

UTİB Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektöründe
UTİB Turkish Textile and Clothing Sector



ULUSLARARASI
AR-GE PROJE PAZARI
INTERNATIONAL R&D
BROKERAGE EVENT

3. ULUSLARARASI LİF VE POLİMER ARAŞTIRMALARI SEMPOZYUMU

8-9 MART 2018

BUTEKOM TEKSTİL VE TEKNİK TEKSTİL MÜKEMMELİYET MERKEZİ



Lif ve Polimer Araştırmaları
Enstitüsü

utibargeprojepazari.com



Bu kitabın baskı versiyonu bildirilerin tam metinlerini içermektedir. E-kitaba www.butekom.com adresinden ulaşabilirsiniz.

This printed book include from full texts. Please visit www.butekom.com for e-book.

“Mart” 2018

ISBN: 978-605-9193-31-3

BUTEKOM

Bursa Teknoloji Koordinasyon
& AR-GE Merkezi

Editörler

Prof. Dr. Yusuf ULCAY

Prof. Dr. Ali DEMİR

Yrd.Doç.Dr. Ali KILIÇ

Yrd.Doç.Dr. Şule SELÇUK

Yayın Sahibi İletişim Adresi

Butekom Bursa Teknoloji Ve Koordinasyon Ar Ge Merkezi
Anonim Şirketi

D.O.S.A.B. Mustafa Karaer Cadde

Çiğdem 2 Sokak No:1/4 16245 Osmangazi / Bursa

Tel: 0 224 502 16 00

Faks: 0 224 502 16 06

Editöryal Üretim ve Yapım

www.uludag.edu.tr

Bu eserin telif hakkı BUTEKOM Bursa Teknoloji Koordinasyon
& AR-GE Merkezi'ne aittir.

5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu hükümlerine göre

BUTEKOM Bursa Teknoloji Koordinasyon

& AR-GE Merkezi Anonim'nden izin

alınmadan bu eserin herhangi bir bölümü

veya tamamı iktibas edilemez, fotokopi

veya diğer herhangi bir suretle çoğaltılamaz,

basılamaz ve dağıtılamaz.

Baskı Yeri

Uludağ Üniversitesi Basımevi Müdürlüğü

Görükle Merkez Kampüs, 16059

Nilüfer, Bursa, Türkiye

Tel: +90 224 294 05 33

Bilim Kurulu / Scientific Committee

Prof. Dr. Yusuf ULCAY, Uludag University
Prof. Dr. Ali DEMİR, ITU
Prof. Dr. Behnam POURDEYHIMI, NCSU, USA
Associate Professor Dr. Mohammad JAWAID, UPM, Malaysia
Associate Professor Dr. Kenan YILDIRIM, BTU
Associate Professor Dr. Hasan Basri Koçer, BTU
Assistant Professor Dr. Şule Selçuk, ITU
Assistant Professor Dr. Ali KILIÇ, ITU
Assistant Professor Dr. Hüseyin Avcı, Eskişehir OGU
Assistant Professor Dr. Tamer HAMOUDA, National Science Foundation, Egypt Assistant
Professor. Dr. Ahmed HASSANIN, Egypt Japan University, Egypt
Assistant Professor Dr. Abdelrahman ABDELGAWAD, NCSU, USA
Assistant Professor Yu Shrike ZHANG, Harvard University, USA
Instructor Dr. Su Ryon SHİN Harvard University, USA
Senior Lecturer Haider BUTT ,University of Birmingham, United Kingdom
Assistant Professor Michinao HASHİMOTO, Singapore Uni. of Tech. & Design, Singapore
Assistant Professor Ali MOUSAVİ, Mashhad University of Medical Sciences, Iran

Artık gelenekselleşti...

13-14 Mayıs 2016, Birinci Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu'nun ilkinin tarihiydi. İkincisini 27-28 Nisan 2017 tarihinde gerçekleştirdik. 3. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu artan bir talep ve araştırma niteliği ile artık geleneksel hale gelmiştir. Uludağ Üniversitesi, UTİB (Uludağ tekstil İhracatçıları Birliği) ve BİSO (Bursa Ticaret ve Sanayi Odası)'nın destekleri ile bugüne gelen uluslararası sempozyum bundan sonraki yıllarda çok daha profesyonel olarak ve gelişerek devam edecektir. Sempozyumu bugüne getiren desteklerinden dolayı Uludağ Üniversitesi, UTİB ve BİSO'ya hemen teşekkürü bir borç biliyoruz.

Geçtiğimiz iki sempozyum ve bu sempozyuma gönderilen çalışmalar iki önemli gerçeği göstermektedir: İlk olarak lif ve polimer araştırmaları alanlarında ülkemizde de dünya çapında ve dünya ile eş zamanlı çalışmalar yapılmakta ve bu çalışmaların akademik camiayla paylaşımı büyük bir gururla yapılmaktadır. Öte taraftan, Türkiye dışından araştırmacılar tarafından 3. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu'na gönderilen bildirilerin sayısı ve nitelikleri de bu sempozyumun tam bir güncel, uluslararası sempozyum olduğu gerçeğini ortaya koymaktadır.

Geçtiğimi yıl ilk olarak başladığımız “En İyi Bildiri Ödülü” geçen yıl beklediğimizin üstünde karşılık bulmuş ve çok başarılı bir doktora öğrencimizi ödüllendirmiştik. Bu yılda çok sayıda doktora öğrencisi araştırmacı “En İyi Bildiri Ödülü” için başvuru yaptı ve Bilim Kurulu bu adaylar arasından birini ödüllendirecek. Bunun da lif ve polimer araştırmalarının geleceğini şekillendireceğine inanıyoruz.

“UTİB Türkiye Tekstil ve Konfeksiyon Sektöründe X. Ar-Ge Proje Pazarı” etkinliğinin bir parçası olarak gerçekleştirdiğimiz üçüncü buluşmamız lif ve polimer alanında araştırma yapan bilim insanlarının kalıcı ilişkiler kurmasına vesile olmaktadır. Daha nice yıllar bir araya gelmek ümidi ve heyecanı ile başarılı çalışmalarınızın devamını diliyoruz.

Prof. Dr. Yusuf ULCAV
Prof. Dr. Ali DEMİR

It is now traditional...

13-14th May 2016 was the days that the First International Fiber and Polymer Research Symposium held in Bursa. The second symposium was held on 27-28th April 2017. The third International Fiber and Polymer Research Symposium is now heading toward becoming a traditional event with increasing demand and quality form researcher all over the world. The symposia have been generously supported by Uludag University, UTIB (Uludag Textile Exporters Union) and BTSO (Bursa Chamber of Trade and Commerce) so far. From next year onwards, we believe that this traditional symposium will be organised in an even more professional and developed way. It is our sincere duty to thank Uludag University, UTIB and BTSO for their kind, generous and trouble free support so far.

The papers submitted to the two previous two symposia and this years event has shown two distinct realities: First, it is clearly shown that the research in the field of fiber and polymer carried out in Turkey is concurrent and well in line with the international research. The Turkish researchers are very much proud of sharing their experience with national and international academics. On the other hand, the attendance of international researchers has been consistently increasing with increasing quality and depth.

Last year, we have announced a novel competition as “Best Presentation Award” among the PhD students. It was great success with may applications and the scientific committee has chosen a winner that has been well welcomed by all participants of the symposium. There has also been many applications for the “Best Presentation Award” this year. The Scientific Selection Committee will make a decision and award one of them. We believe that this competition is securing the future of fiber and polymer research in Turkey.

The Third International Fiber and Polymer Research Symposium is co-organised with and as part of the “UTİB Turkish Textile and Clothing Sector, Xth International R&D Brokerage Event”. We do believe that this event will create intense and long lasting relationships between researchers all over the World. We therefore would like to meet all of you in the future symposia in the beautiful and historical city of Bursa.

Prof. Dr. Yusuf ULCAY
Prof. Dr. Ali DEMİR

İÇİNDEKİLER

Rapid Prototyping of Whole-Thermoplastic Microfluidics.....	5
<i>Seyed Ali MOUSAVI SHAEGH, Huseyin AVCI, Adel POURMAND, Yu ZHANG, Ali KHADEMHOSEINI</i>	
Özgün Portakal Kokusu İçeren Poliüretan Kapsül Üretimi ve Salım Davranışının Tespiti.....	10
<i>Ali ÖZSEVİNÇ, Cemil ALKAN</i>	
Effects of CNT and Nano-SiO₂ on the Flammability of Ammonium Polyphosphate-based Flame Retardant/Polypropylene System.....	13
<i>Ayfer Irem KOCA, Mustafa Erdem ÜREYEN, Gamze YÜKSEL</i>	
Karbon Fiber/Epoksi Kompozitlerin Kırılma Tokluğunun Aramid Dokusuz Kumaşlar Kullanılarak Arttırılması.....	16
<i>Bertan BEYLERGİL, Metin TANOĞLU</i>	
Başlatıcılı Kimyasal Buhar Biriktirme (iCVD) Tekniği ile Tekstil Yüzeylerin Süper Hidrofobik Modifikasyonu.....	19
<i>Büşra ŞİMŞEK, Mustafa KAHRAMAN</i>	
Doku Mühendisliği ve Fonksiyonel Uygulamalar için Özgün Mimarilere Sahip Fonksiyonel 3D Nanoliflerin Yapısal Özelliklerinin Tayin Edilmesi.....	22
<i>Çağlar SİVRİ</i>	
P(AN-ko-VA) Polimerinin Hidrojen Gazı ve Ni Katalizörü ile İndirgenmesi ile Islanabilirliğinin Arttırılması.....	24
<i>Cemil ALKAN, Derya KAHRAMAN DÖVÜŞÇÜ, Ahmet Alper ÖNCÜL</i>	
Organik ve Geleneksel Üretim Koşullarında Üretilen Bazı Pamuk Çeşitlerinde Lif Kalite Özellikleri Arasındaki Korelasyonun Belirlenmesi.....	27
<i>Ahmet YILMAZ, Cevher İlhan CEVHERİ</i>	
Liflere Uygulanan Polimer Teknolojileri.....	29
<i>Demet TOPALOĞLU YAZICI</i>	
PAN Polimerinin Hidrojen Gazı ve Pt Katalizörü ile İndirgenmesi ile Islanabilirliğinin Arttırılması.....	32
<i>Derya KAHRAMAN DÖVÜŞÇÜ, Cemil ALKAN, Ahmet Alper ÖNCÜL</i>	
İnce Film Polimerik Kompozit Membran ile Boya Üretim Endüstrisi Atıksularından Renk Giderimi.....	35
<i>Duygu KAVAK</i>	
Thermal Characterization of Wool-Polyamide Blended Yarns.....	38
<i>E. KAYNAK, M. E. ÜREYEN, M. TORSUN, A. S. KOPARAL</i>	
Graphene Doped Polyaniline Coating on Wool-PA Fabric by In-Situ Polymerization for Increased Electrical Conductivity.....	41
<i>Emre URAZ, Fırat PINAR, H. Ferdi GERÇEL</i>	
Determination of Thermal Degradation Mechanism of Flame Retardant Epoxy Resin by TGA-TIR.....	44
<i>Fadime KARAER, Uğur AKYILDIZ, Mustafa E. ÜREYEN, A. Savaş KOPARAL</i>	
Kumaş Dökümlülüğü İçin Görüntü Analizi Temelli Objektif Bir Ölçüm Sisteminin Geliştirilmesi.....	47
<i>Fatih SÜVARİ, Mert Erdem ŞEREFOĞLU, Burak AŞIKTOPRAK, Ayhan HASANOĞLU</i>	
Atık Ahşap Tozlarının Cam Elyaf/Epoksi Polimer Kompozitlerin Yapısına Katılabilirliğinin İncelenmesi.....	49
<i>Ferhat YILDIRIM, Mustafa AYDIN, Ahmet AVCI</i>	
SmartMelamin® - Innovative Melt-Blown Non-Woven for Improved Thermal or Acoustic Insulation Application.....	51
<i>Christoph LÖNING, Christoph KINDLER, Ewert, Yvonne EWERT, Frank MEISTER</i>	
Label-Free Glucose-Sensitive Optical Hydrogel Fibers.....	53
<i>Haider BUTT</i>	

