,00
	En	216,37	26,00	21,50
%91 PA-%9 EA 2.4 çekim ile hazırlanmış kumaş	Boy	257,29	49,00	42,50
	En	220,04	28,00	21,50

Bu kumaşlara ait grafikler Şekil 1 ve 2'de verilmiştir.



Şekil 1. Farklı çekim değerlerine sahip elastan ipliklerle üretilmiş süprem kumaşların % esneme değerlerinin karşılaştırılması



Şekil 2. Farklı çekim değerlerine sahip elastan ipliklerle üretilmiş süprem kumaşların kalıcı uzama değerlerinin karşılaştırılması

Tablo 1, şekil 1 ve 2 'den görüldüğü gibi farklı çekim oranlarına sahip elastin ipliklerle üretilmiş kumaşların % esneme ve kalıcı uzama değerleri birbirinden farklı çıkmıştır. Esneme değerleri incelendiğinde çekim oranı arttıkça % esneme oranlarının arttığı görülmüştür. % Esneme değerleri yanında kalıcı uzama değerleri arasında da farklılık olduğu görülmektedir. Özellikle 2.4 çekim oranlı elastin ipliklerle üretilmiş kumaşların kalıcı uzama değerlerinin diğer çekim oranları ile üretilmiş kumaşlara göre oldukça yüksek olduğu görülmüştür. Bu durum istenen bir durum değildir. Kalıcı uzama değerlerinin düşük olması beklenmektedir. Kalıcı uzama değerleri açısından incelendiğinde, literatürde çekim oranları arttıkça iplik özelliklerinin kötüleştiği bilgisi ile paraleldir.

Esra GELGEÇ, (0000-0001-7999-5757)
Mustafa ÇÖREKÇİOĞLU, (0000-0001-7976-6049)
F.Filiz YILDIRIM, (0000-0003-3490-8538)

Şaban YUMRU, (0000-0001-9102-6078)
Sultan ARAS ELİBÜYÜK, (0000-0002-1866-6332)
Özlem DEMİR, (0000-0003-1505-2164)
Perinur KOPTUR TASAN (0000-0001-9052-1763)

GENEL SONUÇLAR

Bir giysi vücuda oturuşuna, zorlanma altında ne kadar esneyeceğine ve bunun ne kadarının geriye döneceğine bağlı olarak konforlu olduğu söylenebilir. Örme kumaşlar yapısındaki ilmek formu sayesinde vücut hareketlerine göre ölçülerini kolaylıkla değiştirebilirler ve bu sayede günlük ve spor giysilerde sıklıkla tercih edilirler. Bu çalışmada farklı çekim oranlarında üretilmiş elastanlar içeren kumaşların % esneme ve kalıcı uzama değerleri incelenmiştir. Çekim oranı arttıkça kumaşların % esneme değerlerinin arttığı, kalıcı uzama değerlerinin de arttığı görülmüştür. Kalıcı uzama değerlerinin artması istenmemektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Ozanteks Tekstil Ar-Ge merkezi 20S01 özkaynak proje numarası ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. “Yuvarlak Örmeye Elastan Uygulamaları ve Sorunlara Yaklaşımlar”
http://www20.uludag.edu.tr/~tekstil/seminer/2007.03.05_GurayKIRIK_2.doc., 21 Mayıs
2. Song, G., ed., 2011. “Improving comfort in clothing”, Woodhead Publishing Limited, UK.
3. Ertekin, G., Oğlacioğlu, N., Marmaralı A., 2018. “Strength and Comfort Characteristics of Cotton/Elastane Knitted Fabrics”, Tekstil ve Mühendis, 25(110), 146-153.
4. <https://www.derstekstil.name.tr/elastan-lifi.html>
5. Singh Sawhney, A.P. 1974. “The Effect of Fabric Structure on the Properties of Two-way Stretch fabrics made From Elastic Core Spun Yarns of Cotton and Wool Blend.” Textile Research Journal, 506-512.
6. Bilal Q., Tanveer, H., Mumtaz, M. 2014. Effect of Elastane Denier and Draft Ratio of Core-Spun Cotton Weft Yarns on the Mechanical Properties of Woven Fabrics. Journal of Engineered Fibers and Fabrics, 9(1), 23-31
7. Mukhopadhyay, A., Nayak, R.K., Kothari, V.K., 2004a. Extension and recovery characteristics of air-jet textured yarn woven fabrics. Indian J. Fibre Text. Res. 29 (3), 62-68

8. Çelikkan Aydođdu, S. H. 2018. Tek Ve Çift Elastan Bileşenli Özlü İpliklerin Ve Üretilen Kumaşların Özelliklerinin İncelenmesi Doctoral dissertation, Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta.

CHAPTER 7



TEKSTİL TEKNOLOJİLERİ | TEXTILE TECHNOLOGIES

Süblime Baskı Yönteminin Deri Üzerine Uygulanabilirliği Üzerine Bir Araştırma

EROL, SENGUL¹, PAMUK, BEYHAN¹, SUNERLİ TOPAN, ESRA² YALÇIN FATİH³

¹Uşak Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, , ²Uşak Üniversitesi DTS Uyg. ve Araş. Merk.,

³Uşak Üniversitesi, Teknoloji Transfer Ofisi

fatih.yalcin@usak.edu.tr

ÖZET

Deri materyalinin katma değerinin artması ve kullanıcı isteklerine cevap verebilmesi adına farklı yüzey uygulamaları bulunmaktadır. Süblime baskı özellikle polyester kumaşların renk ve desenlendirilmesi çalışmalarında kullanılmaktadır. Çalışmada deri materyalinin farklı uygulamalarla yüzeyi hazırlanarak; süblime yönteminin deri üzerindeki uygulanabilirliği denenmiştir. Yüzey uygulamalarında özellikle silikon bazlı çalışmada olumlu sonuçlar alınmıştır. Çalışma ile süblime baskı yönteminin deri üzerine uygulanabildiği ancak yüzey uygulamalarının geliştirilmesi gerektiği sonucu elde edilmiştir.

AMAÇLAR

Bu çalışmada; daha çok polyester bazlı kumaşlar üzerine uygulanan süblime baskı uygulamasının deri materyali üzerine uygulanması denenmiştir. Bu amaçla farklı polimer malzemeler ile deri yüzeyinin süblime baskı uygulamasına hazırlanması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Deri, kumaş, ağaç, seramik vb. levha halindeki malzemelerin üretiminde ve nihai ürün olarak kullanımında renkler ve desenler kullanıcılar için büyük önem taşımaktadır. Bu sebeple bu tip ürünlerde boyama yani ürün çeşitlendirme için yüzey boyaması haricinde farklı baskı teknikleri uygulanarak desenler oluşturulmaktadır. Ürünler bu tip çeşitlendirme kazandırmak için baskı uygulamaları gerçekleştirilmektedir. Baskı teknolojisi yalnızca kumaşlara değer katmaz aynı zamanda kullanıcıların günümüzde her geçen gün artan kişiselleştirme ihtiyacını da karşılamaktadır^{1,2}. Bu amaçla düz boyamalar ile birlikte baskı teknikleri ile ürünler üzerine farklı desenler hatta gelişen teknoloji ile birlikte istenen resimler de aktarılabilir.

Bir deseni, tekstil yüzeyine geçirmenin birçok metodu bulunmaktadır. Yüksek baskı metotları arasında El (model) baskı, perrotin baskı ve rölyef baskı bulunmaktadır. Adından da anlaşılacağı gibi el (model) baskı, ilk baskı yöntemlerinden olup, tahta veya metalden yapılmış kalıplarla yapılan baskıdır. Sanayi devriminden sonra baskı makinelerinin gelişimi karşısında metraj üretime cevap verememiş ve yerini baskı makinelerine bırakmıştır. Bugün bu yöntem artistik çalışmalarda yani sanatçıların bireysel çalışmalarında kullanılmaktadır³.

Avrupa'da 18. yy'da baskılı kumaşlara olan aşırı talep tekstil endüstrisindeki gelişimin bu yönde olmasını sağlamıştır. Buhar makinasının bulunmasıyla başlayan sanayi devrimi tekstil baskı konusundaki gereksinimleri karşılayabilecek yeni düşüncelere ışık tutmuştur.

Bir derin baskı yöntemi olan, yani basacak kısımları derin olan kalıpların kullanıldığı Intaglio tekniği ise rulo baskı makinasının aslını oluşturmaktadır. İtalyanca "Intaglio" sözcüğü metalin ve kıymetli taşların "engrave" edilmesi yani derinliğine işlenmesi anlamında kullanılmıştır. Ahşap kalıplarla kullanıldığı baskılara göre Intaglio çok daha ince detaylı görüntü oluşturabilmekte, yumuşak olduğu için metal olarak bakır levha kullanılmaktadır. Üzerine desen oyularak çıkartılan bakır levha mürekkeple temas ettirildikten sonra desen kâğıda preslenerek çıkarılır. Teknolojinin gelişimi ile bakır levha üzerine desenin aktarılması asit banyosuyla kolayca yapılmaya başlanmıştır. Tonal etkiler için ise derin kısımlar mumla kaplanarak ayrı kalıplarla farklı tonlar elde edilebilir.

1752'de Francis Nikson, Intaglio tekniğini kumaşlarda kullanabileceğini düşünmüş ve tekstil baskı teknolojisinde böylece önemli bir adım atılmıştır.

Endüstri devrimi ile birlikte el baskı ve boyama yöntemlerine güçlü alternatifler olan mekanik üretim sistemleri ve kimyasal boyalar sunulmuş görsel anlatımlar ve üretim teknikleri teknoloji çağının olanakları ile değişmeye başlamıştır⁴.

Çeşitli Baskı Teknikleri

Özellikle tekstil gibi giyim eşyalarında düz boyama haricinde serigrafi (ipek baskı), kağıt transfer filmi (ısı transfer), süblime baskı ve UV baskı gibi farklı yöntemler ile yüzey üzerinde desen oluşturulmaktadır.

Serigrafi, düz bir yüzey üzerinde rakle adı verilen sert bir sıyrıcının, çerçeve şekilli elek üzerindeki boyanın sıyırılarak elek üzerindeki desenin yüzeye aktarılması ve desenin elde edilmesidir⁵ Serigrafi yöntemi tekstil sektöründe kumaş üzerine veya konfeksiyon kesim işlemi sonrası, bitmiş ürün veya diğer aşamalarda kullanılmakta ve bu sebeple amaca özel farklı makineler bulunmaktadır. Ancak, deri sektöründe bu kadar çok kullanım bulmamıştır. Bunun sebebi ise üretim sırasında tekstilin boy ve genişliği bilinmekte iken; derinin yüzey alanının hayvandan hayvana farklı oluşudur. Bu sebeple daha çok kesilen deri parçalarında serigrafi üretimi yapılmakta ancak tekstil sektörüne kıyasla çok az yer bulmaktadır.

Transfer baskı desenin yüzeye aktarılmasında kullanılan diğer bir yöntemdir. Bu baskıda tasarlanan desen önce uygun bir boyarmadde ile taşıyıcı yüzeye aktarılır ve sıcak presleme ile kumaş yüzeyine desen aktarımı gerçekleşir⁶.

Transfer baskı; desenin önce tekstil dışı bir malzemeye basılıp ardından ayrı bir işlemle tekstil yüzeyine aktarılmasını tanımlamaktadır. Doğrudan baskı yerine böyle iki aşamalı bir işlemin için yapıldığını Leslie Wc Miles şöyle açıklamaktadır;

1. Desen kağıt gibi nispeten ucuz ve hacimli olmayan bir malzeme üzerine basılıp bekletilebilir ve satışa yönelik hızlı bir çözüm olarak, daha pahalı olan bir tekstil ürününe basılabilir.
2. Kısa ömürlü tekrar siparişlerin üretimi doğrudan basıma kıyasla transfer işlemleri ile çok daha kolay olmaktadır.
3. Nispeten daha düşük işçilik ve ustalıklı ve minimal desen iptali ile kumaşa uygulanabilir.

4. Basılı kumaşlar yerine kağıt üzerinde tutulan desenlerin stok hacmi ve depolama maliyeti daha düşük olur.

5. Değişik desen ve efektleri basılması mümkün olabilir.

6. Birçok karmaşık desen tekstillere kıyasla kağıt üzerinde daha kolay ve doğru bir şekilde oluşturulabilir.

7. Birçok transfer baskı işlemi yıkama gereksinimi olmadan daha ucuz ve basit işlemlerde gerçekleştirilmektedir.

Transfer baskı sadece tekstil yüzeyi ile kalmayıp günümüzde deri, seramik, ahşap gibi yüzeylere de uygulanabilmektedir⁶.

Transfer baskı işlemi gerçekleşme mekanizmasına göre bugün için dört grupta ele alınabilir:

1) Sublimation (Buharlaştırma) Transferi:

Buharlaştırmaya uygun olan boya ile transfer kağıdı basılır ve basılacak yüzey ile temasta iken ısıtılan kağıtta buharlaşan boya absorbe olarak kumaşa geçer. Bu yaygın bir uygulamadır ve genelde transfer baskı denildiğinde ilk akla gelen yöntemdir.

2)Eritme ile yapılan transfer işlemleri:

Avrupa'da 19.yy dan beri bilinen ve süsleme desenlerinin kumaşa aktarılmasında kullanılan bir yöntemdir. Desen mumlu bir mürekkep ile önce kağıda basılır ve ters çevrilerek ardından kızgın demir ile basınç uygulanarak mürekkepli mumun kumaş üzerinde erimesi sağlanırdı. Bu yöntem 1940'lı yıllarda İtalya'da "star baskı" olarak bilinen ilk başarılı ticari transfer baskının temellerini oluşturmaktadır ve bu baskıda "sıcak ayırma" diye adlandırılan transfer kağıtları kullanılmaktadır.

3)Film çıkarma ile yapılan transfer baskı:

İsminden anlaşılacağı gibi desenin bir film tabakasıyla beraber kumaşa aktarıldığı bir transfer baskı çeşididir. Bu yöntem eritme transfer baskıya benzese de desen, bir mürekkep tabaka içinde tutulmaktadır. Film ve kağıt arasındaki fiziksel tutunma güçleri film ve kumaş arasındakinden daha zayıf olduğu için desen oluşan film tabakası kumaşa geçirilmiş olur.

4) Yaş Transfer

Bu yöntemde su bazlı boyalar kağıt baskıda kullanılan bir mürekkep içinde emdirilir. Burada kumaşa desen geçişi difüzyon yoluyla gerçekleşmektedir.