Bitki Canlılığının Korunmasında Nanolif Kaplama Uygulaması.....	56
<i>Halil İbrahim İÇÖĞLU, Mehmet TOPALBEKİROĞLU, Duygu CAN</i>	
Naylon 6.6 Nanofiberlerin Tek Taraflı Bindirme Bağlantılarına Etkisi.....	58
<i>Ahmet Caner TATAR, Muhammet Ali ŞENYURT, Hasan ULUS, Halil Burak KAYBAL, Mürsel EKREM, Ahmet AVCI</i>	
Improving Sound Absorption Properties of Automotive Textiles Using Various Nonwoven Fabric Compositions	60
<i>Havva BASKAN, Raziye ATAKAN, Süleyman IPEK, Cansu YILDIRIM, Ezgi SEN, İpek ARAVI, Serdar SEZER, Hale KARAKAS</i>	
İlaç Keşfi İçin Mikroakışkan Teknolojili Çip İçerisinde Kalp.....	62
<i>Hüseyin AVCI, Su Ryon SHİN, Yu Shrike ZHANG, Mehmet R. DOKMECİ, Ali KHADEMHOSEINI</i>	
Doğal Antibakteriyal Ajanlar ile İmmobilize Edilmiş Elektrospun Nanofiberleri Kullanarak In vitro Yara İyileşmesi.....	65
<i>Hüseyin AVCI, Hazal GERGEROĞLU</i>	
Karbon Nanotüp Katkılı BTP/Epoksi Kompozitlerin Darbe Davranışlarının İncelenmesi.....	67
<i>İbrahim DEMİRCİ, Ahmet AVCI, M. Turan DEMİRCİ</i>	
Deniz Suyu Korozyon Ortamında Karbon Nanotüp Katkısının Bazalt Elyaf Takviyeli Epoksi Kompozitlerin Çekme Dayanımına Etkisinin Araştırılması	69
<i>İbrahim DEMİRCİ, Ahmet AVCI, M. Turan DEMİRCİ</i>	
Pamuklu Kumaşlara Ozon ile Aşındırma Baskı Yapan Sistem Tasarımı.....	71
<i>İdil YİĞİT, Semiha EREN, Hüseyin Aksel EREN</i>	
Kopolimer Makro Sentetik Lif Takviyeli Betonlarda Performans İncelemesi.....	74
<i>İrem ŞANAL</i>	
İplikteki Periyodik Hata Frekansının Wavelet (Dalgacık Dönüşümü) Analiz Tekniği İle Tespiti...78	
<i>Lütfullah DAĞKURS, İsmail İŞERİ</i>	
Kitosan Nano-Mikro Kürelerinin Antibakteriyel Tekstil Üretiminde Kullanımı	80
<i>Mahmut TAŞ, Emel Ceyhan SABİR, Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ</i>	
Investigation of the Tensile Properties of Woven Carbon-Epoxy Composites	83
<i>Mehmet Karahan, Nevin KARAHAN</i>	
Tensile Properties of Natural and Natural/Synthetic Hybrid Fiber Woven Fabric Composites.....	85
<i>Mehmet Karahan, Nevin KARAHAN</i>	
Investigation Of The Wettability Properties Of Natural Fibres For Thermoplastic Resin Composites	87
<i>Mehmet Karahan, Nevin KARAHAN, Kenan YILDIRIM</i>	
Kimyasal Olarak Modifiye Edilmiş Jüt Liflerinden Üretilmiş Kompozitlerde Mekanik ve Fiziksel Özelliklerin Değişimi	89
<i>Mehmet Karahan1, Muhammad Haris Ameer, Yasir Nawab, Nevin Karahan</i>	
Dokuma Hatasının On-Line Kontrolü Ve Kumaşın Elyaf Özellikleri İle İlişkilendiren Tespit Sistemi Geliştirilmesi	91
<i>Mehmet TOPALBEKİROĞLU, Gökben ZOR</i>	
Farklı Lif Kesit Yapılarına Sahip Polyester İplikleriyle Dokunan Farklı Dokuma Örgü Yapılarının Parlaklık Özelliklerinin İncelenmesi.....	93
<i>Ali İBRIKÇİ, Mehmet TOPALBEKİROĞLU</i>	
Dynamic Process and Quality Control Approach for Textiles	96
<i>Melih GÜNAY</i>	
Boron Nitrit Nanopartikül Katkılı Karbon Fiber/Epoksi Kompozit Boruların Kriyojenik Ortam Şartlarında Düşük Hızlı Darbe Davranışı	98
<i>Memduh KARA, Ahmet Caner TATAR, Muhammet KIRICI, Ahmet AVCI</i>	
Ses Yalıtım Amaçlı Tekstil Esaslı Sandviç Yapıların Geliştirilmesi	101
<i>Nazım PAŞAYEV, Müslüm EROL</i>	
Akrilik İpliklerin Bobinde Boyanmasını Etkileyen Faktörlerin İncelenmesi	104
<i>Enver YILMAZ, Müslüm KAPLAN, Resul FETTAHOV</i>	

Geri Dönüşüm Doğal Liflerin İstiridye Mantarı Üretiminde Kullanımı	106
<i>Zelfiye Ece SARIHANOĞLU, Müslüm KAPLAN, Resul FETTAHOV, Handan UCUN ÖZEL</i>	
Kompozit Malzemelerin Üretiminde Kullanılan Sargı Yapısının İncelenmesi	108
<i>Nigar MAHMUDOVA, Mazahir FARZALİYEV</i>	
COOH ile Fonksiyonelleştirilmiş Karbon Nanotüp Katkılı Termoplastik Tabanlı Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması	110
<i>Özgür DEMİRCAN</i>	
Bazalt ve Cam Fiber Takviyeli PA 6.6 Matriksli Termoplastik Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Termal Özelliklerinin Araştırılması.....	113
<i>Uğur ÇELİK, Kemal KADIOĞLU, Özgür DEMİRCAN</i>	
Yenilikçi Liflerden Elde Edilen Tekstil Yapılarının Sanal Giysi Simülasyonlarındaki Termal Konfor Modellemesi	116
<i>Sertaç GÜNEY, Burak KEŞKEKÇİ, İbrahim ÜÇGÜL</i>	
İplikte Splays (Splice)Düğüm Performansı Üzerine Farklı Lif Cinslerinin ve Farklı Düğümlleme Metotlarının Etkisinin Araştırılması	118
<i>Seval UYANIK, Mehmet MERKEPÇİ, Asuman KANBER</i>	
Gizli Isı Depolama Özellikli Yağ Alkollerinin Mikrokapsülasyonu	121
<i>Simge ÖZKAYALAR, Sennur ALAY AKSOY</i>	
PLA Crosslinkingvia E-Beam Irradiation.....	122
<i>D. SPINELLI, L. GIUSTI, L. VAN DER SCHUEREN, G. BUYLE, MC. BARATTO, R. POGNI</i>	
Farklı Tiplerde Politetrafloretillen Membranlarla Lamine Edilmiş Kumaşların Özellikleri....	124
<i>Şükran KARA, Sevil YEŞİLPINAR</i>	
Tavuk Tüylerinin Lif Üretimi Açısından Yapısal Özelliklerinin Analizi	127
<i>Süreyya KOCATEPE, Nazım PAŞAYEV</i>	
Savaş Yaralanmalarında Kullanılmak Üzere Hemoostatik Faktör Vn/Vna Yüklü İpek Fibroin Bazlı Kompozit Fiber Antibakteriyel Mikropartiküller Üretilmesi	130
<i>Tuğba ÖZDEMİR</i>	
Gamma Işınları ile Işınlanmış Polimer Liflerin Yarıiletken Polimerlerle Kaplanması.....	133
<i>Fatih ÖZCAN, Uğur Adnan SEVİL</i>	
Kompozit Malzeme Üretiminde Kullanılan Hindistan Cevizi Liflerinin Sodyum Perborat Tetrahidrat ile Modifikasyonu ve Karakterizasyonu.....	136
<i>Yasemin SEKİ, Ahmet Çağrı KILINÇ, Ramazan DALMIŞ, Serhan KÖKTAŞ</i>	
Characterization Study of Drug Incorporated Electrospun Nanofiber Formulations.....	139
<i>Zariife BARBAK, Hale KARAKAŞ, A. Sezai SARAC</i>	
Surface Modification and its Effect on Ensete Fiber Characteristics	142
<i>Tolera A. NEGAWO, Yusuf POLAT, Ali DEMİR, Ahmed HASSANIN, Tamer HAMOUDA, Zeki CANDAN, Ali KILIÇ</i>	
Investigating the Effect of Air Pressure on Novel Nanofiber Production Technique: Solution Blowing.....	144
<i>Yusuf POLAT, Murat Umut YANGAZ, Elena STOJANOVSKA, Ali DEMİR, Ali KILIÇ</i>	
Design of Solution Blown Nanofibrous Air Filters Containing Glass Particles	146
<i>Yusuf POLAT, Elena STOJANOVSKA, Mehmet ÇALIŞIR, Yasin AKGÜL, Melike GÜNGÖR, Merve SAGIRLI, Raziye ATAKAN, Ali DEMİR, Ali KILIÇ</i>	
Production of PAN/HA Composite Nanofibers as Precursor Material for Biomedical Applications	148
<i>Yasin AKGÜL, Mehmet ÇALIŞIR, Elena STOJANOVSKA, Yusuf POLAT, Hayrettin AHLATCI, Ali DEMİR, Ali KILIÇ</i>	
Carbon Nanotube Hybrid Microfibers for Bioactuator	150
<i>Su Syon SHIN</i>	
3D Printing for Fabrication of Microfluidic Devices	152
<i>Wei Huang Goh, Sindhu Vijayan, Pravien Parthiban, Patrick Doyle, Michinao Hashimoto</i>	

Rapid Prototyping of Whole-Thermoplastic Microfluidics

MOUSAVI SHAEKH, Seyed Ali¹, AVCI, Huseyin², POURMAND, Adel³, ZHANG, Yu⁴,
KHADEMHOSEINI, Ali⁴

¹ Orthopaedic Research Center, Mashhad University of Medical Sciences, Mashhad 9176699199, Iran

² Eskisehir Osmangazi University, Metallurgical and Materials Engineering Department, Eskisehir 26480, Turkey.

³ Department of Electrical Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz 5331711111, Iran.

⁴ Biomaterials Innovation Research Center, Division of Engineering in Medicine, Department of Medicine, Brigham and Women's Hospital, Harvard Medical School, Boston, MA 02139, USA.

mousavisha@mums.ac.ir

AIM

The aim is to develop a rapid prototyping method for the fabrication of microfluidic chips using thermoplastic materials.

INTRODUCTION

Recently, thermoplastics such as poly(methyl methacrylate) (PMMA), polycarbonate (PC), cyclic olefin copolymer (COC), and poly(ethylene terephthalate) (PET), are attracting attentions for microfluidic applications [1]. Thermoplastics possess inherent robustness to mechanical deformation and resistance to biomolecules [2, 3]. Moreover, thermoplastics allow for high-volume fabrication of microchips using microinjection molding [4] and hot embossing [5]. Multi-layer thermoplastic chips can be assembled through a single-step thermal fusion bonding in which all layers have similar glass transition temperatures (T_g) [6, 7]. Furthermore, computer numerical control (CNC) micromachining [8] and laser ablation methods [9, 10] with the ability to directly fabricate architectures without master molds, provide appropriate means for laboratory-scale chip fabrication.

Although thermoplastics offer many advantages, fabrication of whole-thermoplastic microfluidic chips with built-in thermoplastic-based actuators such as microvalves and micropumps is not as straightforward and well established as whole-PDMS microfluidics. This mainly stems from high rigidity and Young's modulus of major thermoplastics, which makes the fabrication of thin elastomeric membranes challenging.

EXPERIMENTAL

Material and Method

Raw cast transparent PMMA sheets (McMaster, USA) in different thicknesses (1-3

mm) were used for fabricating the microchips. PMMA is a biocompatible polymer [11] with high optical transparency and low gas permeability coefficient ($2.5 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$) [12]. In comparison, gas permeability of PDMS is $4 \times 10^{-9} \text{ m}^2/\text{s}$ [13].

A commercial CO₂ laser-cutting machine (VLS2.30, 25 W, wavelength 10.6 μm , Universal Laser Systems, USA) with an X-Y platform adjustable in Z-axis was used for laser micromachining of the PMMA sheets. The laser-cutting machine was interfaced with software VLS.2.30 for adjusting speed, power, and resolution of the laser scanner. CorelDRAW Graphics Suite X5 software was used to draw designs in desired geometries, which were then sent to VLS.2.30. The interface software converts the CorelDRAW drawing into a series of command signals to control the servo motors of the laser ablation device and the attached laser head for micromachining of PMMA substrates and TPU films.

A TPU film (PT9200US NAT 1.0 mil, Covestro LLC, MA, USA) with a thickness of 25 μm was used to fabricate flexible membranes implemented in the microvalves and micropumps. TPU is an important category of thermoplastic elastomers with broad use in biomedical applications because of its strong biocompatibility and proper mechanical properties [14]. The TPU film was cut in desired shapes using the laser-cutting machine. Depending on the application, the terms TPU film and TPU membrane are used interchangeably in this paper. A conventional laboratory vacuum oven (Isotemp vacuum oven 280A, Fisher Scientific, USA) was used for thermal treatment and bonding of PMMA and TPU. Chloroform was purchased from Sigma-Aldrich for solvent treatment of laser-engraved PMMA specimens. Mechanical characterizations of TPU films were performed using tensile

testing machine (MicroTester, Model 5942, Instron, USA; MTS Q-test/5 Universal Testing Machine, USA). A custom-made valve controller system was used to actuate fabricated microvalves and micropumps [15, 16]. The system consisted of FESTO pneumatic valves (MH1 model with an operation voltage of 24 V), which were controlled by a WAGO controller system. A software interface was developed in MATLAB for communication with the controller system to control the actuation of microvalves and micropumps using nitrogen gas.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Smooth curved channels were obtained using the unfocused laser machining followed by chemical/thermal treatment (**Figure 1**). It should be noted that, the optimized fabrication process had a critical step of exposing laser-engraved PMMA specimens to chloroform vapor with subsequent thermal treatment, which significantly improved the surface smoothness of the engraved channels (**Figure 1a and 1b**). Such elimination of surface roughness/microcavities of the laser-engraved channels would ensure hydraulic tightness and liquid sealing and thus successful fabrication of the Quake microvalves. In addition, the developed bonding procedure could lead to successful embedment of engraved channels in PMMA, as shown in **Figure 1c**.

Microvalve Characterization

As shown in **Figure 2a**, thermoplastic normally open microvalves were fabricated to investigate their functions in impeding aqueous liquid flow. Pressurized nitrogen gas was used to actuate the TPU membranes, located in the control chambers, as well as for liquid injection to the fluidic channel of the microvalves; gas regulator was used to control the pressure of nitrogen gas (**Figure 2b**). Initially, the bonding strength of the thermally bonded PMMA-TPU-PMMA layers constituting the microvalve architecture was tested. No burst failure of the chip was observed for liquid and gas pressures of up to 415 kPa (maximum pressure accessible in our laboratory setting), which were applied to the liquid channel and the control chambers, respectively. Subsequently, the deformation of the TPU membrane upon applying nitrogen gas to the control chambers was visualized. As shown in **Figure 2c**, the liquid channel was blocked by downward deformation of the membrane upon applying gas pressure. To quantitatively characterize the performance of the microvalves, leakage test was performed for gas pressures of

105, 140, 175, 210 and 245 kPa with a liquid pressure of 13 kPa (**Figure 2d**). Pressure used for valve and pump actuations were measured compared to atmospheric pressure.

When all 5 valves were fully open, the 13 kPa liquid pressure produced a flow rate of 180 $\mu\text{L}/\text{min}$ through the channel of the chip. In general, this flow rate is adequate for microfluidic applications.

As shown in **Figure 2d**, the leakage flow rate through the microvalves decreased as the gas pressure for the microvalves increased. The peak-to-peak variation in flow rates through different channels at different pressures may be because of variations from channel dimensions and pressure control. Precise control of gas pressure for liquid injection to the chip could not be achieved since we did not have access to high-precision pressure regulator. Thus, there was a chance that liquid pressure experienced minor changes due to variations in gas pressure used for liquid injection. Variations in channel dimensions may be produced during laser engraving, assembly and fusion bonding processes. For precise control over the applied pressure for fusion bonding a metallic jig with adjustable pressure can be developed as already explained in [7].

No leakage was observed for all microvalves upon applying a gas pressure of 210 kPa. The leakage test was performed through measuring the volume of liquid filled in a tubing with certain inner diameter (0.508 mm) during a specific period of time.

To further study the effect of TPU creep on the valves performance, each valve was kept closed individually for 24 h with a gas pressure of 240 kPa. Within this period, the leakage rate was monitored while the pressure of the liquid injected into the channel was set on 35 kPa. No leakage was observed for all microvalves. This feature is of critical importance since for on-chip flow manipulations the microvalves may need to be kept closed for an extended period of time.

Micropump characterization

A peristaltic micropump was developed by integration of three interconnected microvalves on a common liquid channel (**Figure 3a**). Flow pumping was achieved by the consecutive actuation of three adjacent microvalves using nitrogen gas. As shown in **Figure 3b**, the effect of actuation gas pressure and the frequency of actuation on the pumping flow rate were studied, encompassing pressures of 35, 70, 140, 210 and 275 kPa and frequencies of 1, 2, 3, 4, 5, 10, and 20 Hz. It should be noted that, since the chips

were made relatively thick compared to the size of the valves, the high-frequency actuations did not have any noticeable physical impact on the overall shape of the device. The flow rate was measured by the volume of liquid filled a tubing with certain inner diameters during a specific period of time. As the gas pressure was increased from 70 to 275 kPa, the maximum flow rate obtained decreased from 7.15 $\mu\text{L}/\text{min}$ to 3.8 $\mu\text{L}/\text{min}$ at the actuation frequency of 5 Hz. As for the effect of actuation frequency, the pumping flow rate reached a peak value, which however, after a specific actuation frequency, monotonically dropped. In general, for all actuation pressures, the maximum flow rates were obtained within the frequency range of 3-5 Hz. For these experiments; the intake and discharge ports of the micropump were levelled.

The micropump was further tested continuously for 10 days to evaluate its long-term performance in liquid pumping. The micropump was actuated using 70 kPa gas pressure at an actuation frequency of 1 Hz. The flow rate was measured every 12 h. As shown in **Figure 3c**, the micropump could pump liquid continuously without any failure. The pumping flow rate was measured between 3.37 $\mu\text{L}/\text{min}$ to 3.71 $\mu\text{L}/\text{min}$ (coefficient of variance <10%), which is sufficiently stable for many microfluidic applications. The variations in measured flow rate in different days could be attributed to inconsistencies in flow measurements and minor changes of actuation gas pressure.

Owing to the robust performance of the micropump in continual liquid injection, it can be used for various experiments where continual driving of fluids is required for an extended period of time such as microfluidic drug screening in microfluidic microreactors and organs-on-chip devices.

In addition, the impact of downstream pressure on the overall pumping flow rate was investigated. To achieve this goal, a liquid column with an adjustable height was used at the discharge port of the micropump while the suction port of the micropump was connected to a liquid reservoir maintained at atmospheric pressure. The downstream pressure was adjusted through altering the height of the liquid column (H) at the discharge port. Experiments were conducted using an actuation pressure of 70 kPa at a frequency of 1 Hz. The maximum flow rate of 3.5 $\mu\text{L}/\text{min}$ was obtained with zero liquid height at the discharge port. As shown in **Figure 3d**, the pumping flow rate was decreased to 1.2 $\mu\text{L}/\text{min}$ as the downstream pressure at the discharge port was

increased to 1100 mm, which was equivalent to a pressure of 10.75 kPa.

CONCLUSIONS

In this paper, we described the development of a novel rapid prototyping method to fabricate whole-thermoplastic microfluidic chips from PMMA and elastomeric TPU. Mechanical characterization of the TPU film revealed its high ultimate tensile stress, which enabled the fabrication of high-performance actuators including microvalves and micropumps. Laser micromachining with unfocused laser beam was used to fabricate semi-circular microchannels in PMMA while the TPU film was used as an elastomeric membrane to block the liquid channel required for on-chip flow manipulations. A high-strength thermal fusion bonding method was further optimized to bond the TPU film to laser-micromachined PMMA to fabricate micropumps and microvalves. Gas-actuated microvalves were fabricated and successfully demonstrated leakage-free operations. In addition, the micropumps showed a flawless operation through continual pumping of liquid for up to 10 days at a constant flow rate of 3.5 $\mu\text{L}/\text{min}$. Employing this fabrication method, various microfluidic components and circuitries can be fabricated in a low cost and rapid fashion in a research laboratory for on-chip applications.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

This Method can be improved for other microfluidic components, especially for chemical synthesis and biological applications.

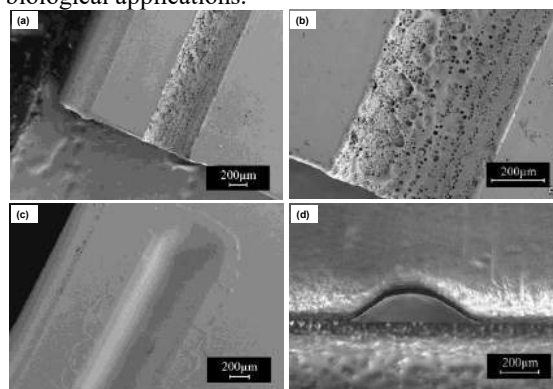


Figure 1. SEM micrographs of laser engraved channels (a) and (b) before, and (c) after chemical and thermal surface treatment. (d) Optical micrograph of an embedded channel after bonding (without membrane).

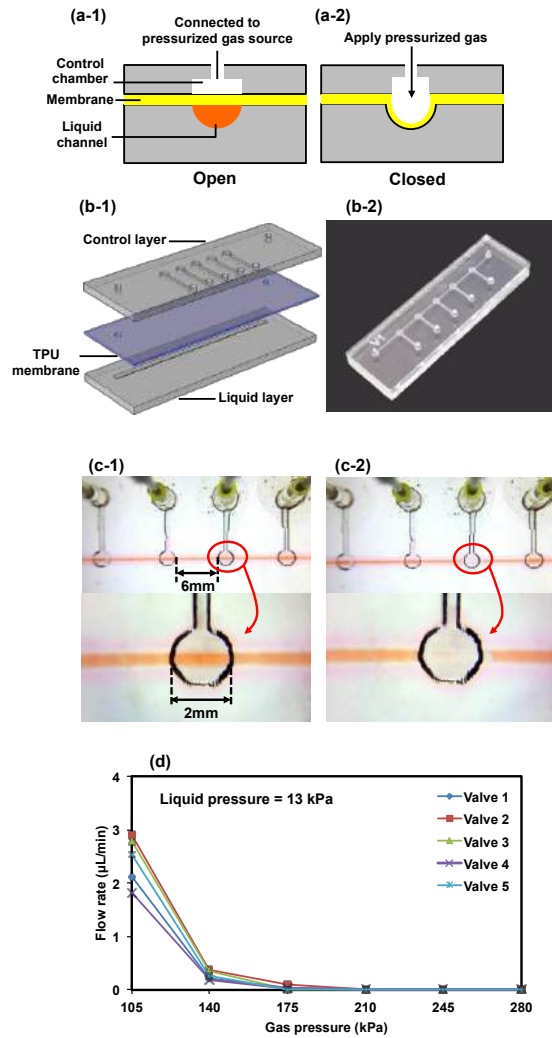


Figure 2. Fabrication and characterization of the normally open microvalve. (a) Operation design of the microvalve. (b) 3D architecture of a fabricated chip with multiple microvalves. (c) Operation of the valves integrated on the chip with inlet liquid pressure of 13 kPa, for (c-1) all valves are open and a flow rate of 180 $\mu\text{L}/\text{min}$ was produced while for (c-2) a microvalve was actuated with N_2 gas with 210 kPa pressure to completely close the channel. (d) Characterization of the leakage rate versus applied N_2 gas in different pressures to close the valves integrated on a chip, using a liquid pressure of 13 kPa, which caused a flow rate of 180 $\mu\text{L}/\text{min}$ while all valves on chip were open.

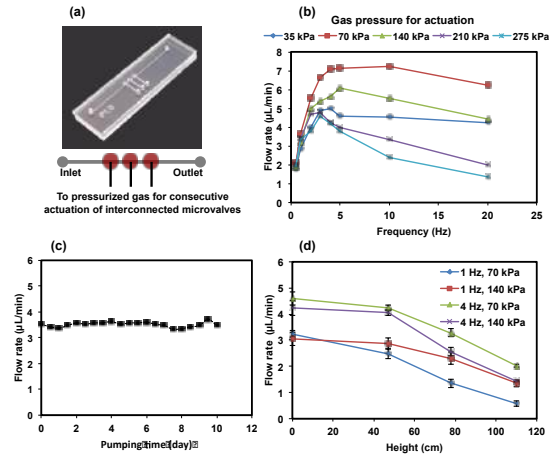


Figure 3. Fabrication and characterization of the micropump. (a) Photograph and schematic showing a fabricated micropump. (b) Effect of actuation pressure and the frequency of actuation on pumping flow rate. (c) Long-term performance of the micropump in pumping of liquid for 10 days, frequency of actuation was 1 Hz with an actuation air pressure of 70 kPa; error bars for recorded data points were $\pm 5\%$ of the average of each point. (d) Effect of backpressure on pumping flow rate; pressure difference between suction and discharge ports of the micropump was produced by increasing the height of the discharge port.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The authors gratefully acknowledge funding by the Defense Threat Reduction Agency (DTRA) under Space and Naval Warfare Systems Center Pacific (SSC PACIFIC) Contract No. N66001-13-C-2027. The authors also acknowledge funding from the National Institutes of Health (AR057837, DE021468, D005865, AR068258, AR066193, EB022403, EB021148) and the Presidential Early Career Award for Scientists and Engineers (PECASE).

References

1. Weerakoon-Ratnayake, K.M., et al., *Thermoplastic nanofluidic devices for biomedical applications*. Lab on a Chip, 2017.
2. Nunes, P.S., et al., *Cyclic olefin polymers: Emerging materials for lab-on-a-chip applications*, in *Microfluidics and Nanofluidics* 2010. p. 145-161.
3. Ren, K., J. Zhou, and H. Wu, *Materials for microfluidic chip fabrication*. Accounts of Chemical Research, 2013. 46: p. 2396-2406.

4. Attia, U.M., S. Marson, and J.R. Alcock, *Micro-injection moulding of polymer microfluidic devices*, in *Microfluidics and Nanofluidics* 2009. p. 1-28.
5. Focke, M., et al., *Lab-on-a-Foil: microfluidics on thin and flexible films*. Lab on a chip, 2010. **10**: p. 1365-1386.
6. Tsao, C.-W. and D. DeVoe, *Bonding of thermoplastic polymer microfluidics*. Microfluidics and Nanofluidics, 2009. **6**: p. 1-16.
7. Shaegh, S., et al., *Plug-and-play microvalve and micropump for rapid integration with microfluidic chips*. Microfluidics and Nanofluidics, 2015: p. 1-8.
8. Guckenberger, D.J., et al., *Micromilling: a method for ultra-rapid prototyping of plastic microfluidic devices*. Lab on a Chip, 2015. **15**: p. 2364-2378.
9. Thompson, B.L., et al., *Inexpensive, rapid prototyping of microfluidic devices using overhead transparencies and a laser print, cut and laminate fabrication method*. Nat. Protocols, 2015. **10**: p. 875-886.
10. Romoli, L., G. Tantussi, and G. Dini, *Experimental approach to the laser machining of PMMA substrates for the fabrication of microfluidic devices*. Optics and Lasers in Engineering, 2011. **49**: p. 419-427.
11. Frazer, R.Q., et al., *PMMA: an essential material in medicine and dentistry.*, in *Journal of long-term effects of medical implants* 2005. p. 629-639.
12. Prakash, S. and S. Kumar, *Fabrication of microchannels on transparent PMMA using CO₂ Laser (10.6 μ m) for microfluidic applications: An experimental investigation*. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2015. **16**: p. 361-366.
13. Byrne, M.B., et al., *Methods to study the tumor microenvironment under controlled oxygen conditions*. Trends in biotechnology, 2014. **32**: p. 556-63.
14. Pergal, M.V., et al., *Structure and properties of thermoplastic polyurethanes based on poly(dimethylsiloxane): Assessment of biocompatibility*. Journal of Biomedical Materials Research Part A, 2014. **102**: p. 3951-3964.
15. Shin, S., et al., *Aptamer-based microfluidic electrochemical biosensor for monitoring cell-secreted trace cardiac biomarkers*. Analytical Chemistry, 2016.
16. Riahi, R., et al., *Automated microfluidic platform of bead-based electrochemical immunosensor integrated with bioreactor for continual monitoring of cell secreted biomarkers*. Scientific Reports, 2016. **6**: p. 24598.

Özgün Portakal Kokusu İçeren Poliüretan Kapsül Üretimi ve Salım Davranışının Tespiti

ÖZSEVİNÇ,¹ Ali, ALKAN, Cemil²

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

²Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Kimya Bölümü, Taşlıçiftlik Kampüsü, 60240 Tokat
ali.ozsevinc@gop.edu.tr

AMAÇLAR

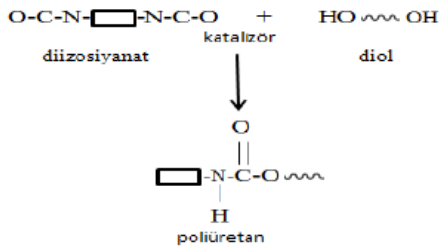
Bu projede, koku yayma özelliğine sahip olan poliüretan esaslı mikro/nano ölçekli kapsüllerin TDI-PEG₄₀₀ etkileşimi ile üretimi yapılacaktır. Bu kapsüllerin elastik ve hidrofilik yapı nedeniyle tekstil uygulamalarında daha uzun süre etkili koku depo edebileceği ve salılabileceği beklenmektedir.

GİRİŞ

Mikrokapsüller, yıllardır tıp, farmakoloji, gıda vb. çok farklı alanlarda kullanılmaktadır.¹ Tekstil alanında ise özellikle ısı depolayan, antimikrobiyal, güç tutuşur, yara örtüsü, cilt bakım ürünleri ve kokulu ürünler üretiminde mikrokapsül teknolojisi kullanılmaktadır.² Koku maddeleri tekstil materyallerine uçucu özelliklerinden dolayı direk olarak uygulanamamaktadır. Bu yüzden koku maddelerinin bir duvar içerisinde hapsedilmesi ile dış etkilerden korunması sağlanarak tekstil malzemelerine aplice edilmektedir.³

Ticari olarak ulaşılabilen koku mikrokapsüllerin çoğunluğu aminformaldehit tabanlıdır, fakat çevresel etkilerden dolayı bu kapsüllerin kullanımı kısıtlıdır.⁴ Koku ve parfüm içeren mikrokapsüller kompleks koaversiyon yöntemiyle jelatin ve arap zıncı kullanılarak üretilebilir. Bu yöntemde mikrokapsüller birbirine yapışabilir ve parçacık büyüklüğü değişken aralıklarda daha iri tanecikler oluşturabilir ve düşük molekül ağırlıklı polimerler kullanıldığından mikrokapsülün dış etkilere karşı mekanik dayanımı düşüktür ve çabuk kırılır. Bu yüzden dış kabuk olarak poliüretan ve poliüre sistemlerinde en etkili yöntem iyi mekanik özelliklerinden dolayı ara yüzey polimerizasyonudur.⁵

Poliüretan polimerinin üretimi sırasında Şekil 1’de gösterildiği gibi polioller ve diizosiyanat malzemeleri kullanılmaktadır.