Bu baskının tarihi İngiliz Celanese Ltd. şirketinin dispers boya maddeleri üzerine yoğun denemeler yaptığı 1930 yıllarına kadar inmektedir. Kartaschoff tarafından selüloz asetatın, boya tozları ile temas halindeyken ısıtıldığında renklendiğini keşfetmesinden sonra bu konudaki araştırmalar yoğunluk kazanmıştır. Araştırmacılar süblime olan boyaların sulu dispersyonlarını kağıtlara emdirip kurutmuşlar ve bunları selüloz asetat kumaş üzerinde ısıtılarak, kumaşı boyamışlardır. Bugün bu ilkedan yola çıkarak transfer baskı kağıdına basılan uçucu boya ile süblimasyon transferini gerçekleştirmek mümkündür.

1930'lu yıllarda süblimasyon transfer baskı işlemi için piyasada sadece selüloz asetatlar vardı ve bunlar gerekli işlem sıcaklığında yeterince stabil kalmamaktaydı ve aynı zamanda boyaların da yetersizliği gelişmeyi engellemekteydi. 1950 yıllarında polyeater kumaşların piyasaya girmesi durumu değiştirmiş ve değişik baskı teknikleri için birçok olanak sağlanmıştır. Böylece çalışmalar hızlanmış patentler alınmış ve Sublistatik SA adlı yeni bir şirket kurularak, transfer baskı kağıtları için mürekkep hazırlama özellikleri kategorize edilmiştir. Bugün transfer baskının durumuna baktığımızda eskiye oranla sadece tekstil değil; deri, seramik, metal ve ahşap yüzeyler içinde uygun kağıt ve mürekkepler kullanılarak birçok yüzeye uygulamada talep gördüğünü söylemek mümkündür³.

Özellikle deri sektöründe üretim kolaylığı ve cilt kusurlarını oluşacak film tabakası ile kapatması sebebi ile tercih edilmektedir. Ancak, Bu yöntemde transfer kağıdı üreticisi bir elin parmaklarını geçmeyen Avrupalı üreticiler tarafından üretilmekte ve bu sebeple sezon ürünleri haricinde desen ve renk kombinasyonuna ulaşım bulunmamaktadır. Hayvandan hayvana değişen deri genişliği sebebi ile üretim sürecinde kayıplar yaşanmaktadır.

Desen baskı yöntemleri olarak serigraf (ipek baskı), kağıt transfer filmi (ısı transfer), süblime baskı ve lazer baskı yöntemleri tekstil sektöründe aktif bir şekilde kullanılmakta iken; deri sektöründe daha çok kağıt transfer filmi ve lazer baskı ve az da olsa serigraf baskı kullanılmaktadır.

Lazer baskıda, mürekkebin noktasal olarak desendeği yeri ve rengine göre deri yüzeyine bırakılarak belli bir ışık ile malzeme yüzeyine bağlanması şeklindedir.

Deri sektöründe kullanılan baskı yöntemlerine genel olarak bakıldığında serigraf baskı az da olsa sektörde

yer bulmakta ancak zahmetli oluşu ve sabit olmayan deri alan ve şekli sebebi ile daha çok nihai ürünlerde kullanılmaktadır. Kâğıt baskı özellikle deri finisaj fabrikalarında çokça kullanılmakta ve bu şekilde deri yüzeyinde cilt oluşturularak deri cildinde bulunan kusurlar örtülebilmektedir.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmada, süblime baskı yapmak için giysilik olarak işlenmiş 0.8 mm kalınlığında, aynı tabaklama işlemi görmüş 3 adet keçi derisi (wet-blue) kullanılmıştır. Deriler kanat halinde ikiye bölünerek silikon, poliüretan, polüretan-akrilik, akrilik ve bir adet de uygulama yapılmamış deri olmak üzere 5 farklı deri finisaj yüzey kimyasalı uygulanmıştır.

Yöntem

Süblime baskının uygulanacağı wet-blue deriler kanat halinde bölündükten sonra deri finisajında kullanılan ve daha çok deri cildinde finisaj polimer katmanının film oluşturmasını sağlayan farklı binderler araştırmada denenmiştir. Bu amaçla uygulanan kimyasallar ve bu kimyasalların uygulama oranları Tablo 1'de verilmiştir. Uygulamada kimyasal seyreltme oranları bilinen finisaj uygulamalarına dikkat edilerek belirlenmiştir. İşlem; İklil Deri A.Ş. bünyesinde bulunan deri el pistolesi ile deri cilt yüzeyine 2 kat olarak uygulanmış ve film oluşması için 60 °C'lık fırında 10 dakika bekletilmiştir. Süblime baskı Etiksan A.Ş. firma altyapısında bulunan makineler kullanılarak; polyeater ham kumaşa uygulama yöntemi ile bire bir olarak 180 OC, 10 bar ve 55 sn olarak derilere uygulanmıştır. Uygulama sonrası derilere *TS EN ISO 11640*⁷ a göre sürtme; *TS EN ISO 11641*⁸ e göre ter haslığı testleri uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar çalışma malzemesi olan giysilik derilere uygulanan *TS EN ISO 230*⁹ *Giysilik Deriler* test standardı minimum gerekliliklerini karşılama durumları açısından incelenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Süblime baskı yönteminin deride uygulanmasının kontrolü için gerçekleştirilen çalışma ile birlikte uygulamanın ticari boyutu da düşünülerek wet-blue derilere uygulama gerçekleştirilmiştir. Amaç derinin ekstra bir boyama işlemi gerekmeden, nihai kullanıma uygun hale getirilmesidir. Bu sebeple deriler wet-blue derilerin kendine has açık turkuaz rengi ile uygulamaya alınmıştır. Aynı zamanda süblime baskı için genelde tercih edilen açık zemin

rengi sağlanmış. Süblime işlemi sonrası baskılar için elde edilen renge bakıldığında ise daha çok pastel tonlarda renkler elde edildiği ve renklerin pastel tona kaydığı görülmüştür.

Çalışmada renk tonu aktarımı veya derecesinden ziyade uygulamanın deri cildi üzerine bağlanması incelenmiştir. Bu amaçla ter haslığı ve sürtme haslığı testleri uygulanmıştır.

Elde edilen ter haslığı test sonuçları Tablo 2’de paylaşılmıştır. Ter haslığı değeri için TS 230 test standardında giysilik derilerden en az 3 değere sahip olması beklendiği sonucuna ulaşılmıştır. Her ne kadar deriden elde edilen sonuçlar bu değer üstünde bir sonuç sağlasa da; silikon uygulanmış derinin en yüksek sonucu verdiği, sonrasında poliüretan uygulamaları ile kompond binder uygulaması ve en düşük değeri akrilik bazlı uygulamanın aldığı görülmüştür. Deri cildine uygulanan kimyasalların ter haslığı testi için akrilik uygulamada herhangi bir değişiklik yaratmamasına rağmen diğer uygulamalarda haslık değerini artırdığı sonucu elde edilmiştir.

Sürtme haslığı test sonuçları Tablo 3’de paylaşılmıştır. Sürtme haslığı test sonuçları için TS 230 test standardı en düşük değeri olan 3 değeri uygulama için minimum gereklilik olarak alınmıştır. Elde edilen sonuçlara bakıldığında; silikon bazlı uygulamanın en iyi sonucu verdiği, sonrasında, akrilik binder, poliüretan binderler ve en düşük uygulama olarak kompond binder olduğu görülmüştür. Sürtme haslığı değerlerine göre silikon uygulamasının en iyi sonucu verdiği; ancak diğer uygulamaların hiç bir işlem uygulanmamış deriye göre daha düşük değerler verdiği görülmüştür.

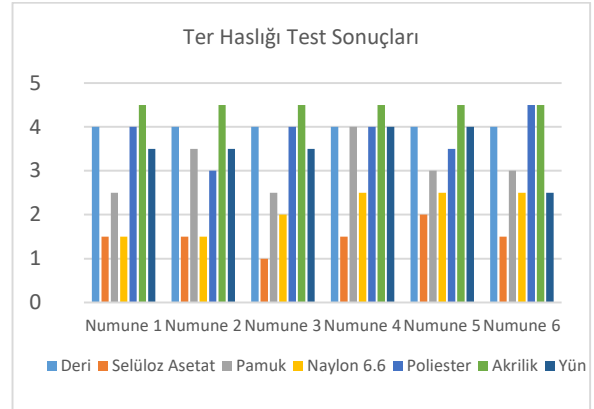
Deri cildine süblime baskı uygulamasının silikon bazlı hazırlık aşaması ile en iyi sonucu verdiği bunun sebebinin ise termoplastik yapıdaki hidrofob silikonun süblime baskı apolar dispers boya ile pozitif etkileşimde olduğu düşünülmektedir. Ayrıca diğer poliüretan, akrilik ve karışım olan kompond binder gibi uygulamaların her ne kadar yapışkanlık özelliği ihtiva etmesine rağmen süblime baskı deseninde daha düşük değerler verdiği görülmüştür.

Şekiller ve Tablolar

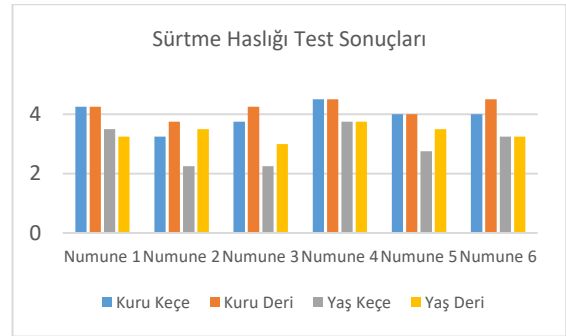
Tablo 1. Deri Filminde Uygulanan Kimyasallar Ve Oranları

Numune No	Yüzey Uygulaması	Oran
Numune 1	Uygulama Yapılmamış	-
Numune 2	Silikon	1:5
Numune 3	Poliüretan (top)	1:3
Numune 4	Poliüretan (midlayer)	1:4
Numune 5	Pu-Akrilik Compund	1:1
Numune 6	Akrilik	1:2

Tablo 2. Ter Haslığı Test Sonuçları



Tablo 3. Sürtme Haslığı Test Sonuçları



- EROL, Şengül (0000-0002-8254-9069)
- PAMUK, Beyhan (0000-0002-1725-3851)
- SÜNERLİ TOPAN, Esra (0000-0002-6620-3105)
- YALÇIN, Fatih (0000-0001-8182-9483)

GENEL SONUÇLAR

Deri cilde süblime baskı yönteminin uygulanması çalışmasında; silikon, poliüretan, akrilik ve poliüretan-akrilik bazlı deri finisaj kimyasalları ile cildin hazırlanmasında süblime baskının uygulanabilir olduğu görülmüştür. Silikon bazlı “Numune 2” denemesinin en iyi sonucu verdiği görülmüştür. Ancak, elde edilen ter ve sürtme haslıkları her ne kadar minimum değerleri sağlasa da

nihai kullanımda daha yüksek değerler gerektiği ve çalışmanın geliştirilmesi gerektiği öngörülmektedir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Çalışmanın sonraki aşamalarında baskının deri yüzeyine uygulanabilirliğinin geliştirilmesi ve renk tonu kontrol çalışmaları gerçekleştirilmesi süblime baskının deri vb. malzemeler üzerindeki uygulanabilirliğini anlamaya yardımcı olacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma Uşak Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 2019/DTS004 proje numarası ile “İnovatif Deri Ürünleri Tasarımı ve Prototip Geliştirme” tasarım projesi olarak desteklenmektedir. Deri yüzey optimizasyonu için İklil Deri (Uşak) ve süblime baskı uygulaması için Etiksan A.Ş. (Ankara) destek alınmıştır.

KAYNAKLAR

1. Açıkel M. ve Çelik C. 2016. “Deri Finisajında Baskı-Boyama Teknikleri ve Dijital Baskının Deri Üretiminde Önemi”, 5. Uluslararası Matbaa Teknolojileri Sempozyumu, 04-05 Kasım 2016, 201-214.
2. Chengyong G. et.al. 2021. “Clean production of polyester fabric inkjet printing process without fabric pretreatment and soaping”, Journal of Cleaner Production, 282, 124315, p.1.
3. Yıldırım, L. 2003. “Günümüzde Yeni Tekstil Baskı Teknikleri Üzerine Bir Araştırma ve Alternatif Tasarımlar”, Yüksek Lisans Tezi, Dokuz Eylül Üniversitesi, İzmir.
4. Akbostancı, İ. 2014. “20. ve 21. Yüzyıllarda Tekstil Baskı Tasarımı ve Üretiminin Değişen Tanımı, Sanat”, Tasarım Dergisi, 5, 31-41.
5. “Tekstil Üzerine Süblimasyon Baskılarda Transfer Baskı mı Dispers Baskı mı?” Signgraphic, <https://www.signgraphic.com.tr/-1-253815-tekstil-uzerine-sublimasyon-baskilarda-transfer-baski-mi-dispers-baski-mi.html>, Son Erişim Tarihi: 30.01.2021.
6. Ian D. Rattee, 2003. Textile printing 2nd Edition, Published by the Society of Dyers and Colourists, Chapter 3, “Transfer printing”, 58-97.
7. TS EN ISO 11640, 2018. “Deri- Renk haslığı deneyleri- İleri geri sürtme çevrimlerine karşı renk haslığının tayini”, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
8. TS EN ISO 11641, 2012. “Deri - Renk haslığı deneyleri - Terlemeye karşı renk haslığı” Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.
9. TS EN ISO 230, 2013. “Giysilik Deriler” Türk Standartları Enstitüsü, Ankara.

Farklı Yaşlandırma Şartlarının PLA/PET Kumaşların Delinme Performansına Etkisi

KILINÇ, Kerim^{1,3}, PİŞKİN, Keziban Kotanak², TÜFEKÇİ, Hakan¹, OKAR, Halil İbrahim²

¹Polyteks ARGE Merkezi, Bursa, Türkiye

²Tofaş Türk Otomobil Fabrikası A.Ş., Bursa, Türkiye

³Polimer Malzemeler ABD, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa Uludağ Üniversitesi, Bursa, Türkiye
kkilinc@tasdelengroup.com

ÖZET

Bu çalışma; polilaktik asit (PLA) ve polietilen tereftalat (PET) lifleri ile dokunmuş kumaşların delinme performansının otomotiv koltuk kumaşı açısından değerlendirilmesine odaklanmıştır. 2015 yılında kabul edilen Paris Anlaşması çerçevesinde sera gazı emisyonlarının 2020 yılından itibaren düşürülmesi hedeflenmektedir. Bu kapsamda hükümetler tarafından yasalaştırılmaya başlanan zorunluluklar ve yaptırımlar söz konusu olacaktır. Yenilenebilir kaynaklardan elde edilen ve biyobozunur bir polimer olan PLA, mekanik ve termal özellikleri açısından petrol bazlı PET'e benzer seviyelerde olması nedeniyle plastik atık sorununun, artan sera gazı emisyonunun ve çevresel problemlerin azaltılmasına önemli bir katkı sağlayacağı düşünülmektedir. Bu çalışmada, PLA ve PET polimerlerinden elde edilen high intermingled karakteristiğine sahip tekstüre ipliklerden belirli konstrüksiyonlarda %100 PET ve %100 atkı PLA / %100 çözgü PET dokuma kumaşları elde edilmiştir. Bu kumaşlar belirli şart ve koşullarda yaşlandırma işlemine tabi tutulduktan sonra delinme performansı karşılaştırmalı bir şekilde otomotiv koltuk kumaş standartları gözetilerek incelenmiştir. Bu kapsamda, otomotiv koltuk kumaşı spesifikasyonlarına uygun olacak şekilde her 6 farklı numune için 3 tekrarlı delinme testi uygulanmıştır. PLA ipliği içeren kumaşların delinme mukavemetleri %100 PET kumaşa göre daha düşük değerlerde olmasına rağmen otomotiv koltuk kumaşı kullanım için yeterli seviyededir. Ayrıca farklı yaşlandırma koşullarında PLA/PET kumaşın delinme mukavemet değeri stabil kaldığı gözlemlenmiştir. Mevcut değerler otomotiv gereksinimlerini sağlamakla birlikte, kullanım yerindeki bütünsel gereklilikler dikkate alınarak özel uygulamaları değerlendirilebilir.

- KILINÇ, Kerim (ORCID No: 0000-0001-7409-0115)
- PİŞKİN, Keziban Kotanak (ORCID No: 0000-0 002-0095-5611)
- TÜFEKÇİ, Hakan (ORCID No: 0000-0001-5134-5074)
- OKAR, Halil İbrahim (ORCID No: 0000-0002-8900-319X)

A Sustainable Approach to The Thermophysiological Analysis of Baby Diapers via Non-Destructive Testing

SİVRİ, Çağlar¹

¹Bahcesehir University / Engineering and Natural Sciences Faculty / Besiktas/Istanbul/Turkey

caglar.sivri@eng.bau.edu.tr

SUMMARY

This paper provides an applied and objective analysis into heat transfer and mass transfer parameters such as relative water vapour permeability, thermal conductivity and thermal absorptivity as well as liquid accumulation of baby diapers which have critical importance on skin health using non-destructive Alambeta and Permetest instruments. SEM investigation was also carried out for characterization of breathable film layer of the diaper assembly. According to the water vapour transmission assessment, it was found that a few hours later, the composite diaper assembly becomes almost zero vapour permeable which results in discomfort and a poor breathability in baby diaper. It was also found that the liquid accumulation in diaper has increased in the course of time. The thickness of the diapers had an important effect on thermal parameters however production type of nonwoven top sheet and back sheet layers had a dramatic effect on these parameters.

PURPOSE

The goal of this paper is to use non-destructive Alambeta and Permetest instruments to provide an applied and objective analysis into heat transfer and mass transfer parameters such as relative water vapour permeability, thermal conductivity, and thermal absorptivity, as well as liquid accumulation of baby diapers, which are all important for skin health.

INTRODUCTION

Baby diapers are extensively used for baby care in our day as an indispensable part of daily life. They are one of the most commonly consumed disposable products among adult incontinence pads, sanitary napkins, wet wipes and etc. Baby diapers are especially important in areas such as baby comfort and maintaining dermal skin health. Researchers into this area are mainly focused on issues such as advances in diaper technology, dermal skin health, materials and design, safety and user satisfaction and finally comfort properties¹.

The most comprehensive research for baby diapers was carried out into the comfort evaluation area. Thermal comfort studies revealed that moisture transfer varied with different diaper types; the breathable film type has the biggest effect on water vapour permeability while top sheet of the diaper was

the most important material in determining diaper thermal comfort properties; lastly wetting has increased thermal conductivity and provided a cool feeling²⁻⁴. Satsumoto and Havenith investigated the local ventilation in baby diapers and found that the ventilation affected by air permeability, construction and design features of the diapers⁵. Non-destructive testing methods were also developed by researchers that could also be used for comfort evaluation of diapers⁶⁻⁸.

In this study, in addition to water vapour permeability and thermal transfer parameter measurements, the liquid accumulation rate inside the baby diapers was measured with non-destructive testing as a novel part of the study which is not available within present literature. A new methodology applied in order to assess the liquid accumulation rate instead of liquid absorption measurement.

EXPERIMENTAL

Material

Each 5 different baby diapers encoded with 'A', 'B', 'C', 'D', 'E' letters belonging the same company were obtained from a company working in hygiene area and tested for the experimental part. The technical details of diapers were presented in Table 1.

Table 1. Technical details of baby diapers

Diaper Code	Total thickness (mm)	Total weight (g)	Layer number
A	7,513	29,9	6
B	8,63	30,050	6
C	9,596	34,1	6
D	5,923	15,1	6
E	10,12	42	6

According to the information provided by the diaper producer, breathable film (breathable layer) was made of polyethylene polymer. Top sheets and back sheets were polypropylene based nonwovens (See Table 2 for the production method details). The diapers are also including a superabsorbent nonwoven layer and 2 pieces of thin nonwoven supporting layer.

Table 2. Nonwoven Production Methods for Top Sheets and Back Sheets

Diaper Code	Top sheet	Back sheet	Production Method
A	Thermobond	Thermobond	
B	Spunbond	Spunbond	
C	Thermobond	Thermobond	
D	Spunbond	Spunbond	
E	Airbonded	Airbonded	

Method

Relative water vapour permeability test using Permetest Instrument

Water vapour permeability, in other words 'breathability' was analyzed using Permetest Instrument according to the modified ISO 11092 standard, an instrument measuring in a non-destructive manner. The amount of heat evaporated in liquid water and away from the active porous surface is measured by a special integrated system. This ensures that the entire system is successfully measured in a short time and the full signal can be received within a few minutes.

Liquid accumulation test

Liquid accumulation within diapers was assessed using Permetest instrument and a PVC foil. More on this, the diapers were first placed onto measuring head of the Permetest instrument just as a usual water vapour permeability measurement, then the upper side of the diapers were covered with a PVC foil to ensure there is no vapour permeability and accumulation could be enabled for a limited time. The accumulation calculated by subtracting accumulated diaper weight from dry diaper weight.

Heat transfer and thermal parameters test using Alambeta Instrument

Thermal conductivity, thermal resistance and thermal absorptivity values of diapers were tested using Alambeta instrument which is also a non-destructive testing apparatus. As soon as measurement starts, the measuring head containing the sensing block falls and refers to the measuring sample on the tool base under the measuring head. At this time, the surface temperature of the sample abruptly changes, and the instrument then records the heat power course and solves the transient temperature area on the thin plate exposed to different boundary conditions.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Liquid accumulation results

Liquid accumulation measurements for diaper samples were carried out as 10 total measurement for each

diaper beginning from 0th minute (dry state) to 18th minute (gradually liquid gained) and updated/increased weight of each diaper was recorded at every 2 minutes.

Liquid accumulation results were shown in Figure 1. According to variance analysis (two-way ANOVA) results, a statistically meaningful difference ($p < 0.05$) was found between diaper samples and this shows passing time had a significant effect on liquid accumulation and diapers had different liquid accumulation rates from each other. When standard deviations were compared for each diaper, the most stable diaper was found as diaper 'D', while diaper 'C' had the highest standard deviation.

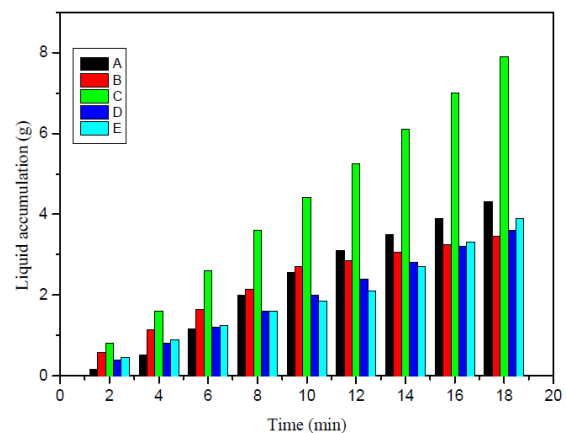


Figure 1. Liquid accumulation results of 5 baby diapers (A-E)

Heat transfer and thermal parameters test results

Thermal parameters such as thermal conductivity λ [$\text{mW}/(\text{m}\cdot\text{K})$], thermal resistance R [$\text{m}^2\text{K}/\text{W}$] and thermal absorptivity of diapers were measured using Alambeta instrument in a non-destructive manner (Figure 2). It also measures thickness (h) value which is very relevant to the thermal parameters. Thermal conductivity for textile fabrics represents the function of conducting heat from surface of the fabric to another surface. Thermal resistance, unlike conductivity, is a parameter that minimizes the heat exchange of a textile fabric and provides insulation function. Thermal absorptivity b [$\text{Ws}^{1/2}/(\text{m}^2\text{K})$] is a new parameter as regards the characterisation of warm-cool feeling of textile fabrics; when it is high, fabrics reveal cool feeling, while it is low, fabrics reveal warm feeling.

The relationships between thermal parameters are statistically determined using the distance function of the correlation method. Here, the distance of the variables to each other decreases the rate of affecting each other, and vice versa, this ratio increases. This method produces a proximity matrix of values. According to this analysis, thermal conductivity was

affected by the thickness at most with a proximity value of $-0,951$ followed by thermal resistance with a proximity value of $-0,925$ and thermal absorptivity with a proximity value of $0,787$. It means that thermal conductivity remarkably decreases by increasing thickness and thermal resistance respectively. On the other hand, the thermal conductivity increases with increasing thermal absorptivity as they have a positive relation. Another parameter, thermal absorptivity, was affected by the thickness at most with a proximity value of $-0,897$ followed by thermal conductivity with a proximity value of $0,787$, and thermal resistance with a proximity value of $-0,640$. It means that thermal absorptivity remarkably decreases by increasing thickness and thermal resistance respectively; however, it increases with increasing thermal conductivity positively. Lastly, thermal resistance was affected by the thermal conductivity at most with a proximity value of $-0,925$ followed by thickness with a proximity value of $0,889$ and thermal absorptivity with a proximity value of $-0,640$. It means that thermal resistance remarkably decreases by increasing thermal conductivity and thermal absorptivity respectively; however, it increases considerably with increasing thickness value as they have a positive relation. These statistical evaluations have supported the findings of heat transfer and thermal parameters test results and their interpretations presented here.

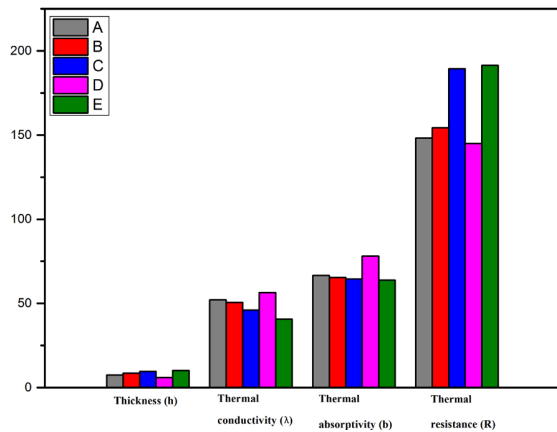


Figure 2. Heat transfer and other thermal parameters test results

Relative water vapour permeability results

Diaper 'B' were chosen for relative water vapour permeability test as a reference diaper due to its moderate behaviour performed in liquid accumulation and thermal parameters tests in order to determine breathing character of the diaper assembly. Relative water vapour permeability tests were carried out for 3 hours by recording permeability values every 2 minutes and 90 measurements were performed in total.

Figure 3. has shown that the moisture accumulation in the tested diaper that after some time, when the condensed water vapour fulfills the volume of the diaper, the moisture flow stops and the pores are blocked.

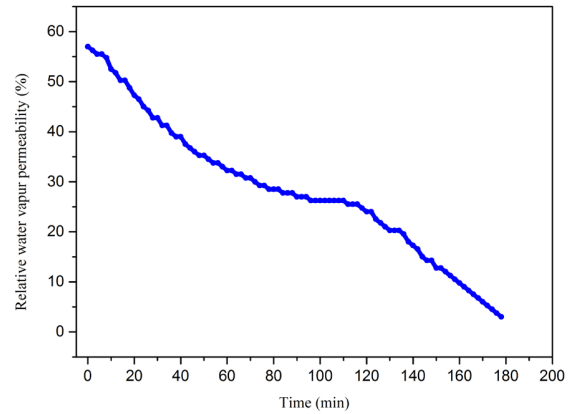


Figure 3. Relative water vapour permeability result of diaper 'B'

CONCLUSIONS

It was found that the thickness and mass of the diaper assembly was an important factor in determining the liquid accumulation rates of diaper assemblies as liquid accumulation proportionally increased with increasing mass of the particular diaper in general, however, types of the top sheet and back sheet layers had also a remarkable effect such that the diaper having the highest thickness and mass performed a moderate increase in liquid accumulation due to air bonded top sheet and back sheet layers providing an open and more comfortable structure.

The thickness had a dramatic effect on thermal conductivity and thermal resistance of all diapers investigated; the diaper 'E', which is the thickest diaper investigated, had the lowest thermal conductivity while having the highest thermal resistance value revealing warm feeling. Contrarily, the diaper 'D', which is the thinnest diaper investigated showed the highest thermal conductivity while having the lowest thermal resistance value revealing a cool feeling due to its highest thermal absorptivity value.

Time-dependent relative water vapour permeability assessment revealed that after some time, when the condensed water vapour fulfills the volume of the diaper, the moisture flow stops. As accumulated liquid blocks the pores, the diaper becomes almost zero water vapour permeable.