Şekil 1.Poliüretan sentezi

Poliollerin kısa zincirli olması (etilen glikol, polipropilen glikol) polimerin kırılabilir olmasını sağlamaktadır. Daha uzun zincirli polioller (PEG₄₀₀, PPG₄₀₀) kullanarak ise malzemenin önce elastik sonrasında ise hidrofilik yapı nedeniyle koku depo edebilir ve salabilir hale getirilmesini sağlayacaktır ve kapsüllerin tersinir biçimde ve tekrarlı olarak çalışması mümkün hale gelecektir.

Bu çalışmada, arayüzey polimerizasyon tekniği kullanılarak koku maddesi, poliüretan bir duvar içerisinde hapsedilerek kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Daha sonara koku kapsüllerin kimyasal karakterizasyonu FTIR, parçacık boyutu analizi, optik mikroskop (POM) ve kontrollü salınım hızı ölçülerek yapılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Toluen 2,4-diizosiyanat (TDI), Polivinil alkol (Moviol 3-96) Sigma Aldrich, Polietilen glikol 400 (PEG₄₀₀), Dibütildilaurat (DBDTL) Merck, Portakal kokusu Tokat Cemre Bitkisel Ürünler firmasından tedarik edilerek çalışmada kullanılmıştır.

Yöntem

Tablo 1’ de gösterildiği şekilde yağ ve su fazları elde edildikten sonra ceketli cam reaktörde 300 dev/dk ile 80 °C’ de 2 saat karıştırılarak mikrokapsül üretilmiştir. Üretilen mikrokapsüller %30’luk metanol ile yıkanarak oda sıcaklığında kurutularak FTIR, Parçacık büyüklüğü, Optik mikroskop ve Salınım özellikleri belirlenmiştir.

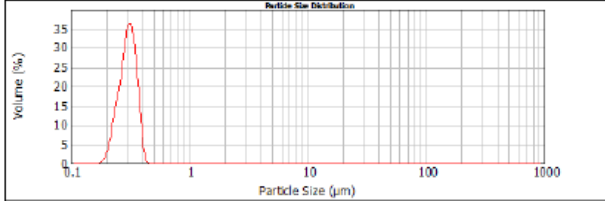
Faz	Koku(mL)	Su(mL)	TDI(mL)	PVA(gr)	PEG ₄₀₀ (mL)	DBDTL(mL)
Yağ	18		6			
Su1		125		2		
Su2		60			20	0.25

Tablo1. Yağ ve su fazlarının yapı ve kimyasal sistemi

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

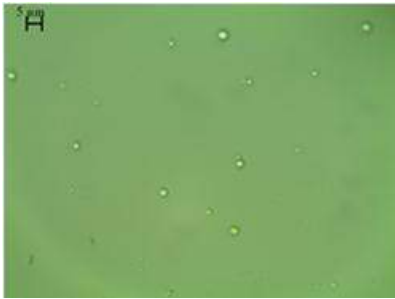
Parçacık Büyüklüğü Sonucu: Parçacık büyüklüğü analizleri (Malvern Marka MS200E MODEL) ile belirlenmiştir. Parçacık boyutu ölçümü öncesinde mikrokapsüller su ve yüzey aktif madde (Triton- X 100, 2-3 damla) ile homejenizatör ile 10000 dev/dk hızda 15 dk karıştırılmış ve homojen mikrokapsül dispersiyonu elde edilmesi amaçlanmıştır.

Ortalama parçacık büyüklüğü 0.307 μm olarak bulunmuş olup, mikrokapsüllerin parçacık boyutu 0.238 μm ile 0.374 μm arasında değişmektedir. Parçacık büyüklüğü dağılımı Şekil 2’ de gösterilmiştir.



Şekil 2. Parçacık büyüklüğü sonucu

Optik Mikroskop Sonucu: Üretilen mikrokapsüller Leica marka optik mikroskop altında 100 kat büyütülerek yapı ve dağılımları incelenerek Şekil 3’ de gösterilmiştir.

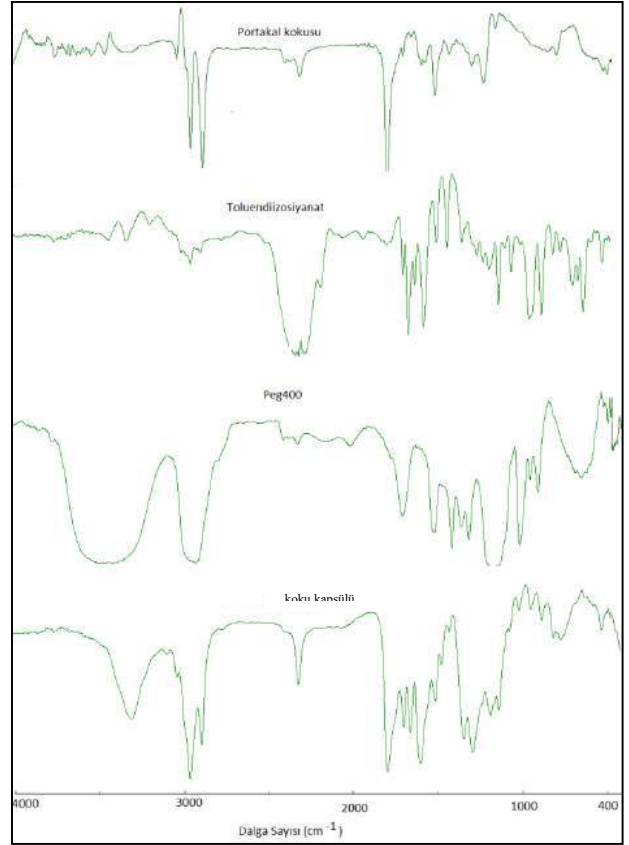


Şekil 3. Polarize optik mikroskop görüntüsü

Üretilen kapsüllerin parçacık büyüklüğü analizinde 0-1 μm arasında olduğu tespit edilerek nano boyutta olduğu gözlemlenmiştir, bu yüzden optik mikroskopta 1 μm ’a yakın olan kapsüller görüntülenebilirken, 1 μm ’ dan küçük kapsüller zor görüntülenebilmiştir. Kapsüllerin nano boyutta üretilmesinden dolayı yüzey alanı genişleyerek daha fazla sayıda kapsül üretimi gerçekleştirilerek koku salınım etki ve süresi uzatılmıştır.

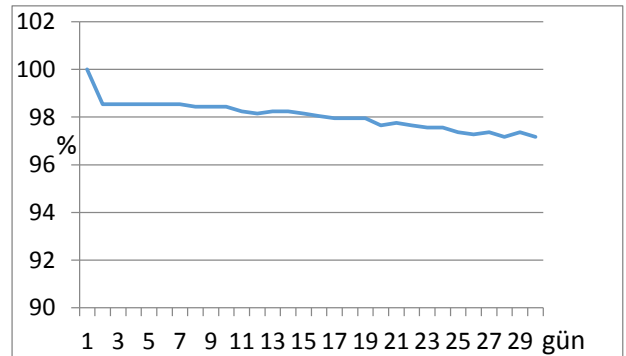
FTIR Sonucu: FTIR spektroskopisi ile kimyasal yapı analizinde mikrokapsüller, mikrokapsül üretiminde kullanılan duvar ve çekirdek maddelere ait spektrumlar incelenmiş ve mikrokapsül yapısında koku ve duvar polimerinin mevcut olup olmadığı araştırılmıştır.

PEG₄₀₀’e ait -OH gerilme pikleri 3300 ile 3600 cm^{-1} arasında, -CH gerilme pikleri 3000 cm^{-1} civarında görülmüştür, koku maddesine ait -OH gerilme pikleri belirgin değil iken -CH gerilme pikleri 2900-3000 cm^{-1} arasında görülmektedir. Toluendiizosiyanat ait -CH gerime pikleri yaklaşık 3000 cm^{-1} civarındadır. Üretilen mikrokapsülde 3300 cm^{-1} civarında -NH pikleri görülmektedir. -C=C pikleri 1525 cm^{-1} de, -C=O pikleri yaklaşık 1700 cm^{-1} de görülmektedir. -NH, -C=O ve -C=C pikleri poliüretan duvarın koku çekirdek maddesini kapsülleyerek oluştuğunu göstermektedir.



Şekil 4. FTIR analiz sonucu

Kontrollü Salınım Sonucu: Üretilen koku kapsülleri petri kabına konularak hassas terazide 24 saatte bir 30 gün boyunca ağırlık ölçümü yapılmış ve koku maddesinin kapsül duvarından uzaklaşarak ortama koku salması ağırlık kaybı ile araştırılmıştır. İlk gün tartım sonucu 10.25 gr, son gün tartım sonucu 9.96 gr olarak kaydedilmiştir. Üretilen kapsülüne ait 30 gün boyunca ağırlık tartım sonuçlarının yüzdesel değişimi Şekil 5’ de gösterilmiştir.



Şekil 5. Kontrollü salınımın yüzdesel değişimi

Şekil 5’te koku kapsülünün 30 gün boyunca düzenli olarak koku salınımı yaparak ağırlığının % 3’ünü kaybettiği görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR

Koku maddesini TDI-PEG₄₀₀ etkileşimi ile poliüretan kabuk ile kapsülleyerek tekstil malzemelerinde kullanılmak üzere mikro-nano boyutta kapsül üretimi gerçekleştirilmiştir. Kapsüllerin parçacık boyutu analizlerinde nano boyutta olduğu ve zamana bağlı olarak kontrollü salınım ile koku maddesinin kapsülden uzaklaşarak ortama koku verdiği görülmüştür.

Çalışmanın ilerleyen dönemlerinde farklı diizosiyanatların kapsül üretimindeki etkinlikleri araştırılacaktır.

KAYNAKLAR

[1] Nelson, G. 2002. “Application of microencapsulation in textiles”, International Journal of Pharmaceutics, 242(1) 55-62.

[2] Aydın, N. Öztürk, G. Karaboyacı, M. Alay, S. 2011. “Koku İçeren Mikrokapsül Uygulanmış Akrilik El Örgüsü İpliklerden Örülen Kumaşların Karakterizasyonu”, Journal of Natural and Applied Sciences, 15-(1), 67-74

[3] Rodrigues, S.N. Fernandes, I. Martins, I.M. Mata, V.G. Barreiro, F. Rodrigues, A. E. 2008. “Microencapsulation of Limonene for Textile Application”, Industrial & Engineering Chemistry Research, 47, 4142–4147.

[4] Leckerg, S. Milo, C. Reineccius, G. A. 2009. “Effects of cross-linking, capsule wall thickness, and compound hydrophobicity on aroma release from complex coacervate microcapsules”, J. Agric. Food Chem., 57, 1426–1432.

[5] Puslar, j. Stefanec, D. Vrhunec, A. 2015. “Using Chian Extenders to Modify Release Rates of Orange Oil from Poly(Urea-urethane) Microcapsules”, Acta Chimica. Slovenica. 62(3), 700-708

Effects of CNT and Nano-SiO₂ on the Flammability of Ammonium Polyphosphate-based Flame Retardant/Polypropylene System

KOCA, Ayfer Irem¹, ÜREYEN, Mustafa Erdem^{2,3}, YÜKSEL, Gamze¹

¹ Anadolu University, Graduate School of Sciences, Department of Advanced Technologies, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey

² Anadolu University, Faculty of Architecture and Design, Fashion and Textile Design Department, Yunusre Campus, Eskişehir, 26473, Turkey

³ Anadolu University, Civil Aviation Research Center, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey

airemkoca@gmail.com

AIM

The present study aims at investigating the effect of multi-walled carbon nanotubes (MW-CNT) and nano silica particles on fire behaviour of ammonium polyphosphate-based intumescent flame retardant(IFR)/polypropylene (PP) system by using limit oxygen index test and thermal analysis.

INTRODUCTION

Polypropylene (PP) is one of the most widely used polymers in industrial fields such as textile, automotive, packaging, and cable thanks to its superior mechanical properties, low cost, easy processing and chemical stability¹. However, PP is highly flammable due to its aliphatic hydrocarbon structure². As the use of halogen-containing flame retardants is being restricted because of their hazardous effect on health and environments. Therefore demands for halogen-free flame retardants are increasing^{3,4}. Ammonium polyphosphate (APP) is a very commonly used halogen-free flame retardant in PP, however, high levels of loading of APP are generally needed to achieve a reasonable flame retardancy which limits the applicability of polypropylene in some fields like fibre spinning². Incorporating synergist additives into the system can reduce the APP concentration. Nanoparticles can be a good candidate as a synergist for the APP/PP combination.

Layered silicates and carbon nanotubes have been used to enhance the flame retardancy properties of halogen-free compounds⁶⁻⁷. CNTs are fascinated class of nanoparticles which act as a carbon source,

forming a heat shield over the polymer layer. It has the protective layer with a continuous network structure that promotes the flame retardancy of the polymer composites. Kashiwagi et al. (2002) revealed that MW-CNT enhance the thermal stability of PP and significantly reduce the heat release rate of PP⁵. On the other hand, Shahvazian & Seyedmir (2012) found that MW-CNTs interfere with thermal stabilization and flame retardation efficiency of both APP/PER and red phosphorus flame retardant systems in the PP⁹.

Erdem et. al. (2009) showed that the LOI of PP filaments have increased gradually in the presence of SiO₂ nanoparticles¹⁰. Li et al. (2013) found that SiO₂ had a synergistic effect on the PP/APP/PER system, with an optimum addition at 3.5 wt.%. It improved the flame retardant properties of the PP/APP/PER system and the strength of the char layer¹¹.

In this study, carbon nanotube and silica nanomaterials were added to PP/APP blends in different ratios. The effect of nanoparticles on the thermal stability and flame retardancy of PP/APP containing systems were investigated. The maximum total content of formulations was set to 10 wt% to check their availability for polypropylene fibre spinning in the future work.