To sum up, the results and statistical analysis have shown that the thermophysiological analysis of the baby diapers can be successfully analyzed using non-

destructive instruments. The whole process is sustainable as it enables repeated number of tests on samples without any deformation.

J. Phys.: Conf. Ser. 1065 122026. Doi:10.1088/1742-6596/1065/12/122026.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

The heat transfer, mass transfer and accumulation assessment findings of this study provide a promising understanding into overall baby diaper comfort that could be beneficial for diaper developers, baby caring people and healthcare professionals. In future studies, a systematic analysis can be carried out to investigate the relationships between the super absorbent type, content, and moisture management properties in vapour and liquid form within a limited time. Novel nonwoven fabrics can also be investigated for the improvement of the thermophysiological performance of top sheet and back sheet layers of the diaper.

ACKNOWLEDGEMENTS / SOURCES OF FUNDING

Author would like to thank to Prof. Dr. Lubos HES from Technical University of Liberec, CZECHIA, for providing testing facilities including Alambeta and Permetest Instruments.

REFERENCES

1. Sivri, Ç. (2021). "Experimental Comfort Evaluation of Baby Diapers In Terms of Liquid Accumulation, Moisture Management and Heat Transfer via Non Destructive Testing". *Textile and Apparel*, 31(2), 122-128. DOI: 10.32710/tekstilvekonfeksiyon.849002.
2. Meng, F., Ng, S. F. F., Hui, C. L. P., Li, Y., and Hu, J. 2011. "An objective method to characterize moisture management properties of disposable diapers". *Textile Research Journal*, 81(16), 1647-54.
3. Ozen, I., Cincik, E. and Simsek, S. 2016. "Thermal comfort properties of simulated multilayered diaper structures in dry and wet conditions". *Journal of Industrial Textiles*, 46,(1), 256-278.
4. Yokura, H., and Niwa, M. 2000a. "Changes in disposable diaper properties caused by wetting". *Textile Research Journal*, 70 (2), 135-142.
5. Satsumoto, Y. and Havenith, G. 2010. "Evaluation of overall and local ventilation in diapers". *Textile Research Journal*, 80, 17, 1859-71.
6. Dolezal, I., Hes, L. and Bal, K. 2018. "A non-destructive single plate method for measurement of thermal resistance of polymer sheets and fabrics". *International Journal of Occupational Safety and Ergonomics*, 25 (4), 562-567.
7. Hes, L. 2008. "Non-destructive determination of comfort parameters during marketing of functional garments and clothing". *Indian Journal of Fibre & Textile Researc.*, 33, 239-245.
8. Hes, L. and Dolezal I. 2018. "Indirect measurement of moisture absorptivity of functional textile fabrics".

Poliester Filament İplik ve Kumaşların Su İticilik Özelliğinin Geliştirilmesi

GARİP, Beysim¹,YÜKSEL YILMAZ, Ayten Nur¹, ÜNAL, Seda², BEDELOĞLU, Ayşe*¹

¹Bursa Teknik Üniversitesi, Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü

²Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş. Ar-Ge Merkezi, Bursa
ayse.bedeloglu@btu.edu.tr

AMAÇLAR

Su iticilik bitim işlemi, tekstil ürünlerinin ıslanmasını ve su damlalarının geçmesini engelleyen maddelerin kullanılması ile gerçekleştirilen ve en fazla uygulanan bitim işlemlerindedir. Su iticilik geliştirilmesi için uygulanan konvansiyonel yöntemlerde, yaygın olarak florlu bileşikler kullanılmaktadır, ancak bunların insan ve çevre açısından yarattığı tehditler ve genellikle bitim işlemi olarak uygulanması nedeniyle yıkama dayanımlarının az olması, su iticilikte yeni arayışları da beraberinde getirmiştir. Su iticilik etkisinin, lif üretimi sırasında masterbatch katkılanarak verilmesi, daha uzun süreli etki gösteren, homojen dağılmış ve çevreci ürünlerin elde edilmesini sağlayabilir. Bu nedenle bu çalışmada, tekstil sektörünün ihtiyaç duyduğu flor içermeyen hidrofobik katkıları kullanılarak eriyik lif çekim yöntemi ile su itici özelliğine sahip filament ipliklerin ve flor içermeyen su itici bitim işlemi uygulanmış kumaşların üretilmesi amaçlanmıştır.

Polibütülen Süksinat Polimerinden Multifilament İplik Üretimi ve Fiziksel Karakterizasyonu

KILINÇ, Kerim¹, KARACA, Esra²

¹Polyteks ARGE Merkezi, Bursa, Türkiye

²Tekstil Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Bursa Uludağ Üniversitesi, Bursa, Türkiye

kkilinc@tasdelengroup.com

ÖZET

Plastik atık sorunu, sera gazı salınımı ve fosil kaynakların azalması nedeniyle petrol bazlı polimerlerin üretimi, kullanımı ve atık yönetimi ile ilgili konu başlıklarında önemli sorunlar yaşanmaktadır. Tekstil sektörü, paketlenme/ambalaj sektöründen sonra plastik atık sorununa sebep olan ikinci sektördür. Özellikle, tekstil sektöründe üretilen toplam lif üretiminin yaklaşık %75'ini petrol bazlı polimerlerden elde edilen lifler oluşturmaktadır. Sürdürülebilirlik felsefeleri, yenilenebilir ham madde kullanımı, plastiklerin kullanım ömrü sonunda geri dönüşümü veya doğaya zarar vermeden bozunmaları kapsamında yürütülen çalışmalarda biyopolimerler seçeneği ön plana çıkmaktadır. Bu çalışmada; biyobazlı ve biyobozunur polibütülen süksinat (PBS) polimerinin eriyikten çekim yöntemi ile multifilament iplik haline getirilmesi ve farklı sarım hızlarının PBS ipliklerinin tekstil değerlerine etkisinin detaylı olarak incelenmesi amaçlanmıştır. Bu kapsamda, yuvarlak kesite sahip 4 farklı sarım hızında multifilament iplikler üretilmiş ve PBS ipliklerin farklı sarım hızlarındaki dteks, kesit, kopma uzaması ve kopma mukavemeti analizleri yapılmıştır. Elde edilen analiz verileri kendi içerisinde değerlendirilmiş ve standart polyester iplikler ile karşılaştırılması yapılmıştır.

- KILINÇ, Kerim (ORCID No: <https://orcid.org/0000-0001-7409-0115>)
- KARACA, Esra (ORCID No: <https://orcid.org/0000-0003-1777-3977>)

İplik Tüylülüğünün Belirlenmesi için bir Görüntü Analizi Yaklaşımı ve Zweigle Tüylülüğü ile Karşılaştırılması

TELLİ, Abdurrahman*¹

¹Çukurova Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Adana, Türkiye
atelli@cu.edu.tr

ÖZET

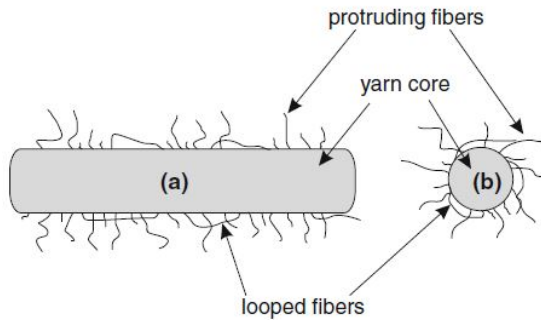
Bu çalışmada iplik tüylülüğünün belirlenmesi için mevcut ticari uygulamalardan farklı olarak bir görüntü işleme yaklaşımı sunulmuştur. Literatürdeki bilgilerden yola çıkılarak, mikroskop altında çekilen farklı özellikteki ipliklerin görüntüleri MATLAB yazılımında incelenmiş ve sonuçlar Zweigle tüylülük değerleri ile kıyaslanmıştır. Sonuçlar, görüntü doku parametrelerinden matris elemanlarının standart sapması ile Zweigle S12, S3 ve S12+S3 değerleri arasında önemli seviyede bağlantı olduğunu göstermiştir.

AMAÇLAR

Bu çalışmada mikroskop altında alınan iplik görüntülerinin kullanılmasıyla iplik tüylülüğünün belirlenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

İplik tüylülüğü kumaş kalitesini etkileyen en önemli parametrelerden birisidir. Özellikle boncuklanma sonuçlarını büyük oranda etkilediği bilinmektedir. İplik tüylülüğü karmaşık bir parametredir. Temel olarak iplik gövdesinden çıkan lif uçları ve ilmek yapıları iplik tüylülüğünü oluşturmaktadır. Şekil 1. a'da iplik eksenine paralel, Şekil 1.b'de iplik eksenine dik konumda iplik özü/gövdesi, iplik gövdesinden çıkan lifler ve gövdede ilmek oluşturan lifler şematize edilmektedir¹.



Şekil 1. İplik gövdesi, gövdeden çıkan lif uçları ve ilmek yapıları¹

İplik tüylülüğü üzerine literatürde çok sayıda çalışma bulunmaktadır. Bu çalışmalarda mevcut kullanılan

tüylülük ölçüm sistemlerinin sınırlamaları ve eksik yönleri de tartışılmıştır². Ancak bu cihazların sunduğu hızlı ölçüm ve iplik tüylülüğü hakkında verdiği genel bilgi sektördeki kullanıcılarının devamını sağlamaktadır.

İplik tüylülüğünün belirlenmesinde, görüntü işleme ve analiz algoritmalarını kullanan yöntemler halen geliştirilme aşamasındadır. İplik görünüm değerlendirmelerinde gerçek büyütülmüş bir görüntü sağladığı için mikroskop incelemeleri kullanılmıştır. Ancak erken dönem çalışmalarında mikroskop altında elde edilen görüntü, kameraların çözünürlükleri düşük olduğu için bilgisayara aktarılırken kalitesini kaybetmekte iken, son yıllarda kameraların çözünürlüğü, kalitesi ve hızında önemli gelişmeler kaydedilmiştir. Yazılım teknolojilerinin de gelişmesi plaka tanıma, yüz tanıma, giyimde vücut ölçüleri ve kalıp yapımı gibi birçok alanda önemli fırsatlar sunmaya başlamıştır³. Bu gelişmelere paralel olarak, iplik tüylülüğünün belirlenmesi için görüntü işlemeye dayalı literatürde çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Kuzański ve Jackowska-Strumiłło (2007), iplik gövdesinden çıkan tüyleri ölçmek için iplik gövdesinin izole edilmesinin önemini göstermiştir. Yazarlar, iplik tüylülüğünün belirlenmesinde kenar algılama algoritmalarını önermişlerdir⁴. Guha vd. (2010), gerçek iplik tüylülüğünün ipliğin mikroskop altında incelenmesiyle belirlenebileceğini belirtmişlerdir. Tüylülük tespitinde kenar belirlemenin önemini vurgulayarak, Canny'nin kenar belirleme algoritmasını önermişlerdir⁵⁻⁶. Roy vd. (2014), ise görüntü elde etmek için kurdukları kameralar içeren sistemde iplik gövdesini tüylerden ayırmak için Sobel filtresini tercih etmişlerdir⁷. Telli (2021) farklı eğirme sistemlerinde üretilmiş aynı numarada %100 pamuk ipliklerinin mikroskop altındaki görüntülerini MATLAB programında incelemiştir. Çalışmada iplik tüylülüğünün altı adımlı bir algoritma ile tespit edilebileceği belirtilmiştir. İplik gövdesinden tüyleri ayırmak için yedi farklı kenar belirleme algoritması karşılaştırılmıştır. İplik tüylülük değeri için görüntülerin yedi farklı dokusal parametresi incelenmiştir. Zweigle tüylülük sonuçları ile karşılaştırıldığında, kenar belirlemede Sobel yönteminin, dokusal parametrelerden ise matris elemanlarının standart sapmasının daha iyi sonuçlar verdiği belirtilmiştir³.

Bu çalışmada, daha önceki çalışmalarda verilen bilgilerden yola çıkılarak, mikroskop altında çekilen farklı özellikteki ipliklerin görüntüleri MATLAB yazılımında incelenmiştir. Elde edilen görüntülerden en uygun algoritmalar kullanılarak sayısal veriler üretilmeye çalışılmıştır. Sonuçlar Zweigle tüylülük değerleri ile karşılaştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmada on üç farklı yapı ve özellikte iplik kullanılmıştır. İplikler farklı numarada %50 Pamuk (CO) %50 Viskon (CV) ham ve boyalı ipliklerin tek katlı, çift katlı veya 78 dtex elastan içeren formlarıdır. Çalışmada kullanılan ipliklere ait bilgiler Tablo 1’de sunulmaktadır.

Tablo 1. Tercih edilen ipliklere ait bilgiler

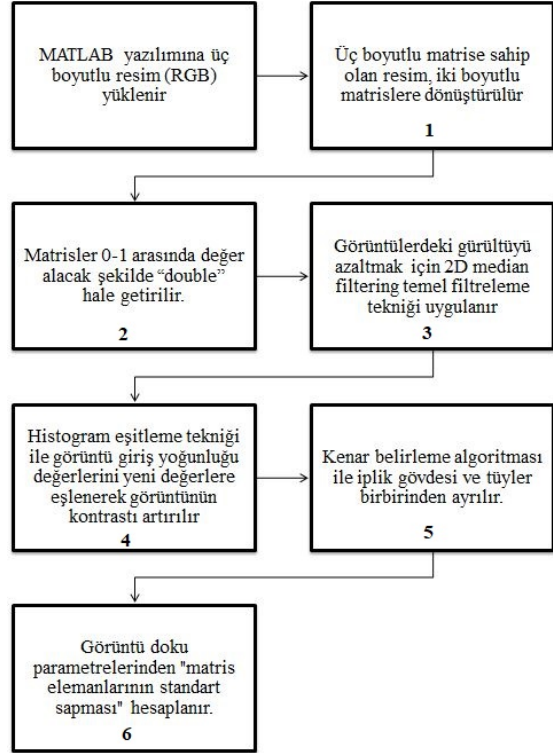
İplik Tipi	İplik Özellikleri
01	Ecrü Ne 36/1 CO/CV
02	Ecrü Ne 40/1 CO/CV
03	Ecrü Ne 28/2 CO/CV/ELS
04	Ecrü Ne 36/2 CO/CV/ELS
05	Ecrü Ne 40/2 CO/CV/ELS
06	Ecrü Ne 50/2 CO/CV
07	Black Ne 28/1 CO/CV
08	Black Ne 40/1 CO/CV
09	Black Ne 28/2 CO/CV/ELS
10	Black Ne 36/2 CO/CV/ELS
11	Black Ne 40/2 CO/CV/ELS
12	Black Ne 50/2 CO/CV/ELS
13	Black Ne 60/2 CO/CV

Yöntem

On üç farklı ipliğin tüylülük özellikleri, Zweigle G 567 cihazı ile 50 m/dak test hızında, her tipten beş numune ve numune başına 100 metre ölçüm olarak gerçekleştirilmiştir. Testlerden S12, S3 ve S12+S3 olarak sonuçlar alınmıştır. S12, iplik gövdesinden çıkan 1mm ve 2mm uzunluğundaki tüy sayısının toplamıdır. S3, iplik gövdesinden çıkan 3mm ve üzeri (3, 4, 6, 8, 10, 12 ve 15 mm) uzunluktaki tüy sayısının toplamıdır. “S12 + S3” ise S12 ve S3 değerlerinin toplamıdır. “S12 + S3” değeri cihaz tarafından verilmemektedir. Toplam tüy sayısını görebilmek için çalışmada değerlendirmeye alınmıştır.

İpliklerin görüntüleri 10x (10 kat) büyütme oranında, ipliğin 20 farklı bölgesinden Novel NSZ 808 marka stereomikroskop kullanılarak RGB formatında alınmıştır. Görüntü işleme çalışmaları için MATLAB R2018a paket programı kullanılmıştır. Kullanılan altı aşamalı algoritma için daha önceki çalışmalarda

önerilen adımlar tercih edilmiştir^{3, 8-9}. Takip edilen görüntü işleme adımları Şekil 2’de sunulmaktadır.



Şekil 2. Takip edilen görüntü işleme adımları

Görüntü analizi sonrası, doku parametrelerinden birisi olan “matris elemanlarının standart sapması” ile Zweigle tüylülük sonuçları arasındaki ilişki istatistiksel olarak incelenmiştir. Elde edilen veriler normal dağılım gösterdiği için Pearson bağıntı (korelasyon) analizi kullanılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 3’de örnek olması açısından çalışmada kullanılan “01” no’lu ipliğe ait “01” no’lu numunenin mikroskop altında 10 kat büyütülmüş RGB formatındaki görüntüsü ve görüntü işleme adımlarında elde edilen görüntüler verilmektedir. Yazılımdaki işlemler için RGB formatı, sırasıyla grayscale ve double haline getirilmektedir. Daha sonra görüntüdeki gürültüyü azaltmak için filtreleme uygulanmaktadır. Bundan sonraki işlemde histogram eşitleme ile görüntü kontrastı artırılmaktadır. Kenar belirleme sonrası ise iplik gövdesinden çıkan tüy ve ilmek yapıları ortaya çıkmaktadır. Şekil 3’de görüntüdeki değişimler net olarak görülebilmektedir.



Şekil 3. Görüntü işleme adımlarında elde edilen görüntüler

Kenar belirleme sonrasında görüntülerdeki "matris elemanlarının standart sapması (std2)" sonuçlarının her bir iplik tipi için ortalama değerleri Tablo 2'de sunulmaktadır.

Tablo 2. Tercih edilen ipliklere ait bilgiler

İplik Tipi	Matris elemanlarının standart sapması (std2)	S12	S3	S12 + S3
01	0,1003	10325	402	10727
02	0,1085	27227	5253	32480
03	0,1213	34822	4622	39444
04	0,1189	31676	3020	34696
05	0,1081	20681	1230	21911
06	0,1092	19511	2205	21716
07	0,1055	27230	2415	29646
08	0,1147	27866	2425	30291
09	0,1042	18191	377	18569
10	0,1164	36814	3004	39818
11	0,1001	20560	1028	21588
12	0,0930	13601	566	14168
13	0,1027	19923	2294	22217

Ayrıca Tablo 2'de her bir iplik tipi için Zweigle G567 tüylülük cihazından elde edilen "S12", "S3" ve "S12+S3" sonuçlarının ortalama değerleri verilmektedir.

Tablo 2 incelendiğinde en yüksek üç "std2" değerinin sırasıyla "03", "04" ve "10" nolu ipliklerde olduğu görülmektedir. S12 ve "S12+S3" tüylülük değerlerinde sırası "10", "03" ve "04" şeklinde değişmekle birlikte en yüksek değerler aynı üç iplikte görülmektedir. S3 tüylülüğünde ise en yüksek değer "02" nolu iplikte görülmüştür. Bu ipliği "S12+S3" tüylülüğüne benzer şekilde "03" ve "04" nolu iplikler izlemiştir.

En düşük değerlere bakıldığında ise, dört sonuç arasında en düşük değerdeki üç iplik arasındaki ortak noktanın "01" ve "12" nolu iplikler olduğu görülmektedir. En düşük "std2" değerinin sırasıyla "12", "11" ve "01", en düşük S3 değerinin ise sırasıyla "09", "01" ve "12" olduğu Tablo 2'de gösterilmektedir. S12 ve "S12+S3" tüylülük değerlerinde en düşük değerler aynı ipliklerde fakat farklı sırayla "01", "12" ve "09" şeklinde görülmektedir. En yüksek ve en düşük üç değere bakıldığında, "S12" ve "S12+S3" tüylülüklerinde aynı sonuçlar elde edilmiştir. S3 değerinin belirleyici olmadığı görülmektedir.

Genel değerlendirme için, "Std2", "S12", "S3" ve "S12+S3" değerleri arasındaki korelasyon analizi sonuçları Tablo 3'de sunulmaktadır. Tabloda önemlilik seviyesi (significant (2-tailed)) "Sig.", bağıntı katsayısı ise "r" olarak kısaltılmıştır.

Tablo 3. Korelasyon analizi sonuçları

Pearson Correlation	S12	S3	S12 + S3	
std2	r	0,867**	0,692**	0,865**
	Sig.	0,000	0,009	0,000
	N	13	13	13
S12	r	1	0,773**	0,994**
	Sig.		0,002	0,000
	N		13	13
S3	r		1	0,835**
	Sig.			0,000
	N			13

**Korelasyon %99 güven aralığında önemli seviyede

Tüm değerler arasında korelasyon seviyesi önemli düzeyde bulunmuştur. Matris elemanlarının standart sapması (std2) ile "S12" ($r=0,867$) ve "S12+S3" ($r=0,865$) arasında pozitif yönde çok güçlü korelasyon tespit edilmiştir. "S3" tüylülüğü ile

arasında ise güçlü seviyede korelasyon bulunmuştur ($r=0,692$). %100 pamuk iplikleri ile yapılan literatürdeki çalışmalardan farklı olarak “S12” ve “S12+S3” için daha güçlü seviyede bir korelasyon tespit edilirken³, “S3” tüylülüğünde daha düşük seviyede bir bağıntı elde edilmiştir.

S3 ile S12 ve S12+S3 arasındaki korelasyon da pozitif yönde çok güçlü olarak bulunmuştur ($r=0,773$, $r=0,835$). S12 ile S12+S3 arasındaki korelasyon ise daha yüksek düzeydedir ($r=0,994$). S12+S3 değerinde S12'nin ana belirleyici, S3 değerinin ise belirleyici olmaktan daha uzak olduğu söylenebilir.

GENEL SONUÇLAR

Çalışma sonuçlarına göre daha önceki çalışmalarda %100 pamuk ipliği için önerilen görüntü analiz algoritmasının farklı numaralarda, içerikte, katlarda ve renklerde iplikler içinde büyük oranda benzer sonuçlar verdiği görülmektedir. Görüntü doku parametrelerinden matris elemanlarının standart sapması ile Zweigle tüylülük değerleri arasında güçlü seviyede korelasyon bulunmaktadır. Zweigle sistemine benzer şekilde iplik gövdesinden ayrılan tüylerin sınıflandırılması ile S12 ve S3 değerlerinde daha yüksek korelasyon seviyelerinin elde edilebileceği görülmektedir. Bu durumda kenar belirlemeden sonra tüylerin sınıflandırılabilmesi için farklı bir tekniğin daha devreye alınması gerekecektir. S12 ve S12+S3 de daha yüksek korelasyon seviyeleri elde edildiği için, çalışmada kullanılan tekniğin bu haliyle ipliğin gövdesinden çıkan tüm lifleri hesaplamaya dâhil eden Uster H'da daha yüksek korelasyon seviyesi göstereceği düşünülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sonraki dönem çalışmalarında Zweigle G567'nin üst versiyonu olan Uster Zweigle HL 400 cihazı sonuçları ile karşılaştırmalar yapılabilir. Ayrıca Uster Düzgünlük test cihazından elde edilen H ve sh tüylülük değerleri kullanılarak incelemeler yapılması faydalı olacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Fabijańska, A., & Jackowska-Strumiłło, L. (2012). Image processing and analysis algorithms for yarn hairiness determination. *Machine Vision and Applications*, 23(3), 527-540.
- [2] Haleem, N., & Wang, X. (2015). Recent research and developments on yarn hairiness. *Textile Research Journal*, 85(2), 211-224.
- [3] Telli, A. (2021). The Comparison of the Edge Detection Methods in the Determination of Yarn Hairiness through Image Processing. *Textile and Apparel*, 31(2), 91-98.

[4] Kuzanski, M., & Jackowska-Strumillo, L. (2007, May). Yarn hairiness determination the algorithms of computer measurement methods. In *2007 International Conference on Perspective Technologies and Methods in MEMS Design* (pp. 155-158). IEEE.

[5] Canny, J. (1986). A computational approach to edge detection. *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence*, (6), 679-698.

[6] Guha, A., Amarnath, C., Pateria, S., & Mittal, R. (2010). Measurement of yarn hairiness by digital image processing. *The journal of the Textile Institute*, 101(3), 214-222.

[7] Roy, S., Sengupta, A., & Sengupta, S. (2014). Yarn hairiness evaluation using image processing. In *Proceedings of The 2014 International Conference on Control, Instrumentation, Energy and Communication (CIEC)* (pp. 588-592). IEEE.

[8] Telli, A. (2019). An image processing research consistent with standard photographs to determine pilling grade of woven fabrics. *Textile and Apparel*, 29(3), 268-276.

[9] Telli, A. (2020). The Relationship Between Subjective Pilling Evaluation Results and Detecting Pills and Textural Features in Knitted Fabrics. *Fibers and Polymers*, 21(8), 1841-1848.

Çift Katlı Ramöz Makinesinde Yünlü Dokuma Kumaşların Kurutma Proseslerinde Enerji Tüketimlerinin Harman Bazlı Değerlendirilmesi

ERDEM, Eray¹, YAVUZKASAP AYAKTA, Duygu²

^{1,2}Yünsa Yünlü Sanayi ve Ticaret A.Ş., Ar-Ge Merkezi, Çerkezköy, Tekirdağ, Türkiye
eray.erdem3@gmail.com
textilengineer.duygu@gmail.com

ÖZET

Tekstil sektöründe mamül, bitim, işlem proseslerinde en yoğun kullanılan kurutma proseslerinde yoğun enerji tüketimleri söz konusudur. Özellikle doğal elyafların yanı sıra sentetik ham maddelerin kullanılmasıyla proses değişkenliğine bağlı olarak ramöz makinelerinde enerji tasarrufu önemli yer tutmaktadır. Bu çalışmada çift katlı ramöz makinelerinin kurutma prosesinde enerji tüketimlerinin harman bazlı değerlendirilmesi yapılmıştır. Bu kapsamda endüstriyel ölçekte yün, polyester, elastan ve naylon içerikli olmak üzere 50 adet üretim takibi yapılmıştır. Bunların içerisinde 11 örneklem üzerinde değerlendirme yapılmıştır. Çalışma sonucunda yünlü kumaşlarda polyester ilavesi durumunda sıcaklık farkına bağlı doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin değişimleri görülmüştür. Ayrıca kumaş harmanlarında naylon ve elastan içerik durumuna göre elektrik ve doğalgaz tüketimleri gözlemlenebilmiştir. Bu kapsamda elde edilen sonuçlarda yünlü dokuma kumaşlara; naylon elyaflarının eklenmesi elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin arttığı, elastan elyaflarının eklenmesi elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin azaldığı görülmüştür. Kullanıcının konfor ve esneklik nedeniyle naylon ve elastan elyaflarının kumaşlarda dahil edilmesi durumundaki enerji tüketimlerinin farklılığı göz önünde bulundurulmalıdır.

AMAÇLAR

Dünyadaki petrol ve doğalgaz rezervlerinin kısıtlı olması dolayısıyla endüstriyel enerji tüketimlerinin son derece dikkatli ve verimli kullanılması önem arz etmektedir. Nüfus artışı ile birlikte tüketilen tekstil ürünlerinin artmasına bağlı olarak enerji tüketimleri de artış göstermektedir. Doğal enerji kaynakları konusunda dışa bağımlılığı devam eden ülkemizde enerjinin verimli kullanımı daha da önemli rol oynamaktadır.