EXPERIMENTAL

Materials

APP-based IFR (Exolit AP 760) was obtained from Clariant Plastics and Coatings AG, Germany. Isotactic polypropylene with a melt flow index (MFI) of 35 g/10 min (230°C, 2.16 kg) was used. Nano silica powder (particle size 60 nm) was kindly supplied by Evonik. Multi-walled carbon nanotubes (MW-CNT) were purchased from Grafen Co., Turkey. All the materials were used directly without further purification.

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

Sample ID	PP wt%	APP wt%	CNT wt%	SiO ₂ wt%	LOI %
Reference PP	100	-	-	-	19
PP/APP	92	8	-	-	22.3
PP/APP/CNT	90	8	2	-	20.9
PP/APP/SiO ₂	90	8	-	2	21.4

Methods

Samples were compounded by a twin-screw micro compounder operated at 180°C and moulded by injection (DSM Xplore, The Netherlands). The total content of APP based IFR was kept constant (8 wt%) and 2 wt% other fillers were added to the system (Table 1).

The limiting oxygen index (LOI) values were measured by LOI test device (Concept Equipment, United Kingdom) according to ASTM D 2863. Thermal analyses were carried out on a thermal analyser (Q600 SDT, TA Instruments, USA). Samples were heated in alumina pans from ambient temperature to 800 °C at a heating rate of 10 °C/min under nitrogen.

RESULTS AND DISCUSSION

The LOI value of neat PP (19%) increased to 22.3% by the addition of 8 wt% APP. However, the addition of 2% silica and 2% CNT to the PP/APP blend reduced the LOI down to 21.4 and 20.9, respectively. The addition of both MW-CNT and silica to the system had a negative impact on the LOI values.

Table 2. TGA results of the samples.

Sample ID	T _{10%}	T _{50%}	Residue @ 500°C (%)	Residue @ 700°C (%)
Reference PP	418.2	445.6	0.4421	0.4249
PP/APP	425.5	458.3	3.708	3.102
PP/APP/CNT	436.4	462.4	4.511	4.085
PP/APP/SiO ₂	428.7	458.5	5.288	4.880

TGA curves revealed that a single stage decomposition had occurred for all samples initiated above 350 °C (Figure 1). The addition of CNT to the intumescent PP system (PP/APP) changed the onset temperature of decomposition slightly while the addition of silica did not cause a notable effect on it. Results of the mass loss temperatures at 10 wt% and 50 wt% showed that all the flame retardant additives increase the initial degradation temperature. The residual masses at 500 and 700 °C were also increased with the addition of flame retardant additives and the highest residual mass was obtained for PP/APP/SiO₂ composition (Table 2).

The highest rate of decomposition was attained by PP/APP/SiO₂ at 462.90 °C while the lowest rate of decomposition was observed for PP/APP at 463.28 °C (Figure 2). Thermal transitions of reference PP and PP-IFR samples were recorded by DSC analysis (Figure 3). Reference PP showed a maximum of weight loss at 461 °C. When other flame retardants were added to PP, maximum of weight loss was shifted to slightly higher temperatures as seen in Figure 2. The maximum shift was observed in PP/APP/CNT samples and maximum of weight loss was obtained at 470 °C.

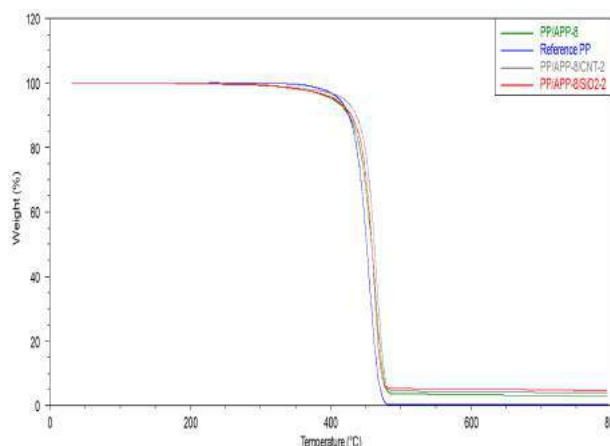


Figure 1. TG results of the samples.

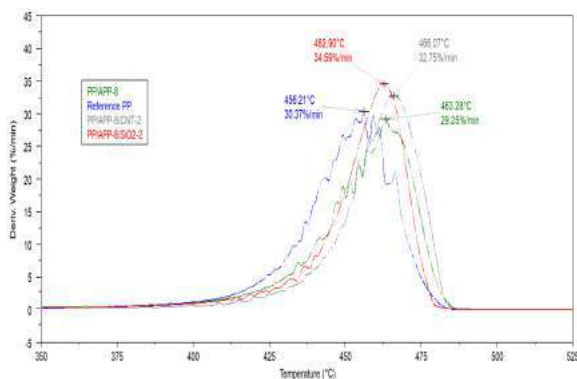


Figure 2. DTG results of the sample.

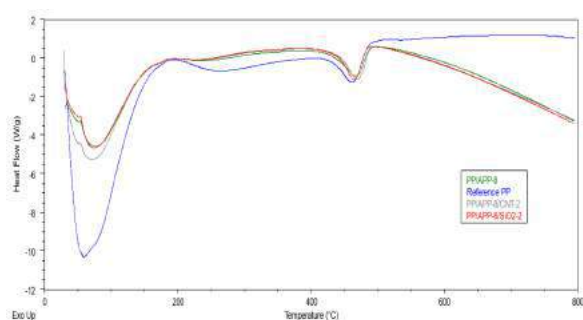


Figure 3. DSC results of the sample.

CONCLUSIONS

When MW-CNTs and silica added to PP/APP system, the antagonistic effect was found and LOI of the PP/APP system (8 wt%), was decreased. TGA results showed that addition of CNT and silica nanoparticles containing samples is lower than the PP/APP composition.

The addition of the flame retardant additives increased the onset temperature of decomposition compared to Reference PP. The residual masses were also increased with the content of the flame retardant additives.

FUTURE WORK

MW-CNT and silica will be added to the system in different ratios. Pyrolysis mechanism will be evaluated by using Micro Combustion Calorimetry and Cone Calorimetry. The dispersion of additives in polypropylene matrix will also be analysed by scanning electron microscopy. Finally, availability of the compositions for fibre spinning will be investigated.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was supported by Anadolu University Scientific Research Projects Commission under grant no. 1404E292.

REFERENCES

1. Kissel, W. J., Han, J. H., & Meyer, J. (2003). Polypropylene: Structure, Properties, Manufacturing Processes, and Applications. Handbook of Polypropylene and Polypropylene Composites. New York, NY: Marcel Dekker, Inc, 2003., 11-34.
2. Zhang, S., & Horrocks, A. R. (2003). A review of flame retardant polypropylene fibres. Progress in Polymer Science, 28(11), 1517-1538.
3. Chiang, W. Y., & Hu, H. C. H. (2001). Phosphate containing flame retardant polymers with good compatibility to polypropylene. II. Effect of the flame retardant polymers on polypropylene. Journal of applied polymer science, 82(10), 2399-2403.
4. Lu, S. Y., & Hamerton, I. (2002). Recent developments in the chemistry of halogen-free flame retardant polymers. Progress in polymer science, 27(8), 1661-1712.
5. Kashiwagi, T., Grulke, E., Hilding, J., Harris, R., Awad, W., & Douglas, J. (2002). Thermal degradation and flammability properties of poly (propylene)/carbon nanotube composites. Macromolecular rapid communications, 23(13), 1761-1765.
6. Beyer, G. (2006). Flame retardancy of nanocomposites based on organoclays and carbon nanotubes with aluminium trihydrate. Polymers for advanced technologies, 17(4), 218-225.
7. Scharrel, B., Knoll, U., Hartwig, A., & Pütz, D. (2006). Phosphonium-modified layered silicate epoxy resins nanocomposites and their combinations with ATH and organo-phosphorus fire retardants. Polymers for advanced technologies, 17(4), 281-293.
8. Wu, Z., Xue, M., Wang, H., Tian, X., Ding, X., Zheng, K., & Cui, P. (2013). Electrical and flame-retardant properties of carbon nanotube/poly (ethylene terephthalate) composites containing bisphenol A bis (diphenyl phosphate). Polymer, 54(13), 3334-3340.
9. Shahvazian, M., & Seyedmir, M. R. (2012). Effects of MWNTs on Flame Retardation and Thermal Stabilization Performance of Phosphorus-containing Flame Retardants in Polypropylene. Orient. J. Chem., 28, 1631-1637.
10. Erdem, N., Cireli, A. A., & Erdogan, U. H. (2009). Flame retardancy behaviors and structural properties of polypropylene/nano-SiO₂ composite textile filaments. Journal of applied polymer science, 111(4), 2085-2091.
11. Li, N., Xia, Y., Mao, Z., Wang, L., Guan, Y., & Zheng, A. (2013). Synergistic Effect of SiO₂ on Intumescent Flame-retardant Polypropylene. Polymers & Polymer Composites, 21(7), 111-118.

Karbon Fiber/Epoksi Kompozitlerin Kırılma Tokluğunun Aramid Dokusuz Kumaşlar Kullanılarak Arttırılması

BEYLERGİL^{a, b}, Bertan, TANOĞLU^c, Metin

^aTümleştirilmiş Üretim Merkezi, Sabancı Üniversitesi, İstanbul Teknolojileri Araştırma ve Uygulama

^bKompozit Teknolojileri Mükemmeliyet Merkezi, Sabancı Üniversitesi-Kordsa, İstanbul

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

AMAÇLAR

Bu çalışmada, dokusuz mikrofiber aramid kumaşlar, karbon fiber/epoksi kompozitlerin kırılma tokluğunu arttırmak amacıyla laminalararası bölgeye yerleştirilmiştir. Referans ve nanotakviyeli kompozit numunelere Charpy-darbe, arayüzey kayma (ILSS) ve Mod-I kırılma tokluğu testleri yapılmıştır.

GİRİŞ

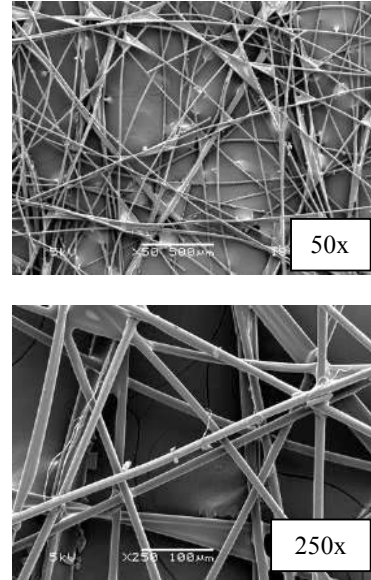
Karbon fiber takviyeli polimer matriksli kompozitler, yüksek ağırlık/rijitlik oranı, korozyon dayanımı ve yorulma özellikleri nedeniyle mühendislik uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Delaminasyon, fiber takviyeli kompozitlerde en yaygın görülen hasar modudur ve yapıda herhangi bir hasar belirtisi göstermeksizin ani bir şekilde gerçekleşir. Bu hasar modu, kompozitin düzlem-içi mukavemetini azaltmakta ve erken yapısal hasarlara sebep olmaktadır. Ayrıca delaminasyon kompozitin çevresel etkilere olan hassasiyetini ve kontaminasyon riskini arttırmaktadır. Bilim insanları, fiber takviyeli kompozitlerin delaminasyon direncini arttırmak amacıyla çeşitli yöntemler geliştirmişlerdir. Bu yöntemleri iki gruba ayırmak mümkündür; (i) mekanik yaklaşım, (ii) malzeme yaklaşımı. Mekanik yöntemlerden z-pimler ve dikişleme (stitching) yüksek delaminasyon direnci sağlasa da, iç yapıda oluşturdukları hasarlar nedeniyle kompozitin düzlem-içi mukavemet değerlerini ve yorulma performansını önemli derecede düşürmektedir. Malzeme yaklaşımında ise, reçine çeşitli nanokatıkların ilavesiyle toklaştırılmaktadır. Ancak bu yöntemde reçinenin viskozitesi önemli ölçüde artmakta bu da infüzyon uygulamalarında sorun yaratmaktadır. Ayrıca, nanokatıkların kompozit içinde homojen dağılımı filtrasyon etkisi vb. sebeplerle mümkün olamamaktadır. Son yıllarda, tabakalar arasında dokusuz kumaşların kullanılması kırılma tokluğunun iyileştirilmesinde alternatif çözüm yöntemi olarak görülmektedir. Literatürde, karbon¹, poliamid (PA)², Polieter eter keton (PEEK)³ gibi çeşitli dokusuz

kumaşların kullanılması kırılma tokluğunda önemli iyileştirmeler sağlamıştır. Aramid dokusuz kumaşlar ile takviyelendirilmiş kompozitler ile ilgili oldukça az sayıda çalışma bulunmaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada, birincil takviye elemanı olarak tek yönlü karbon fiber kumaşlar (350 g/m²) Kordsa-Global, Turkey tarafından tedarik edilmiştir. İkincil takviye elemanı olarak kullanılan dokusuz aramid kumaşlar (8.5 g/m²) ACP Composites, USA firmasından temin edilmiştir.



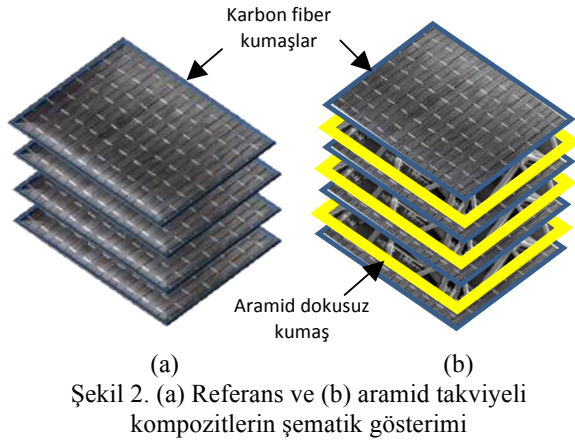
Şekil 1. Aramid dokusuz kumaşların SEM görüntüleri

Şekil 1’de dokusuz kumaşların SEM görüntüleri verilmiştir. Ortalama fiber çapı 15.36±3.67 µm olarak

belirlenmiştir. Epoksi reçine olarak Momenitive™ H160/L160 sistemi kullanılmıştır.

Kompozit deney numunelerinin üretimi

Referans ve aramid takviyeli karbon fiber/epoksi kompozitler $[0]_4$ fiber dizilimde vakum infüzyon yöntemiyle üretilmiştir. Şekil 2’de üretilen kompozitlerin şematik gösterimi verilmiştir. Reçine enjeksiyonundan önce Charpy darbe ve arayüzey kayma gerilmesi test numuneleri için her karbon fiber arasına aramid kumaşlar yerleştirilmiştir. Mod-I kırılma testleri için sadece ikinci ve üçüncü kompozit katmanlar arasına aramid kumaşlar yerleştirilmiştir. Üretilen plakaların kalınlıkları ve Arşimet presibiyle belirlenmiş karbon fiber hacim oranları (V_f) Tablo 1’de gösterilmiştir.



Tablo 1. Üretilen kompozit plakaların karbon fiber hacim oranları ve kalınlıkları

Plaka	Kalınlık (mm)	Karbon fiber hacim oranı (V_f , %)
Referans	1.25	55
Aramid takviyeli	1.44	49

Mekanik testler

Bu çalışmada, üretilen kompozit plakalardan hazırlanan referans ve aramid takviyeli kompozit numunelere Charpy-darbe, ara yüzey kayma (ILSS) ve Mod-I kırılma tokluğu testleri ISO-179 ve ilgili ASTM standartlarına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Her deney en az 5 kez tekrar edilmiş ve ortalama değerler standart sapma değerleri ile birlikte verilmiştir. Çentikli darbe deneylerinde 10 x 80 mm deney numuneleri 15 Joule’lük çekiç yardımıyla 3.46 m/s hızda darbe yüküne maruz bırakılmıştır. Charpy darbe mukavemeti, deneyden elde edilen enerji değerinin (J), çentik dibi kesit alanına bölünmesiyle elde edilmiştir. ILSS testlerinde ise span uzunluğu 10 mm olarak belirlenmiş, bu

numunelere üç nokta eğme testleri gerçekleştirilmiştir. Mod-I kırılma tokluğu (G_{Ic}) değerleri aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır [4].

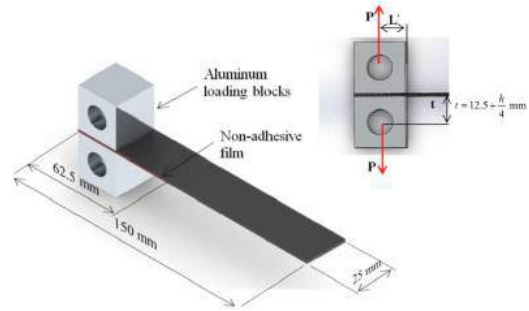
$$G_I = \frac{F}{N} \frac{3P\delta}{2b(a+|\Delta|)} \quad (1)$$

Burada P: uygulanan yük (N), δ : deplasman (mm), b: numune genişliği (mm), a: çatlak ilerleme miktarı (mm) ve Δ : düzeltme faktörüdür. (1) denklemindeki F ve N düzeltme faktörleri ise aşağıda verilen denklemler kullanılarak bulunmuştur [4].

$$F = 1 - \left(\frac{3}{10} \right) \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 - \left(\frac{3}{2} \right) \left(\frac{\delta t}{a^2} \right) \quad (2)$$

$$N = 1 - \left(\frac{L'}{a} \right)^3 - \left(\frac{9}{8} \right) \left[1 - \left(\frac{L'}{a} \right)^2 \right] \left(\frac{\delta t}{a^2} \right) - \frac{9}{35} \left(\frac{\delta}{a} \right)^2 \quad (3)$$

(2) ve (3) denklemlerindeki L' ve t ise Şekil 3’de gösterilmiştir.



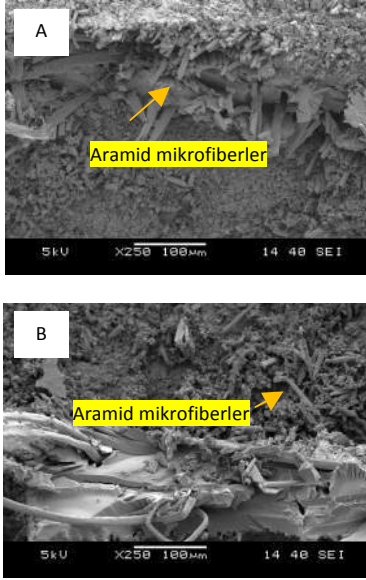
Şekil 3. DCB test numunesinin şematik gösterimi

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Tablo 2’de referans ve aramid takviyeli kompozitlerin Charpy-darbe ve ara yüzey kayma test sonuçları gösterilmiştir. Referans ve aramid takviyeli kompozit numunelerin darbe mukavemet değerleri sırasıyla 79 ve 92 MPa olarak belirlenmiştir. Arayüzeyde aramid dokusuz kumaşların kullanılmasıyla darbe mukavemeti yaklaşık %17 oranında artmıştır. Aramid takviyesinden sonra kompozit numunenin kalınlığı %16 civarında arttığı düşünüldürse, aramid mikrofiberlerin önemli derecede darbe enerjisini soğurduğu görülmektedir.

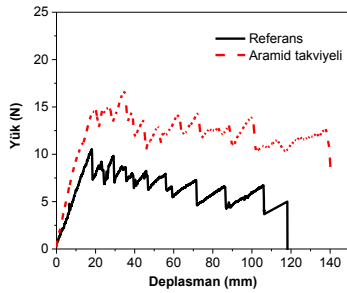
Tablo 2. Charpy-darbe ve ILSS test sonuçları

Numune	Charpy darbe dayanımı (kJ/m^2)	ILSS (MPa)
Referans	79.0±5.5	58.6± 2.9
Aramid takviyeli	92.0 ±6.6	64.4±1.3



Şekil 4. Darbe sonrası kırılma yüzeylerinin SEM görüntüleri

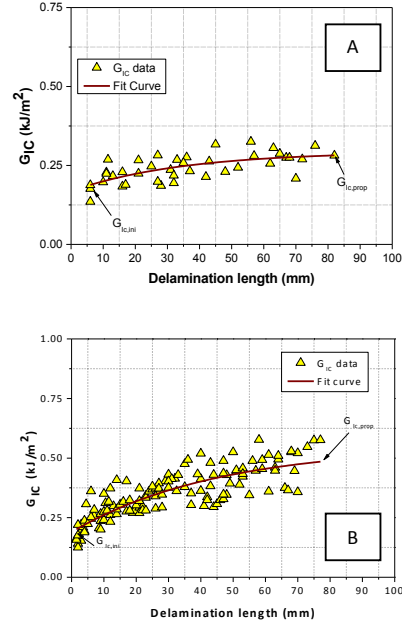
Aramid takviyeli deney numunelerinin darbe sonrası SEM resimleri Şekil 4’de gösterilmiştir. Darbe sonrası deformasyona uğramış aramid mikrofiberler görülmektedir. Referans ve aramid takviyeli kompozit numunelerin arayüzey kayma mukavemet değerleri sırasıyla 58.6 ve 64.4 MPa olarak bulunmuştur. Arayüzeyde aramid mikrofiberlerin kullanılması kayma mukavemetinde %10 civarında bir artış sağlamıştır.



Şekil 5. Mod-I kırılma tokluğu testi yük-deplasman grafikleri

Şekil 5’de referans ve aramid takviyeli kompozitlerin Mod-I yük-deplasman grafikleri gösterilmiştir. Ortalama maksimum yük değeri referans ve aramid takviyeli kompozitler için sırasıyla 11.8 ve 13.7 N’dur. Ortalama maksimum deplasman değeri referans ve aramid takviyeli kompozitler için sırasıyla 121 ve 131 mm’dir. Aramid takviyeli deney numunelerinde referans numunelere kıyasla yük ve deplasman değerleri artış göstermiştir. Şekil 6’da Mod-I kırılma tokluğu ile çatlak uzunluğu değişimi grafikleri (R eğrileri) gösterilmiştir. Referans numuneler için çatlak başlangıç ($G_{IC, ini}$) ve çatlak ilerleme kırılma tokluğu ($G_{IC, prop}$) değerleri 0.188 ve

0.282 kJ/m² olarak belirlenmiştir. Aramid takviyeli numunelerde çatlak başlangıç ve çatlak ilerleme kırılma tokluğu değerleri 0.201 ve 0.485 kJ/m² olarak belirlenmiştir. Buna göre, aramid mikrofiberlerin çatlak ilerleme kırılma tokluğu değerini ($G_{IC, prop}$) %72 oranında arttırdığı görülmüştür.



Şekil 6. (a) Referans ve (b) aramid takviyeli kompozitlerin R eğrileri

GENEL SONUÇLAR

Referans kompozitlere göre, arayüzeyde aramid dokusuz kumaşların kullanılması, darbe, arayüzey kayma ve Mod-I kırılma tokluğu değerlerini sırasıyla %17, %10 ve %72 artış sağlamıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmanın devamında, aramid takviyesinden sonra karbon fiber hacim oranındaki düşüşün azaltılması için konsolidasyonu üzerine çalışmalar yapılacaktır.

KAYNAKLAR

1. Lee S-H, Noguchi H. Kim Y-B, et al. Effect of interleaved non-wovencarbon tissue on interlaminar fracture toughness of laminated composites: Part I - Mode I”, J Compos Mater 2002; 36: 2153-2168.
2. Saz-Orozco BD, Ray D., Stanley WF. Effect of thermoplastic veils on interlaminar fracture Toughness of a Glass Fiber/Vinyl Ester Composite. Polym Compos 2015; doi:10.1002/pc.23840.
3. Zhang J., Yang T., Lin T. ve Wang C.H. Phase morphology of nanofibre interlayers: Critical factor for toughening carbon/epoxy composites, Compos Sci Tech, 2012; 72(2), 256-262.
4. ASTM D5528.(2007-e3).

Başlatıcılı Kimyasal Buhar Biriktirme (iCVD) Tekniği ile Tekstil Yüzeylerin Süper Hidrofobik Modifikasyonu

ŞİMŞEK Büşra¹, KARAMAN Mustafa^{1,2}

¹Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Nanoteknoloji ve İleri Malzemeler, KONYA

²Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, KONYA

busshhrasmk@gmail.com

AMAÇLAR

Her alanda olduğu gibi tekstilde de büyük yenilikler yaratan nanoteknoloji geleneksel yöntemlere göre daha fazla avantaj sağlamaktadır. Sağladığı bu avantaj doğrultusunda tekstil yüzeyi iki adımlı (ıslak ve kuru proses kombinasyonu) bir yöntemle nano boyutta kaplanarak kir itici ve su geçirmez olarak modifiye edilmesi amaçlanmıştır.

1. Aşamada kumaş yüzeyi silikon dioksit (SiO₂) nanopartikülleriyle kaplanıp yüzey pürüzlülüğü artırılmıştır. Kumaş yüzeyini oluşturan tekstil liflerinde mikropürüzlülük oluşturmak için tekstil yüzeyi SiO₂ nanopartikülleriyle kaplanmıştır. 2. Aşamada başlatıcılı kimyasal buhar biriktirme (iCVD) yöntemi ile yüzeyi SiO₂ nanopartikülleriyle modifiye edilmiş kumaş yüzeyine düşük yüzey enerjili hekzaflorobütil akrilat (HFBA) kaplanmıştır. iCVD yönteminde başlatıcı olarak tert-bütil peroksit (TBPO) kullanılmıştır. Kaplama sonrası karakterizasyon işlemi ile yüzeylerin kimyasal ve morfolojik yapıları açığa çıkarılmıştır. Yüzeylerin kimyasal yapılarını açıklamak için Fourier Dönüşümü Kızılötesi Spektroskopi (FTIR); yüzey atom konsantrasyonlarını ve bağ oranlarını incelemek için X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS); kaplama öncesi ve sonrası kumaşın morfolojik yapısını incelemek için Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Ayrıca SiO₂ nanopartikül boyutu Geçirmeli Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir. Ayrıca çalışmanın son aşamasında ise modifiye edilmiş kumaş yüzeyi üzerinden su temas açısı analizleri yapılmıştır.

GİRİŞ

Gelişen teknolojiyle birlikte malzemelere mühendislik alanında yeni özellikler farklı yöntemlerle uygulanmaya başlamıştır. Günlük hayatta dâhil hayatın her alanında kullanılan tekstil malzemelerine fonksiyonellik katmak ilgi çeken konulardan birisi olmuştur. Bunları birbirinden ayıran tek özellik ise kullanılan yöntemlerin farklılığıdır.

Kimyasal buhar biriktirme (CVD), polimer ince filmler üretmek için kuru bir alternatiftir. Kompleks geometrilere sahip olan yüzeyler, yüksek derecede homojen bir şekilde CVD ile kaplanabilir.

Başlatıcılı kimyasal buhar biriktirme (iCVD) tekniği, CVD teknikleri arasında termal (veya klasik) CVD tekniğine girer². iCVD’ de dirençle ısıtılan filamentler reaksiyon için gereken enerjiyi sağlar^{1,3}. Polimerizasyon mekanizmasının serbest radikal polimerizasyonu olduğu ispatlanmıştır. Ve bir başlatıcının kullanılması polimerizasyonun çok düşük filament sıcaklıklarında gerçekleştirilmesine izin verir⁴. iCVD yönteminde substrat, film büyümesi için türlerin adsorpsiyonunu teşvik etmek üzere soğutulmaktadır. Bu nedenle kaplanacak alt tabaka, alt tabakaların kimyasal ve/veya fiziksel özelliklerini değiştirebilen yüksek sıcaklık, plazma veya ışık kaynaklarından uzak kalmaktadır. Birikim reaksiyonları, kendiliğinden monomerin parçalanma sıcaklığından düşük filament sıcaklıklarında meydana geldiğinden, monomerlerin fonksiyonel gruplarının çok yüksek seviyede kalıcılıkları gözlemlenmiştir^{5,6}.

Bundan dolayı iCVD tekniği avantajlı bir yöntemdir. Ayrıca yüzeye herhangi bir zarar vermez ve konformal bir süreçtir. Bu yüzden gözenekli tekstil materyallerinde gözenekleri tıkamadan kaplama yapılabilir.

Süperhidrofobik tekstiller, son zamanlarda, basit imalatı, hammaddelerin kolay bulunması, endüstriyel tekniklerle elde edilen süperhidrofobik yüzeylerin büyük ölçekli üretimi ve bu alanların çeşitli alanlarda olası uygulamaları nedeniyle çok dikkat çekmiştir. Tekstillerin süperhidrofobikliği sadece çeşitli sıvılardan korumamakla kalmaz aynı zamanda liflerin bozulmasına neden olan ıslanmasının önlenmesi nedeniyle kumaşların ömrünü uzatır⁸.