Türkiye’de tekstil sanayi, tüm sanayi dalları arasında hem üretim hem de ihracat bakımından en ön sırada yer almakta ve ekonomi içinde en ağırlıklı payı oluşturmaktadır. Sektördeki enerjinin toplam maliyet içerisinde payı %6-14 arasında, sanayi toplam tüketimi içerisindeki payı ise %7,2’ dir. Tekstil sektörü, diğer

sektörler ile karşılaştırıldığında büyük miktarlarda su ve enerji kaynağına ihtiyaç duymaktadır.⁵

Yünlü dokuma kumaşlarda maliyet ve konfor açısından farklılık sağlayabilmek amacıyla son dönemde özellikle kullanımı artan sentetik lif kullanımı nedeniyle proses koşullarında farklılık nedeniyle enerji sarflarında farklılıklar söz konusu olmuştur. Farklı sentetik ham madde kullanımları genellikle polyester, naylon, elastan, vb. olabilmektedir. Enerji tüketimindeki farklılıkların mercek altına alınarak enerji verimliliği konusunda potansiyel olabilecek noktaları belirleyebilmek, ham madde bazında doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin karşılaştırılması hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Günümüzde gelişen teknoloji ve sanayi ile birlikte enerji tüketimi artmaya devam etmekte ve doğal enerji kaynakları hızla tükenmektedir. Üretilen ve tüketilen enerjinin büyük kısmı yenilenemeyen yani fosil kaynaklı yakıtlardan elde edilmektedir. Dünya enerji ajansının hesaplamalarına göre elektrik tüketimi 2003 yılında 14.781 milyar kilowatt saat iken 2015 yılında 21.699 milyar kilowatt saat ulaşmış ve 2030 yılı için de 30.116 milyar kilowatt saat olması beklenmektedir. Konuya ülkemizin elektrik enerjisi ihtiyacından bakarsak 2017 yılından 2018 yılına kadar elektrik enerjisi ihtiyacı %5,6 artış göstermiş olup, elektrik üretimi %7,7 artmıştır. 2023 yılına kadar ise bu değerlerde yıllık ortalama %4,8’ lik bir artış beklenmektedir. Bu nedenle enerjinin etkin kullanılması ve israfının önlenmesi önem kazanmaktadır. Bu durum enerji verimliliği kavramını ortaya koymuştur. Enerji verimliliği; tüketilen enerji miktarının, üretimdeki miktar ve kaliteyi düşürmeden iktisadi kalkınmayı ve sosyal refahı engellemeden en aza indirilmesi biçimini ifade etmektedir.⁶

Birleşik bir tekstil sahası iplik eğirme, dokuma / örme ve ıslak proseslerden (hazırlık, boya/baskı, bitim işlemleri) oluşur. Bu birleşik tekstil sahalarının elektrik ve termal tüketimleri birbirinden farklıdır. Örneğin; iplik eğirme bölümü elektrik enerjisini %41 ile en fazla kullanmaktadır. Islak işlem proseslerinde

%35 oranı ile en fazla termal enerji kullanılmaktadır.⁷ Bu örnekler ıslak proseslerde termal enerjinin büyük bir bölümünü kullanan ramöz makinelerinde, kalite ve termal tüketim bazlı optimizasyon çalışması, saha içerisinde enerji tasarruf imkanı yaratmakta önemli duruma gelmektedir. Ramöz makineleri bu sahanın içerisinde ıslak prosesler kısmının bitim işlemlerinde kumaşın son en-boy, kimyasal özellikler vb. ayarları için kullanılmaktadır. Tekstil firmaları ramöz makineleri ısıtma sistemi olarak genellikle doğalgazlı gaz brülörlerini kullanmaktadır. Alternatif olarak kızgın yağ kullanılmaktadır. İki ısıtma sistemine göre daha düşük olarak buhar ile ısıtma sistemleri de kullanılmaktadır. Makina hattında bulunan, sıcak hava sirkülasyonu ve egzoz için kullanılan fanlar, kumaşın hareketi için kullanılan zincir paleti, kumaşın senkronizasyonunu ve hat üzerindeki hareketine yardımcı olan silindirlerin tahrikleri elektrik enerjisi kullanılan motorlar ile yapılmaktadır.

Tekstil endüstrisinde minimum enerji tüketimi ile malzemenin kalitesini ve yapısını bozmadan kuruma süresini en aza indirecek kurutma proseslerinin hazırlanması ve bu doğrultuda kurutma metodlarının geliştirilmesi enerjiyi daha verimli kullanan proseslere ulaşılması için büyük önem taşımaktadır.²

Tekstil endüstrisinde uygulanan dört esas kurutma yöntemi bulunmaktadır. Bunlar; taşınım, iletim, ışınım ve yüksek frekans ile kurutmadır. Bunlar arasından taşınım ile kurutma sistemi ramöz makinasına ait kurutma prensibi olarak kullanılmaktadır. Nemli tekstil ürününden havaya kütle transferinin gerçekleştiği taşınım ile kurutma, özellikle hassas yüzeyli kumaşların kurutulmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Taşınım ile kurutma gerçekleştirilen ramöz makineleri kurutma sisteminde kurutma işlemi üç bölüme ayrılmaktadır. İlk kurutma bölgesi ısınmaya hazırlık kısmı olmasından dolayı ürün üzerindeki fazla sıvı nedeniyle kurutma hızı kısa süreliğine artış göstermektedir. İkinci kurutma bölgesi sabit hızda kurutma bölgesidir. Kurutma işleminin dengede olduğu kısımdır. Bu bölgede kütle transfer olayı ısı transferi ile dengelenmiş olarak bulunmaktadır. Zaman ilerledikçe ürünlerdeki nem miktarı azalmaya başlar ve kılcal boşluklarda sürtünmeden kaynaklı direncin artması nedeniyle, ürünün iç dokusundan yüzeye olan sıvı transferi güçleşmektedir. Sabit hızda kurutmanın sona erdiği noktadan sonra kütle transferinde azalma gözlemlenmektedir. Bu kısımda oldukça düşük kurutma hızı bulunmaktadır. Bu bölgede ürün yüzeyinde kuru kısımların oluşması ve yüksek sıcaklıklar sebebiyle kritik nem değerinin aşılması sonucu higroskopik nem kaybı ve üründe kalite problemleri görülebilmektedir.

Ramöz makineleri, kumaşların makine içerisinde enine bir şekilde paletler tarafından tutturulduğu, bir çift yürüyen zincirle kumaşın hareketinin sağlandığı ve bu

esnada kumaşa sıcak havanın gönderildiği kurutma makineleridir.¹ Ram makinelerinde kumaşa istenilen en-boy ayarı verilebilmekte, kumaştaki kırışıklıklar giderilebilmekte ve kumaş kenarındaki tutucular yardımıyla kumaş geçişi sağlanabilmektedir. Kumaşın alt-üst yüzeylerine düzeler vasıtasıyla püskürtülen basınçlı hava ile nemli kumaşta bulunan su, buhar haline geçmekte ve su buharı içeren hava, özel bir emme tertibatı ile kumaştan uzaklaştırılmakta; böylece kumaş kurutulabilmiş olarak makineden alınabilmektedir. Ramöz makinasının çıkışında kurutulmuş tekstil mamülünün kurutma sonrası aşırı kurummasını önlemek için soğutmasını sağlayan soğutma düzeneği ve sarma donanımları da bulunmaktadır.⁸

Yün lifleri tekstil endüstrisinde kullanılan protein esaslı hayvansal liflerin en önemlisidir. Yün lifi sahip olduğu fiziksel ve kimyasal yapısı sayesinde tarihin her döneminde tercih edilen bir lif türü olmuştur. Yün liflerinin sahip oldukları özellikleri geliştirmek için polyester / naylon / elastan gibi farklı lif grupları ile kombine edilmesi yünün kullanım alanını arttırmış ve hayatımızda büyük ölçüde yer edinmesini sağlamıştır.¹⁰

Bu çalışma yün ve harmana katılan farklı lif gruplarının, kumaş haline geldikten sonra ramöz makinesindeki enerji tüketimlerine etkilerinin araştırılması amacıyla yapılmıştır. Bu lifler; yün, polyester, naylon ve elastan lifleridir.

Yün lifleri hayvanlardan elde edilen protein esaslı liflerdir. Tekstil alanında kullanılan yün lifleri sahip oldukları (yüksek kıvrımlılık, incelik, bükülebilirlik ve uzunluk gibi) özellikler nedeniyle hayvansal liflerin en önemlisidir. Bu liflerin ortak özellikleri; çok iyi ısı tutma, kuru ağırlığının 1/3'ü kadar nem alabilme yeteneğine sahip olmalarıdır.¹⁰

Naylon (poliamid) lifleri, poliamid sözcüğü yapısında amid (-CO-NH-) grubunun belli aralıklarla tekrarlandığı polimerler için kullanılmaktadır. Dünyadaki ilk sentetik elyaf poliamidten üretilmiştir. Poliamidler konusunda A.B.D.'de Du Pont de Nemours firması tarafından 1927'de başlatılan araştırmalar sonucu, bu firmanın araştırma merkezinde 1938'de W.H. Carothers ve arkadaşları tarafından poliamid lifleri geliştirilerek piyasaya sunulmuştur. Firmanın bu ürüne verdiği ticari ad olan Naylon sözcüğü, günümüzde halen tüm poliamid lifler için genel bir ad olarak kullanılmaktadır.³

Polyester lifi, kimyasal adı polietilenterefalat olan PET polyesteri, Whinfield ve Dickson tarafından keşfedilmiş olup, ilk defa 1941 yılında ticari ölçüde üretilmiştir. Polyester elyaf dünyada çok önemli elyaf türüdür. İlk önceleri pek kullanılmasa da zamanla kullanımı yaygınlaşmış ve daha da geliştirilmiştir. Özellikle 1950 yılından bu yana polyester lif üretiminde hızlı bir artış görülmektedir. Sentetik lifler

arasında en çok tüketilen ve üretilen liflerden biridir. Polyester lifinin kuru ve ıslak mukavemetleri oldukça iyidir. Polyester lifleri tek başına kullanıldığı gibi doğal ve yapay diğer liflerde kullanılabilir.⁴

Elastan lifleri, yapılarında en az %85 oranında segmente edilmiş poliüretan bulunan sentetik polimer zincirlerinden (sert kristalin ve yumuşak uzun amorf bölgelerinden) oluşan, yüksek derecede uzama ve orijinal durumuna dönme özelliğine sahip lif çeşitleridir. Bu lifler, kimyasal yapılarından dolayı çok yüksek derecede uzama gösterebilmekte (%400-800) ve kopma noktasına kadar olan uzamalarda, üzerilerine etki eden kuvvet kaldırıldığında tamamen ve hızlı bir biçimde ilk hallerine dönebilmektedir.⁹

Dokuma kumaşlarda elastan ve naylon ilavesinin mekanik ve fiziksel özelliklere olan etkisinin incelendiği pek çok çalışma olmasına rağmen, yünlü kumaşlarda elastan ve naylon ilavesinin doğalgaz-elektrik tüketimlerine etkisinin incelendiği herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Yünsa bünyesinde bitim işlemlerinin yapıldığı Apre dairesinde yer alan kurutma amacıyla en sık kullanılan çift katlı ramöz makinesinde ölçüm sonuçları takip edilerek seçilen kumaş kaliteleri arasında karşılaştırmalar yapılmıştır. Çalışma yapılan çift katlı ramöz makinesinde giriş-çıkış yönü aynı olan, ısıtması doğalgaz enerjisi ile brülör kullanılarak işlem yapılmaktadır. Makine on iki kurutma kabineine sahiptir. Her kabinde sıcak havayı kumaşa nüfuz ettirmesini sağlayan sirkülasyon fanları bulunmaktadır. Kumaşın beslenmesi kumaşın giriş eni mesafesince sağ ve solda yer alan iğnelere tutturulması ile sağlanmaktadır.

Kumaşların harmanlarında Yünsa üretimini simule edebilecek şekilde üretimde ağırlıklı olarak çalışan kaliteler dikkate alınarak seçim yapılmıştır. Seçim yapılan kalitelerin harmanları yün, polyester, naylon ve elastandır.

Doğalgaz ve elektrik tüketimleri Yünsa Ar-Ge merkezinde 2016 yılında 3150964 nolu “Tekstil Endüstrisinde Temiz Üretim Yaklaşımıyla Boyama Ve Terbiye Proseslerinde Enerji Ve Kimyasal Verimliliğinin Arttırılması” başlıklı TÜBİTAK Tezyed 1501 projesi kapsamında desteği alınan Enerji İzleme Sistemi ile alınabilmektedir.

Yünlü mamul kumaş üretiminde ana üretimi simule edecek şekilde çift katlı ramöz makinesinde kurutma işlemi gören elli adet endüstriyel ölçekli üretim takibi yapılmıştır. İlgili üretim takiplerinin enerji tüketimleri; enerji izleme sisteminden çekilmiştir. Kurutma işlemine tabi tutulan elli adet üretim numunesinden alınan 11 örneklem grubuna ait kumaş kalitelerinin özelliklerine Tablo 1’de yer verilmiştir.

Tablo 1. Ana üretimi simule eden grup içerisinde alınan örneklem kalitelerinin özellikleri

Örneklem No	Ham Madde Oranı (%)				Kumaş	
	Yün	Polyester	Elastan	Naylon	Gramaj (g/m ²)	En (mm)
1	73	19	0	8	250	1600
2	86	8	4	3	265	1770
3	70	30	0	0	345	1640
4	43	52	5	0	239	1810
5	96	0	4	0	300	1780
6	22	77	1	0	280	1800
7	44	54	2	0	345	1860
8	86	9	4	2	265	1860
9	42	52	6	0	500	1650
10	46	51	3	0	290	1810
11	100	0	0	0	300	1780

Endüstriyel ölçekte 120-130 °C sıcaklıklar arasında 30-40 m/dk çalışma hızında çift katlı ramöz makinesinde kurutma işlemi gerçekleştirilen kumaşların uzunluğu 400 ile 5450 metre arasındadır.

Tablo 2. Ana üretimi simule eden grup içerisinde alınan örneklem kalitelerinin makine çalışma sıcaklığı ve hız değerleri

Örneklem No	Ham Madde Oranı (%)				Makine	
	Yün	Polyester	Elastan	Naylon	Sıcaklık (°C)	Hız (m/dk)
1	73	19	0	8	128,7	41,1
2	86	8	4	3	123,5	35,2
3	70	30	0	0	129,4	38,0
4	43	52	5	0	126,7	35,3
5	96	0	4	0	122,7	39,1
6	22	77	1	0	122,0	38,1
7	44	54	2	0	120,2	42,6
8	86	9	4	2	127,3	39,9
9	42	52	6	0	132,1	28,2
10	46	51	3	0	129,8	38,6
11	100	0	0	0	122,4	41,2

Yöntem

Çalışma kapsamında çift katlı ramözde kurutma işlemine tabi tutulan kumaşlarda 15'er dakikalık enerji sarfları; doğalgaz (m³) ve elektrik (kWh) ölçümleri ile kaydedilmiştir. Ölçüm değerleri Microsoft Excel programında ortalamaları alınarak değerlendirilmeye tabi tutulmuştur. Değerlendirmelerde ham madde bazlı; elastan, naylon içerikli olma durumuna göre yün, polyester gibi karşılaştırmalar yapabilmek adına kumaş grupları sınıflandırılmıştır.

Enerji tüketimleri için dikkate alınan makine hızı, sıcaklık, ham madde içeriği gibi parametreleri analiz edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Endüstriyel ölçekte enerji izleme sisteminden çekilen doğalgaz ve elektrik sarfları kumaş kalitelerinin ham madde bazında değerlendirilebilmesine olanak sağlamıştır. Kurutma işlemi yapılan 11 örneklem kumaş grubunun kumaş gramaj ve en değerlerinin giriş ve çıkış bilgileri Tablo 3'de verilmiştir.