DENEYSEL

Malzeme

Polimerik nano kaplamalar için özel tasarlanmış iCVD reaktörü kullanılmıştır. Sırasıyla monomer ve başlatıcı olarak HFBA (Hekzafloro bütil akrilat) ve TBPO (Di-tert bütil peroksit) kullanılmıştır. Silikon di oksit sentezi sol-jel yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Burada başlatıcı olarak tetraetil orto silikat (TEOS), alkol olarak etil alkol ve katalizör olarak amonyum hidroksit (NH₄OH) kullanılmıştır.

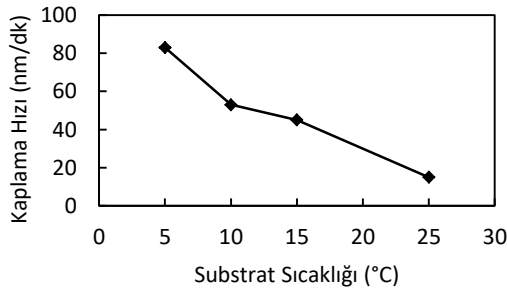
Yöntem

HFBA ince filmleri başlatıcı (Di-tert bütıl peroksit (TBPO)) eşliğinde polyester (PET) çözgü örme kumaş (117 gr/m²), silikon wafer ve alüminyum kaplı cam üzerine biriktirilmiştir. HFBA'nın oda sıcaklığında ki buhar basıncı yüksek olduğundan (25 °C' de 3.5 torr) sisteme oda sıcaklığında beslenmiştir. Reaktör basıncı sabit tutulmuştur. Filament sıcaklığı, substrat sıcaklığı, monomer ve başlatıcı akış oranları bağımsız parametre olarak seçilmiştir.

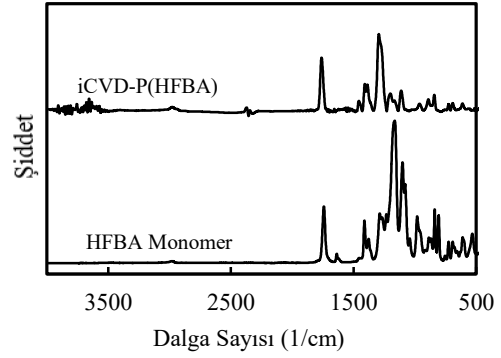
Süperhidrofobik yüzey elde etmek için gereken diğer bir etken yüzey pürüzlülüğünü artırmaktır. Bu nedenle silika parçacıkları kumaş ile muamele edilmiştir. SiO₂ nanoparçacıkları (NPs) modifiye Stöber metoduna göre sentezlenmiştir (Stober and Fink 1968). Tetraetil orto silikat (TEOS), etil alkol ve amonyum hidroksit (NH₄OH) bir saat kuvvetli karıştırırmadan sonra oda sıcaklığında 12 saat yaşlandırılmıştır. Şekillendirilen silika parçacıkları santrifüj edilerek çöktürülmüştür. Elde edilen toz partiküller kumaşla muamele edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

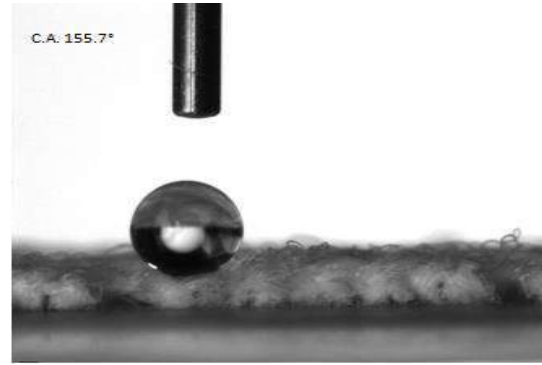
iCVD sisteminde kaplama hızlarını etkileyen en önemli parametreler taban sıcaklığı ve reaktant akış hızları olup, bu parametrelerin kaplama hızlarına etkileri incelenmiştir. Kaplama deneyleri 200 °C filament sıcaklığında gerçekleştirilmiş olup, substrat sıcaklığı arttıkça kaplama hızının azaldığı gözlemlenmiştir. En yüksek kaplama hızı olan 83 nm/dak., 5°C substrat sıcaklığında gözlemlenmiştir. Elde edilen filmlerin kimyasal analizleri FTIR ve XPS teknikleri ile yapılmıştır. Şekil 2. HFBA monomer ve iCVD HFBA karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Kaplama neticesinde elde edilen polimerin fonksiyonel gruplarının korunduğu gözlemlenmiştir. Kaplama sonrası kumaş yüzeyinde statik su temas açısı (Şekil 3.) ölçümlerinde uzun flor zincir gruplarının bu yüksek korunumu nedeniyle su temas açısının 150°'nin üzerinde olduğu gözlemlenmiştir. iCVD HFBA kaplamasından önce ve sonra kumaşların morfolojik yapısı SEM ile incelenmiştir. Ayrıca sentezlenen SiO₂ nanopartiküllerin boyut ve dağılımı TEM ile görüntülenmiştir.



Şekil 1. Farklı sıcaklıklarda kaplama hızının etkisi



Şekil 2. HFBA monomer-iCVD PHFA FTIR analizi



Şekil 3. SiO₂ ve iCVD-PHFBA ile kaplanmış kumaş yüzeyinde su damlacık görüntüsü

GENEL SONUÇLAR

PHFBA ince filmleri iCVD tekniği ile başarılı bir şekilde tekstil yüzeylere biriktirilmiştir. Ayrıca SiO₂ nanopartikülleri ile de liflere çift boyutlu pürüzlülük kazandırılmıştır. Kaplama öncesi ve sonrası kumaş morfolojisi SEM ile incelenip, sonuç kumaşın PHFBA ince film kaplamasından sonra nefes alabilirliği ve yapısı iCVD'nin konformal doğasından dolayı korunduğu izlenmiştir. Silika parçacıkları ile muamele edilmiş kumaşların SEM sonuçlarında çift boyutlu pürüzlülüğün elde edildiği gözlemlenmiş ve silika parçacıkları lif yüzeyinde dağılmaktadır. İnce filmlerin kimyasal analizleri FTIR ve XPS ile incelenerek sonuçta HFBA monomerine ait uzun florlu yan zincirlerin korunduğu görülmüştür.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma süresi boyunca benden bilgilerini ve yardımlarını esirgemeyen, çalışmalarımı yönlendirmemde büyük emeği olan değerli hocam Sn. Doç. Dr. Mustafa Karaman'a, sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 17201038 nolu proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- Baxamusa, S. H. 2008. "Thin Polymer Films with High Step Coverage in Microtrenches by Initiated CVD", Chemical Vapor Deposition, 14(9-10), 313-318.
- Karaman, M. 2012. "Self-supporting superhydrophobic thin polymer sheets that mimic the nature's petal effect", Applied Surface Science, 259, 542-546
- Lau, K. K., Gleason, K. K. 2006. "Initiated Chemical Vapor Deposition (iCVD) of Poly(alkyl acrylates) An Experimental Study", Macromolecules, 39, 3688-3694
- Lau, K. K., Gleason, K. K. 2006. "Initiated Chemical Vapor Deposition (iCVD) of Poly(alkyl acrylates) A Kinetic Model", Macromolecules, 39, 3695-3703.
- Lau, K. K. S., Mao, Y., Pryce Lewis, H. G., Murthy, S. K., Olsen, B. D., Loo, L. S., Gleason, K. K. 2006. "Polymeric nanocoatings by hot-wire chemical vapor deposition (HWCVD)", Thin Solid Films, 501(1-2), 211-215.
- Mao, Y., Gleason, K. K. 2004. "Hot Filament Chemical Vapor Deposition of Poly(glycidyl methacrylate) Thin Films Using tert-Butyl Peroxide as an Initiator", Langmuir, 20, 2484-2488.
- Stober, W., Fink, A. 1968. "Controlled Growth of Monodisperse Silica Spheres in the Micron Size Range", Journal of Colloid and Interface Science, 26, 62-69.
- Xue, C. H. 2011. "Improving superhydrophobic coatings for textiles through chemical modifications", Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health , 320-338.

Doku Mühendisliği ve Fonksiyonel Uygulamalar için Özgün Mimarilere Sahip Fonksiyonel 3D Nanoliflerin Yapısal Özelliklerinin Tayin Edilmesi

SİVRİ, Çağlar¹

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

caglarsivri@sdu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada, Jelatin polimerinden tasarlanan farklı çözelti içerikleriyle doku mühendisliği ve/veya filtrasyon gibi fonksiyonel uygulamalarda kullanılabilecek iki üç boyutlu nanolif yapılarının üretimi ve yapısal özelliklerinin tayini amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Nanolifler akademik alanda çapı ≤ 100 nm olan lifler olarak kabul edilirken, ticari alanda bu 300 nm ve hatta 500 nm'ye kadar genişleyebilmektedir. Yüksek spesifik yüzey alanı, esneklik, birbirine bağlanmış gözenekler, biyo-aktivite, elektro-aktivite gibi özelliklerin yegane kombinasyonu bu lifleri giyimden, havacılık ve uzay yapılarının güçlendirilmesine, filtrasyondan, biyomedikal uygulamalar, enerji depolama, elektronik ve çok fonksiyonlu yapısal kompozitler gibi geniş bir yelpazede tercih edilen bir malzeme haline getirmiştir¹. Nanoliflerin üretiminde günümüzde halen en yaygın olarak kullanılan yöntem elektrostatik lif çekimidir (electrospinning). Geleneksel elektrostatik lif çekim yöntemiyle üretilen nanolifler gerek morfolojik açıdan gerekse fonksiyonel açıdan kısıtlı fonksiyonel özelliklere sahiptir. Bu da bu türden nanoliflerin doku mühendisliği gibi fonksiyonel alanlarda uygulamalarını kısıtlamaktadır. Bu yüzden günümüzde üç boyutlu nanoliflerin üretimi gündeme gelmiş ve çalışmalar bu alanda yoğunlaşmıştır. Üç boyutlu nanolifler doku mühendisliğinde özellikle doğal hücre yapısını ve hücreler arası matriksi (ecm) gerek gözenek, gerekse fonksiyon açısından taklit etme yeteneğine sahiptir. Ayrıca bu lifler, klasik iki boyutlu nanoliflere nazaran farklı gözenek boyutlarında üretilmeye elverişli olduğundan başta doku mühendisliği için oldukça ideal bir yapı teşkil etmektedir². Üç boyutlu nanoliflerin üretimi için tuz kaplamalı üretimden, içbükey biçiminde toplayıcı yardımıyla lif üretimine, öz toplanma (self-assembly) yoluyla üretimden, santifrüj pompası yardımıyla nanolif üretimine kadar çeşitli yöntemler başarılı biçimde uygulanmıştır³⁻⁶.

Bu çalışmada ise bilinen literatürden farklı olarak, ilk defa, elektrostatik lif çekimi için hazırlanan polimer çözeltisi içerisinde organik asit ilavesi ve belirli

parametrelerin kombinasyonu yoluyla üç boyutlu nanolif eldesi gerçekleştirilmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada ilk çözelti daha önceden hazırlanan % 10'luk jelatin polimer çözeltisinin 30 ml'sine 0.03 g maleik asit eklenip 1 saat karıştırılmak suretiyle hazırlanmıştır. Çözeltiye 60 damla Sodyum Hidroksit (NaOH) eklenerek pH derecesi 5 olarak ölçülmüştür. Aynı şekilde 1:1 maleik/tanik asit katkılı, 3:1 maleik/tanik asit katkılı (pH 4 ve pH 5 değerlerinde ayrı ayrı hazırlanmış) jelatin çözeltisi olmak üzere 4 farklı çözelti hazırlanıp 3D nanolif üretimi yapılmış ve ideal parametreler belirlenmiştir.

Yöntem

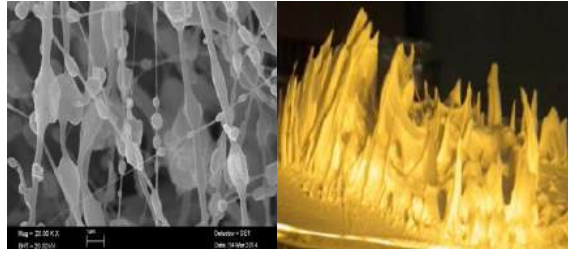
Bu çalışmada polielektrolit özelliği gösteren çözelti kullanılarak elektrostatik lif çekimi yoluyla değişik morfolojilerde 3D nanolif üretimi gerçekleştirilmiş ve liflerin yüzey morfoloji SEM ile karakterize edilmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

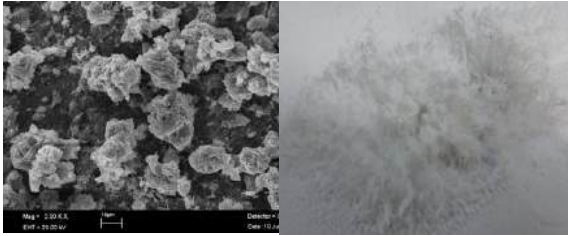
Tüm denemeler dikkate alındığında elektrostatik çekim için en çok uygulanan voltaj değeri 17 kV olmuş ve en ideal üretimler bu güç değerinde gerçekleşebilmiştir. Yine en ideal toplayıcı-iğne ucu arasındaki mesafe 8 cm olarak belirlenmiştir. Büyük hacim/boyutta 3D yapısı için ideal üretim süresi 300 dakika olarak belirlenmiştir. Tek asit katkılı çözelti ile çalışıldığında bu süre 60 dakikaya, iki asit katkısıyla çalışıldığında ise karışım miktarına göre 150 dakika ya da 120 dakika'ya düşebilmektedir. Besleme hızı diğer proses parametrelerine gören çok değişkenlik gösteren parametre olmuştur, bununla beraber genelde 5 mL/saat besleme hızında daha ideal bir 3D nanolif yapısına ulaşılabilmektedir. SEM ve kamera görüntüleri birlikte incelendiğinde (Şekil 1, Şekil 2, Şekil 3), çözeltiye eklenen farklı maleik/tannik asit kombinasyonlarının ve pH derecesinin morfolojiler üzerinde önemli derecede değişikliğe sebep olduğu görülmüştür.