Tablo 3. Kurutma işlemi yapılan kumaşların giriş-çıkış gramaj ve en bilgileri

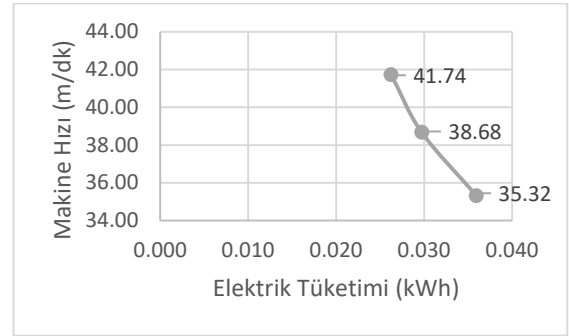
Örneklem No	Kumaş Giriş		Kumaş Çıkışı	
	Gramaj (g/m ²)	En (mm)	Gramaj (g/m ²)	En (mm)
1	250	1600	160,1	1500
2	265	1770	176,4	1500
3	345	1640	241,3	1450
4	239	1810	183,3	1500
5	300	1780	200,6	1500
6	280	1800	180,0	1500
7	345	1860	240,0	1500
8	265	1860	176,1	1500
9	500,0	1650	360,0	1500
10	290	1810	186,6	1500
11	300,0	1780	200,6	1500

Çalışma kapsamında kurutma prosesine tabi tutulan 11 örneklem bazlı doğalgaz ve elektrik tüketimleri tablo 4'de özetlenmiştir.

Tablo 4. Kurutma işlemi yapılan kumaş gruplarının birim metre başına elektrik ve doğalgaz sarfları

Örneklem No	Ham Madde Oranı (%)				Tüketim	
	Yün	Polyester	Elastan	Naylon	Doğalgaz (m ³)	Elektrik (kWh)
1	73	19	0	8	0,031	0,056
2	86	8	4	3	0,030	0,042
3	70	30	0	0	0,037	0,036
4	43	52	5	0	0,022	0,036
5	96	0	4	0	0,018	0,035
6	22	77	1	0	0,024	0,032
7	44	54	2	0	0,029	0,031
8	86	9	4	2	0,025	0,031
9	42	52	6	0	0,033	0,030
10	46	51	3	0	0,019	0,030
11	100	0	0	0	0,024	0,024

Çift katlı ramöz makinesinde kurutma işlemi yapılan kumaşların makine çalışma hızları ile ilgili proseslerdeki elektrik tüketimleri kWh cinsinden karşılaştırma yapılmıştır. İlgili sonuçlardan elde edildiği şekilde makine hızının artması birim metre başına elektrik tüketimini de arttırdığı gözükmektedir. İşletmede en çok kullanılan harman yün, polyester, elastan olduğu için bu grupta makine hızı ile elektrik tüketim karşılaştırılması yapılmıştır. İlgili karşılaştırmaya Şekil 1'de yer verilmiştir.

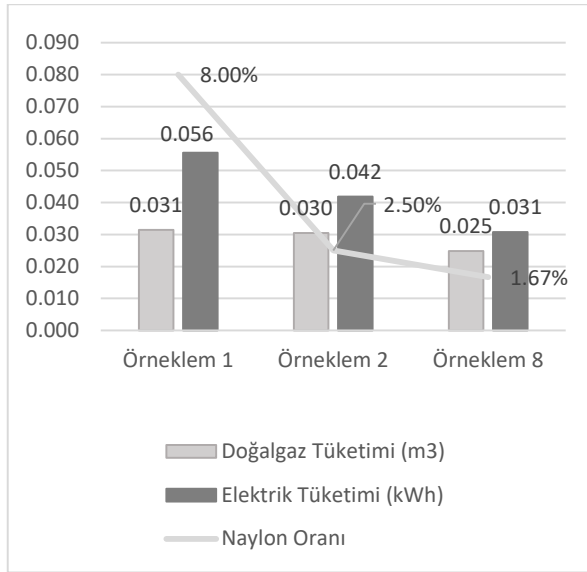


Şekil 1. Makine hızı ile birim metre başına elektrik tüketiminin ilişkisini gösteren grafik

Kumaş kalitelerinde maliyet düşürülmesi ve kullanıcı konfor özelliklerinin iyileştirilmesi açısından sentetik elyafların harmana ilave edilmesi durumunda elektrik tüketimlerinin nasıl etkilendiği ile ilgili gözlem yapmak amacıyla sentetik elyaf içermeyen ve içeren kumaşların kurutma prosesindeki ortalama elektrik tüketimleri incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre

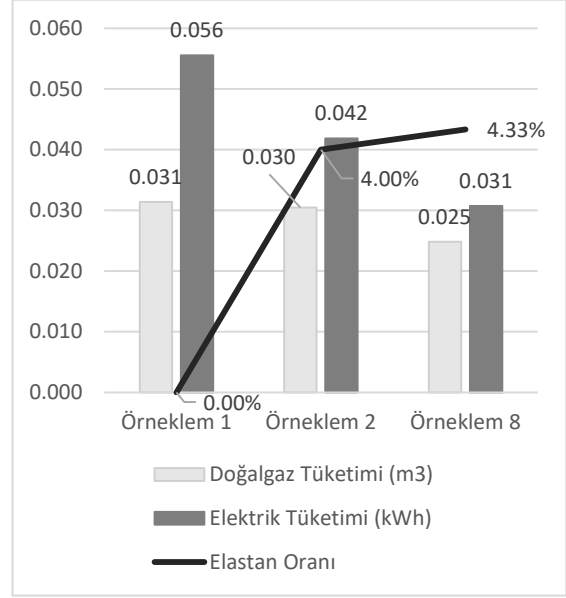
kumaş harmanlarına sentetik elyaf ilave edilmesi yapıldıkça ortalama elektrik tüketimlerinin arttığı görülmüştür. Minimum ortalama elektrik tüketiminin %100 yün harmanına sahip olan örneklem 11 kumaş grubunda olduğu görülmektedir.

Endüstriyel ölçekte kurutma işlemine tabi tutulan naylon ve elastan içerikli yün-polyester harmanına sahip kumaşlarda naylon kullanım oranlarına göre doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin sonuçları Şekil 2’de verilmiştir. Elde edilen grafikte de görüldüğü üzere naylon oranının azalmasıyla doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin azaldığı görülmüştür.



Şekil 2. Harman yapısında ki naylon kullanım oranlarına göre birim başına elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin değişimi

Endüstriyel ölçekte kurutma işlemine tabi tutulan naylon ve elastan içerikli yün-polyester harmanına sahip kumaşlarda elastan kullanım oranlarına göre doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin sonuçları Şekil 3’de verilmiştir. Elde edilen grafikte de görüldüğü üzere elastan oranının artmasıyla doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin azaldığı görülmüştür.



Şekil 3. Harman yapısında ki elastan kullanım oranlarına göre birim başına elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin değişimi

Endüstriyel ölçekte kurutma işlemi gerçekleştirilen kumaşların harmanlarında polyester oranı arttıkça elektrik tüketimi arttığı görülmüştür. Bunun sebebi proses sıcaklıklarının polyester harmanlarında daha yüksek sıcaklıklarda işlem görmesidir. Çift katlı ramöz makinesinde doğalgaz tüketiminin harman bazındaki durumuna bakıldığında farklılık gösterdiği gözlemlenmiştir. Bu durumun çift katlı ramöz makinesinde işlem sıcaklığına ulaşması için hazırlık prosesine bağlı olduğu görülmüştür.

Elektrik ve doğalgaz tüketimleri analiz edilen yünlü kumaşlarda naylon kullanımının etkisini gözlemlenmek amacıyla karşılaştırma yapıldığında naylon içeriğe sahip olmayan kumaş gruplarında makine hızlarının daha düşük olduğu, elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin daha düşük olduğu görülmüştür. Bunun yanı sıra yünlü kumaşlarda elastan kullanımının etkisini görmek amacıyla değerlendirme yapıldığında elastan içeriğine sahip olmayan kumaşlarda makine hızlarının daha yüksek olduğu, elektrik ve doğalgaz tüketimlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür.

Çift katlı ramöz makinesinde yünlü kumaşların kurutma işlemlerinde proses sıcaklıklarının 120-132°C arasında değişmektedir. Proses işlem sıcaklıkları kumaşların konstrüksiyon ve harman bazında ayarlanmaktadır. Yüksek sıcaklıklara çıkıldığında çift katlı ramöz makine hızları proses nedeniyle düşürülsede enerji tüketimlerinin göz önünde bulundurulması bu nedenle kabin sıcaklıkları bazında akış analizi yapılması gerekliliği gözlenmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Yün ham madde maliyetlerinin artması nedeniyle dokuma kumaş tasarımlarında sentetik hammaddelerin tercih edilmesi özellikle son dönemde artmış durumdadır. Sentetik elyaf ilavesiyle kumaş özelliklerinin değişmesine bağlı olarak üretim süreçlerinde proses parametreleri değişkenlik göstermektedir. Bu proses parametreleri makine hızı, sıcaklık, enerji bazında doğalgaz ve elektrik tüketimlerini etkilemektedir. Yürütülen çalışma ile çift katlı ramöz makinesinde gerçekleştirilen kurutma prosesi için harman bazlı elektrik ve doğalgaz tüketimleri enerji izleme sisteminden alınarak değerlendirilmiştir.

Makine hızının artması birim metre başına elektrik tüketimini beklediği üzere arttırdığını göstermiştir. Kumaş kalitelerinde maliyet düşürmek amacıyla eklenen polyester elyafların harmana ilave edilmesi durumunda elektrik tüketimlerinin nasıl etkilendiğini değerlendirebilmek amacıyla polyester elyaf içermeyen ve içeren kumaşların karşılaştırılması yapıldığında polyester elyaf ilavesi yapıldıkça kurutma proseslerinde daha yüksek sıcaklıklara çıkılması ihtiyacı sebebiyle ortalama elektrik tüketimlerinin arttığı sonucu elde edilmiştir.

Endüstriyel ölçekte naylon ve elastan içerikli yün-polyester harmanına sahip kumaşlarda naylon oranının artmasıyla doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin arttığı görülürken, elastan kullanım oranına göre değerlendirme yapıldığında; doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin elastan oranı ile ters orantılı olduğu yani elastan oranının artmasıyla doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin azaldığı görülmüştür.

İlgili çalışmayla firma bünyesinde ilk kez harman bazlı doğalgaz ve elektrik tüketimlerinin değerlendirilmesi yapılmıştır. Ana üretimi simule edecek 11 örneklem üzerinden yapılacak endüstriyel ölçekteki değerlendirmede elde edilen veriler ışığında çift katlı ramöz makinesinde gerçekleştirilen kurutma prosesleri için enerji tasarrufu yapılabilmesi adına veri tabanı oluşturulması sağlanmıştır. Çalışmanın devamında ilgili makinede akış analizleri yapılarak enerji tasarrufu konusunda çalışmaların detaylandırılması sağlanabilecektir.

SONRAKİ ÇALIŞMALAR İÇİN ÖNERİLER

Çalışma kapsamında elde edilen sonuçlar Ar-Ge Merkezi kapsamında yürütülen çift katlı ramöz makinesinde enerji tasarrufu projesinde değerlendirilecektir. Ayrıca Eray Erdem'in Kırklareli Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, "Çift Katlı Ramöz Makinasındaki Performans Parametrelerinin Belirlenmesi ve Enerji Tasarrufu Üzerine Etkilerinin Araştırılması" başlıklı yüksek lisans tezine ön çalışma olarak katkı sağlayacaktır. Bu tez kapsamında çift katlı

ramöz makinesinde yer alan kurutma kabinleri özelinde prosesi simule edecek şekilde akış analizlerine yer verilecek. Elde edilen sonuçların değerlendirilmesine doğalgaz ve elektrik tüketimleri nezdinde tasarruf çalışmaları gerçekleştirilecektir. Akademik anlamda da elde edilen sonuçların yayın çalışmaları için organize olunacaktır.

TEŞEKKÜR

Yünsa Yünlü Sanayi ve Ticaret A.Ş., Ar-Ge Merkezi kapsamında yürütülen çalışma için Ar-Ge Merkezi ve Apre İşletmeleri çalışanlarına teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Akan, A.E. 2019. "Ram makinesinde kurutma prosesinin enerji verimliliği analizi", DÜMF Mühendislik Dergisi, 10:1, 157-167.
- [2] Akyol U. 2007. "İplik bobini kurutulmasının teorik incelenmesi", Doktora Tezi, Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne-Türkiye
- [3] Başer İ. 2002. Elyaf Bilgisi, Marmara Üniversitesi Yayın No: 687, Ss: 57-86, İstanbul
- [4] Erkan M. 2013. "Pamuk lifi ile Uyumlu Sentetik Lif Karışımlarından İplik ve Kumaş Üretilip Özelliklerinin Karşılaştırılması" Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta-Türkiye.
- [5] Gelir Ç.B. 2017. "Tekstil Sektöründe Kullanılan Ramöz Makinelerinde Isı Geri Kazanımı İle Enerji Tasarrufu" Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ-Türkiye.
- [6] Güven B. 2019. "Tekstil Terbiye Sektöründe Enerji Verimliliği Uygulama Örneği" Yüksek Lisans Tezi, Kırklareli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırklareli-Türkiye.
- [7] Hasanbeigi A, Price L. 2012. "A review of energy use and energy efficiency Technologies for the textile industry", Renewable and Sustainable Energy Reviews, Elsevier, Ss: 3649-3663
- [8] Oğulata T.R. Kadem F.D., Koç E. "Tekstilde Kurutma Yöntem ve Makinaları" 4.Ulusal Tesisat Mühendisliği Kongresi ve Sergisi
- [9] Vuruşkan D. 2010. "Elastan İçerikli İplik Üretmek Üzere Modifiye Edilen Ring Makinasında Üretim Değişkenlerinin Optimizasyonu ve İplik Kalitesi Üzerindeki Etkisi" Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Adana-Türkiye.
- [10] Yaşar Y. 2019. "Yünlü Kumaşlarda Elastan Kullanımının Dikilebilirlik ve Kullanım Özellikleri Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi" Yüksek Lisans Tezi, Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekirdağ-Türkiye.

A Study on Bending Rigidity of Sewn Knitted Fabrics with Polyurethane Coating

ŞEVKAN MACİT, Ayşe¹, TİBER, Bahar¹

Textile Engineering Department, Faculty of Engineering, Uşak University¹

ayse.sevkan@usak.edu.tr

SUMMARY

Technical textiles have an important place in the textile sector and many other sectors and technical textiles continue its development day by day around the world. In this study, the bending rigidity properties of the seams applied with different parameters to technical knitted fabrics in four different structures were examined. The seams were performed by changing the parameters which were sewing thread type and stitch density. Commercially available Epic core spun polyester and Eloflex elastic polyester sewing threads were used in two different stitch densities for sewing processes and the effect of the elastic thread on the bending rigidity properties of the seams was investigated. Bending rigidity values of sewn and unsewn samples of four knitted fabrics were measured in accordance with the standard and the obtained results were evaluated statistically. As a result; bending rigidity was found to be affected by the fabric structure, stitch density and sewing thread type. The study also revealed whether the effects of these parameters were statistically significant.

PURPOSE

In our study, it was aimed to compare the bending rigidity properties of four types of waterproof knitted fabrics used as drawsheets stitched with two different stitch densities by using sewing threads in two different structures with the same yarn count. In order to determine the effect of the elastic sewing thread on bending rigidity of the sewn fabric by using the commercially available Coats Epic core spun polyester and Coats Eloflex elastic polyester sewing threads with two different stitch densities.

INTRODUCTION

Technical textiles have an important place in the textile sector and many other sectors and technical textiles continue its development day by day around the world. Studies in the field of technical textiles are increasing.

Technical textiles take place in many fields such as agriculture, industry, automotive and medical. In this study, waterproof drawsheet fabrics with polyurethane used in the medical field were investigated in terms of bending behaviour.

Bending rigidity is very important property in terms of fabric handle¹. This property is related to fabric stiffness and they are proportional to each other². Nowadays, there are many studies that examine the bending rigidity of sewn or unsewn fabrics. When the studies with sewn fabrics are evaluated, Gürarda³ investigated the effects of seam parameters (sewing thread size, stitch density and seam allowance) on the stiffness of cotton woven fabrics sewn with lock stitch. Şevkan Macit and Tiber⁴ compared conventional seaming and ultrasonic seaming regarding bending rigidity with woven fabrics by changing various parameters. Tiber et al.⁵ investigated bending behaviour of seams on stretch denim fabrics with the parameters fabric type, seaming thread type, stitch density, seam type and fabric direction. Jevšnik and Žunič-Lojen⁶ evaluated correlation between bending rigidity and drape coefficient with woven seamed fabrics. Apart from these, there are also studies made with woven fabrics that investigating the effects of fabric structure^{7,8} yarn and fabric construction parameters⁹, jacquard fabric constructional parameters and elastane yarn¹⁰, elastane ratio of fabrics¹¹, fusible interlining¹² on bending behavior of fabrics. In addition to studies with woven fabrics, there are also studies about bending rigidity of knitted fabrics that analyzing the effects of laundering¹³, knit structure and density¹⁴, knit structure¹⁵, different processing stages such as bleaching, dyeing and softening¹⁶ on bending property of fabrics. There are also studies comparing bending test methods. Kara¹⁷ compared bending test methods in determining the bending behaviours of sewn woven fabrics. Besides, Goetzendorf-Grabowska et al.¹⁸ compared bending test methods with knitted fabrics.

EXPERIMENTAL

Material

In this study, four different waterproof knitted fabrics used as drawsheet. Properties of the fabrics are characterized in Table 1. Characteristics of the

-
- ŞEVKAN MACİT, Ayşe (0000-0002-0646-8582)
 - TİBER, Bahar (0000-0001-7145-9327)

sewing threads used in the study are shown in Table 2. The sewing threads were supplied from Coats Company. As sewing thread, the commercial name Coats Epic core spun polyester and Coats Eloflex elastic polyester sewing threads were used with two different stitch densities. Seam process was performed to knitted fabrics by using Broaden&Toyou TY-3810 single needle double thread chain stitch machine.

Method

The fabrics were sewn with chain stitch (stitch type 401, seam type SSa) by using two different sewing threads in the same yarn count. 40 tex Epic and 40 tex Eloflex were used as sewing threads. Stitch densities were 25 stitches/dm and 50 stitches/dm. Seam allowance was 5 mm.

In this study, we use knitted fabrics which have no edge curling problem due to the coating of fabrics. Therefore, we examined the bending properties of these fabrics through the cantilever test method. Bending tests were performed to the fabric samples with the instrument designed for bending rigidity test method according to TS 1409:1973¹⁹. The fabric samples were prepared in wale directions in the sizes of 2.5x15 cm. The seam lines were in the middle of

the samples along the longer edges. Before testing, the samples were conditioned for 24 hours at standard atmospheric conditions (temperature 20±2 °C and relative humidity 65±2 %) and the test was repeated for five times for each fabric sample. The samples were tested for both faces and both sides. Twenty falling length values were read for each fabric sample and the average of these values was divided into two to obtain the bending length value of the sample. Bending rigidity is formulated in TS 1409:1973 as follows:

$$G=0.1 W C^3$$

where;

X=Falling length (cm)

C=X/2 =Bending length (cm)

W=Fabric mass per unit area (g/m²)

G=Bending rigidity (mg.cm)

Test results were evaluated in terms of fabric type, stitch density and sewing thread type. One-way ANOVA test was performed to values using SPSS statistical data analysis program to evaluate whether the test results were statistically significant.

Table 1. Properties of the fabrics.

Fabric code	Knitting structure	Unit mass (g/m ²)	Thickness (mm)	Raw material	Coating
F1	Single jersey	160	0.512	Polyester	PU coated
F2	Single jersey	100	0.323	Polyester	PU membrane
F3	Pile knitting	135	1.102	Polyester	PU membrane
F4	Pile knitting	175	1.328	Polyester	PU membrane

Table 2. Characteristics of the sewing threads used in the study (Coats Turkey)

Thread Structure	Commercial Name	Thread Count (Tex)	Ticket No	Strength (cN)	% Elongation (min-max)
Elastane Core Spun Polyester	Eloflex	40	80	880	40-70
Polyester Core Spun Polyester	Epic	40	80	1965	16-23

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Bending rigidity values of the fabrics are given in Table 3. All results are shown graphically in Figure 1. As we can see in Figure 1, when the bending rigidity values of both sewn and unsewn fabrics are evaluated together, it is determined that the most rigid fabric is F4 with the highest unit mass and the highest fabric thickness. Besides, it is observed that the least rigid fabric is F2 with the lowest unit mass and the lowest fabric thickness. It means that unit mass and thickness of fabric affect bending rigidity of fabric directly proportional. Also, the effects of fabric type are

statistically significant. When the fabrics are taken into consideration in terms of sewing process, the bending rigidity values of the sewn fabrics are higher than that of unsewn fabrics and there is statistical difference between the bending rigidity values of unsewn fabrics and sewn fabrics. Besides, generally, the bending rigidity values increase with increasing stitch density. Generally, the bending rigidity values of the fabrics sewn with Eloflex polyester elastic thread are higher than that of sewn with polyester core spun thread. But the effects of stitch density and sewing thread type are statistically insignificant.

Table 3. Bending rigidity values of the fabrics (mg.cm).

Fabric	Unsewn	Epic-25 stitches/dm	Epic-50 stitches/dm	Eloflex-25 stitches/dm	Eloflex-50 stitches/dm
F1	183.89	2065.12	1893.69	2183.67	2270.51
F2	68.55	614.27	641.19	756.40	681.12
F3	206.03	1761.83	2614.25	1977.94	2382.62
F4	299.19	3716.44	3999.75	4180.07	4779.62

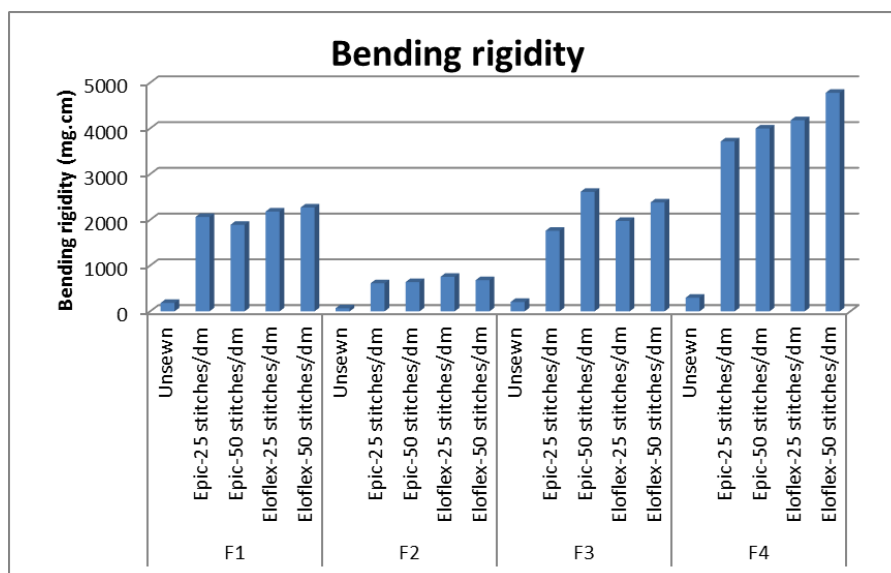


Figure 1. Bending rigidity values of the fabrics.

Table 4. Table of analysis of variance for bending rigidity values of the fabrics.

Factor	F	P-value
Fabric type	31.762	0.000*
Sewing process	25.760	0.000*
Sewing thread type	0.661	0.419
Stitch density	0.734	0.394

*:Statistically significant for $\alpha = 0.05$.

CONCLUSIONS

In this study, bending rigidity of four knitted fabrics with polyurethane in different structures were measured for both sewn and unsewn forms. The samples were stitched with chain stitches in two different stitch densities using two sewing threads in different structures in the same yarn count. As sewing thread, polyester core spun thread (Epic) and polyester elastic thread (Eloflex) were used. Stitch densities were 25 stitches/dm and 50 stitches/dm. The effects of fabric type, sewing thread type and stitch density on bending rigidity were investigated. When the bending rigidity values are evaluated consequently, fabric weight and fabric thickness affect bending rigidity of fabric directly proportional. Also, the effects of fabric

type are statistically significant. Another result is that generally,

bending rigidity values increase with increasing stitch density. Besides, bending rigidity values of the fabrics sewn with Eloflex polyester elastic thread are higher than that of sewn with polyester core spun thread. But the effects of stitch density and sewing thread type are statistically insignificant.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

In future studies, bending rigidity properties of fabrics can be examined with different fabric structures, different seam and stitch types, and different sewing thread count. In addition, the drape behaviours of these fabrics can be investigated.

ACKNOWLEDGEMENTS / SOURCES OF FUNDING

This study was supported by Uşak University Scientific Research Project under grant [2015/MF005].

LITERATURE

1. Du, Z., Zhou, T., Yan, N., Hua, S. and Yu, W. 2011. "Measurement and characterization of bending stiffness for fabrics", *Fibers and Polymers*, 12, 104-110.
2. Ak, F. N. 2006. "The effect of some weaving constructions on fabric performance properties", Master Thesis, Institute of Natural and Applied Science, University of Çukurova.
3. Gürarda., A. 2009. "The effects of seam parameters on the stiffness of woven fabrics" *Tekstil ve Konfeksiyon*, vol 19 no.3, 242-247.
4. Şevkan Macit A and Tiber B. 2017. "Evaluation of bending rigidity behaviour of ultrasonic seaming on woven fabrics", *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*; 254: 132002.Şevkan Macit Tiber IOP.
5. Tiber B, Şevkan Macit A and Yılmaz N. "Investigation of Bending Behaviour of seams on elastane denim fabrics", 18th AUTEX World Textile Conference, June 20-22, 2018, İstanbul, Turkey, 687-690.
6. Jevšnik, S., Žunič-Lojen, D. 2007. "Drape behaviour of seamed fabrics", *Fibers and polymers*, 8(5), 550-557.
7. Bakıcı, G. G., Kadem., F. D. 2015. "An experimental study about sewability and bending strength properties of cotton fabrics" *Çukurova Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, vol 30, no. 2, 177-182.
8. Gürarda, A., Çeven., E. K. 2017. "Influence of women's dress woven fabric structure on bending and drapability properties" *Uludag University Journal of The Faculty of Engineering*, vol 22, no.1, 179-188.
9. Özdil, N., Özgüney, A. T., Süpüren Mengüç, G., Sertsöz., S. 2014. "Influence of yarn and fabric construction parameters on drape and bending behaviour of cotton woven fabrics," *Tekstil ve Konfeksiyon*, vol 24, no. 2, 169-179.
10. Süle., G. 2015. "The effects of jacquard woven fabric constructional parameters and elastane yarn on bending rigidity" *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, vol 10, no. 2, 164-170.
11. Özdil., N. 2008. "Stretch and bagging properties of denim fabrics containing different rates of elastane" *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, vol 16, no. 1, 63-67.
12. Gürarda, A. 2020. "Investigation of the effect of fusible interlining on stiffness and drapability of woollen fabrics", *Uludağ University Journal of The Faculty of Engineering*, Vol. 25, No. 1, 187-201.
13. Quaynor, L., Takahashi, M., Nakajima, M. 1998. "Effect of Laundering on Bending Properties of Plain-Knitted Fabrics", *Journal of the Textile Machinery Society of Japan*, 44(4), 74-77.
14. Choi, M. S., Ashdown, S. P. 2000. "Effect of changes in knit structure and density on the mechanical and hand properties of weft-knitted fabrics for outerwear", *Textile Research Journal*, 70(12), 1033-1045.
15. Emirhanova, N., Kavusturan, Y. 2008. "Effects of knit structure on the dimensional and physical properties of winter outerwear knitted fabrics", *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 16(2), 67.
16. Hasani, H. 2010. "Effect of different processing stages on mechanical and surface properties of cotton knitted fabrics", *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, Vol. 35, 139-144.
17. Kara, Ş. 2021. "Comparison of Cantilever, Heart Loop and Circular Bending Test Methods in Determining the Bending Behaviours of Sewn Woven Polyester Fabrics", *Textile and Apparel*, 31(2), 82-90.
18. Goetzendorf-Grabowska, B., Karaszewska, A., Vlasenko, V. I., Arabuli, A. T. 2014. "Bending stiffness of knitted fabrics-comparison of test methods", *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 22, 1(103): 43-50.
19. Turkish Standard 1973 Stiffness determination of woven textiles TS 1409.

www.uludag.edu.tr/ulpas