Şekil 1. 17 kV voltaj, 8 cm toplayıcı-iğne ucu mesafesi, 5 ml/saat çözelti besleme hızı, pH 4 değerinde 300 dakikada üretilmiş 3D nanoliflerin SEM ve Kamera görüntüleri (3:1 Maleik/Tanik)



Şekil 2. 17 kV voltaj, 12 cm toplayıcı-iğne ucu mesafesi, 9 ml/saat çözelti besleme hızı, pH 5 değerinde 120 dakikada üretilmiş 3D nanoliflerin SEM ve Kamera görüntüleri (3:1 Maleik/Tanik)



Şekli 3. 17 kV voltaj, 8 cm toplayıcı-iğne ucu mesafesi, 4 ml/saat çözelti besleme hızı, pH 5 değerinde 300 dakikada üretilmiş 3D nanoliflerin SEM ve Kamera görüntüleri (Maleik)

GENEL SONUÇLAR

3D nanolif üretimi için hazırlanan jelatin çözeltilerinde bulunan asetik asit, sodyum hidroksit, maleik asit ve tanik asit gibi maddeler, çözelti içindeki yükleri artırarak çözeltinin iyi derecede elektrolit özelliğine sahip olmasına neden olmuşlardır. Çözelti pH derecesi olarak 3D nanolif yapı özellikleri açısından pH 4 daha ideal olmakla beraber, doku mühendisliği için kullanıldığı takdirde biyo uyumluluk açısından pH derecesi 5 olan çözeltiler tercih edilebilir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Gelecek çalışmalarda, üretilen nanoliflerin doku mühendisliğinde in-vitro uygulamaları ve filtreleme alanında filtrasyon etkinliği özellikleri incelenecektir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma 2966-D-11 No'lu Proje desteğiyle Süleyman Demirel Üniversitesi BAP birimi tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Sivri, Ç., 2014. Elektrostatik Lif Çekimi Ve Elektrostatik Püskürtme Yöntemi İle Özgün Mimari Ve Morfolojilere Sahip Fonksiyonel Nanolif Geliştirilmesi. Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta.
2. Bonino, C.A., Efimenko, K., Jeong, S.I., Krebs, M.D., Alsberg, E., , Khan, S.A. 2012. "Three-Dimensional Electrospun Alginate Nanofiber Mats via Tailored Charge Repulsions", Small, 8(12), 1928–1936.
3. Kim, T., G., Chung, H., J., Park, T. 2008. "Macroporous and Nanofibrous Hyaluronic Acid/Collagen Hybrid Scaffold Fabricated by Concurrent Electrospinning and Deposition/Leaching Of Salt Particles", Acta Biomaterialia, 4(6), 1611–1619.
4. Blakeney, B.A., Tambralli, A., Anderson, J.M., Andukuri, Lim, D.J., Dean, D.R., Jun, H.W. 2011. "Cell Infiltration and Growth in A Low Density, Uncompressed Three-Dimensional Electrospun Nanofibrous Scaffolds. Biomaterials", 32(6), 1583-1590.
5. Sun, B., Long, Y.Z., Yu, F., Li, M.M., Zhang, H.D., Li, W.J., Xu T.X. 2012. "Self-Assembly of A Three-Dimensional Fibrous Polymer Sponge by Electrospinning. Nanoscale", 4(6), 2134-2137.
6. Yousefzadeh, M., Latifi, M., Tehran, M.A., Teo, W.E., Ramakrishna. 2012. "A Note on the 3D Structural Design of Electrospun Nanofibers", Journal of Engineered Fabrics & Fibers, 7(2), 17-23

P(AN-ko-VA) Polimerinin Hidrojen Gazı ve Ni Katalizörü ile İndirgenmesi ile İslanabilirliğinin Arttırılması

ALKAN Cemil^{*1}, KAHRAMAN DÖĞÜŞCÜ Derya¹, ÖNCÜL Ahmet Alper²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 60240 Tokat

²Aksa Akrilik Kimya Sanayii A.Ş. 77040 Yalova

cemil.alkan@gop.edu.tr

AMAC

Bu çalışmada, P(AN-ko-VA) polimerindeki siyano gruplarının bir kısmı Ni katalizörü ve H₂ gazı ile indirgenerek amin gruplarına dönüştürülmüştür. Böylece ıslanabilirliği arttırılmış daha yüksek hidrofiliteye sahip akrilik polimerler üretilmiştir.

GİRİŞ

PAN işlenebilme zorluğu, makro moleküller arasındaki etkin çekim kuvvetleri, zayıf ıslanabilirlik ve boyanabilme yeteneği gibi handikaplarından dolayı PAN lifler saf akrilonitrilden oluşmamaktadır. PAN'ın yüksek camsı geçiş sıcaklığı nedeniyle oda koşullarındaki plastik özellikleri zayıftır. PAN'ın erime noktası 317 °C'dir ve polimerin zincirleri arasındaki moleküller arası güçlü çekim kuvveti belirli çözücülerde çözünürlüğünü kısıtlamaktadır. Komşu C-N grupları arasındaki dipol kuvvetlerinin oluşturduğu yüksek elektrostatik etkileşimler bağ dönmelerini zorlaştırmakta ve daha sıkı zincir oluşumuna neden olmaktadır [1]. PAN'ın camsı geçiş sıcaklığı ile erime noktası arasındaki yüksek fark polimerin endüstriyel uygulamalarını da kısıtlaması PAN liflerin diğer bir dezavantajıdır [2].

PAN homopolimerinin tekstil uygulamalarındaki kısıtlamaları ortadan kaldırmak amacıyla endüstri uygulamalarında AN monomeri akrilik asit, metakrilik asit, metil metakrilat, vinil asetat, 2-vinil pridin, itokonik asit gibi komonomerlerle birlikte polimerleştirilmektedir [3-5]. Polimere eklenen komonomerlerin yapısında polar grupların bulunması life polar özellik kazandırır ve polimer zincirindeki kristal bölgelerin oranını azaltır. Böylelikle akrilik lifin boyanma yeteneği artar, daha esnek bir form kazanır ve bazı çözücülerdeki çözünürlüğü artar.

Bu çalışmada, P(AN-ko-VA) kopolimerinde ıslanabilirliğinin ve boyanabilirliğinin arttırılması için polimer zincirindeki C≡N gruplarının bir kısmı kontrollü şekilde Ni katalizörü ve H₂ gazı ile indirgenerek amin gruplarına dönüştürülmüştür.

DENEYSEL

Malzeme

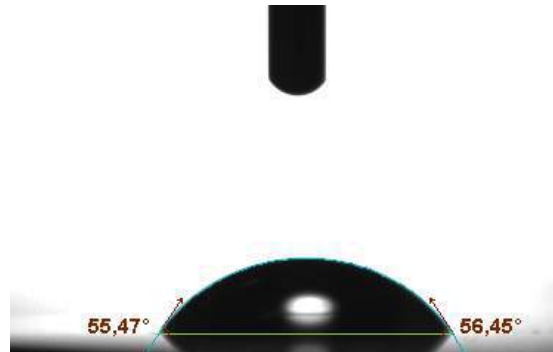
Çalışmada akrilonitril (AN), vinil asetat (VA) monomerleri, amonyum persülfat (APS), sodyum metabisülfat (MBS), demir sülfat hepta hidrat redoks başlatıcıları kullanılmıştır.

Yöntem

P(AN-ko-VA) kopolimerinin polimerizasyonu cam ceketli reaktörde 63°C sabit sıcaklıkta 350 rpm mekanik karıştırıcı ile karıştırılan reaktörde 3 saat boyunca sürdürülmüştür. Elde edilen polimer vakum altında deiyonize su ile yıkanarak süzölmüş, etüvde (50°C) 12 saat boyunca kurulumaya bırakılmıştır. P(AN-ko-VA) kopolimerin H₂ gazı ve Ni katalizörü ile indirgeme için; örnek DMAc çözüsüsünde çözülerek Ni metali varlığında farklı sıcaklıklarda (25, 35, 45 °C) reaksiyon devam ettirilmiş, reaksiyon devam ederken 15., 30. ve 60. dakikalarda örnekler alınmıştır. Alınan örneklerin molekül ağırlıkları dağılımı irdelenmiştir. Elde edilen polimerlerin ıslanabilirlik özelliklerinin test edilmesi için polimerler tekrar film yapılarak temas açıları ölçülmüş, yüzey serbest enerjileri hesaplanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

P(AN-ko-VA) kopolimerinin H₂ ve Ni katalizörlü indirgeme sonrası alınan örneklerin ıslanabilirlik değerlerinin belirlenebilmesi için döner kaplama cihazı ile bir cam yüzey üzerinde ince film olarak kaplanan polimerlerin temas açıları indirgeme öncesi ve sonrası olarak karşılaştırılmıştır. İndirgeme sonrasında polimer filmlerin ıslanabilirliklerinde bir miktar atma görülmüştür. Şekil 1'de P(AN-ko-VA) kopolimerinin H₂ ve Ni katalizörlü indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası temas açısı ölçüm cihazı ile alınan görüntüsü verilmiştir. Tablo 1'de ise bu sonuçlar ayrıntılı olarak irdelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre azalan temas açısı değerleri polimerlerin ıslanabilirliklerinin arttığını göstermiştir.



Tablo 1. P(AN-ko-VA) kopolimerinin ve kopolimerin H₂ ve Ni katalizörlü indirgeme sonrası alınan temas açıları ölçümleri

Sentezlenen kopolimer	Temas açısı (sol)	Temas açısı (sağ)	Temas açısı (ortalama)
P(AN-ko-VA)	59,22	59,06	59,14
P(AN-ko-VA) 25°C-15.dk	57,03	57,50	57,27
P(AN-ko-VA) 25°C-30.dk	55,47	56,45	55,96
P(AN-ko-VA) 25°C-60.dk	52,24	52,13	52,19
P(AN-ko-VA) 35°C-15.dk	55,90	55,12	55,51
P(AN-ko-VA) 35°C-30.dk	54, 98	54,99	54,99
P(AN-ko-VA) 35°C-60.dk	53,27	54,44	53,86
P(AN-ko-VA) 45°C-15.dk	55,84	56,46	56,15
P(AN-ko-VA) 45°C-30.dk	52,91	52,91	52,91
P(AN-ko-VA) 45°C-60.dk	50,82	50,18	50,50

Yüzey serbest enerjisinin belirlenebilmesi için su, formamid, diiyoda metan ve etilen glikol sıvılarını temas açıları ölçülmüş ve farklı ampirik eşitliklere göre yüzey serbest enerjisi hesaplanmıştır. Tablo 2’de P(AN-ko-VA) kopolimerin H₂ gazı ve Ni katalizörü ile indirgeme öncesi ve sonrasında alınan örneklerin Attension Theta Lite (TL101) marka temas açısı ölçüm cihazı ile elde edilen Asit-Baz, Hal Eşitliği, Wu (harmonik ortalama eşitliği), OWRK/Fowkes ve Zisman ampirik eşitliklerine göre hesaplanan yüzey serbest enerjisi değerleri verilmiştir. İndirgenen polimerlerin yüzey serbest enerjisi sentezlenen P(AN-ko-VA) kopolimerine oranla daha yüksektir. Yüzey serbest enerjisindeki artış polimerin ıslanabilirliğinin arttığını göstermiştir.

Tablo 2. P(AN-ko-VA) kopolimerin ve kopolimerin H₂ ve Ni katalizörlü indirgeme sonrası yüzey serbest enerjisi değerleri

	Metot	γ_{tot} [mN/m]	γ_d [mN/m]	γ_p [mN/m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA)	Asit-Baz	47.6	37.9	9.7	1.3	3.7
	Hal Eşitliği	44.7	44.7	---	---	---
	OWRK/Fowkes	48.7	36.8	11.9	---	---
	Wu	51.6	35.5	16.1	---	---
	Zisman	32.3	---	---	---	---

Şekil 1. P(AN-ko-VA) kopolimerinin H₂ ve Ni katalizörlü indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası alınan temas açıları

	Metot	γ_{tot} [mN/m]	γ_d [mN/m]	γ_p [mN/m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA) 25°C-15.dk	Asit-Baz	46.7	39.2	7.5	0.8	4.4
	Hal Eşitliği	44.8	44.8	---	---	---
	OWRK/Fowkes	48.9	36.5	12.5	---	---
	Wu	51.9	34.9	16.9	---	---
	Zisman	24.3	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 25°C-30.dk	Asit-Baz	46.9	38.7	8.2	0.9	4.9
	Hal Eşitliği	45.7	45.7	---	---	---
	OWRK/Fowkes	49.9	35.6	14.4	---	---
	Wu	53.0	34.1	18.9	---	---
	Zisman	18.5	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 25°C-60.dk	Asit-Baz	48.5	40.9	7.5	0.8	4.6
	Hal Eşitliği	46.4	46.4	---	---	---
	OWRK/Fowkes	51.0	37.9	13.1	---	---
	Wu	53.9	36.2	17.8	---	---
	Zisman	28.4	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-15.dk	Asit-Baz	47.1	38.3	8.8	0.9	4.5
	Hal Eşitliği	45.3	45.3	---	---	---
	OWRK/Fowkes	49.5	35.	13.6	---	---
	Wu	52.5	34.4	18.0	---	---
	Zisman	24.4	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-30.dk	Asit-Baz	48.8	41.1	7.7	0.8	4.6
	Hal Eşitliği	46.6	46.6	---	---	---
	OWRK/Fowkes	51.2	38.2	13.1	---	---
	Wu	54.2	36.4	17.8	---	---
	Zisman	30.6	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-60.dk	Asit-Baz	49.5	41.9	7.5	0.8	4.9
	Hal Eşitliği	47.7	47.7	---	---	---
	OWRK/Fowkes	52.6	38.6	13.9	---	---
	Wu	55.6	36.7	18.9	---	---
	Zisman	30.5	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 45°C-15.dk	Asit-Baz	47.4	38.7	8.7	0.9	4.4
	Hal Eşitliği	45.3	45.2	---	---	---
	OWRK/Fowkes	49.5	36.3	13.1	---	---
	Wu	52.5	34.9	17.5	---	---
	Zisman	24.8	---	---	---	---

	Metot	γ_{tot} [mN /m]	γ_d [mN /m]	γ_p [mN /m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA) 45°C-30.dk	Asit- Baz	48.6	39.7	8.8	1.0	4.3
	Hal Eşitliği	46.0	46.0	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	50.4	37.5	12.9	---	---
	Wu	53.8	35.9	17.5	---	---
	Zisman	31.2	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 45°C-60.dk	Asit- Baz	47.8	40.4	7.4	0.6	5.8
	Hal Eşitliği	48.4	48.4	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	53.7	35.9	17.7	---	---
	Wu	56.9	34.3	22.7	---	---
	Zisman	-0.7	---	---	---	---

Poliakrilonitril (Pan) Esaslı Akrilik Liflerin Karbonizasyon Öncesi Oksidasyon Aşamasının Hızlandırılması ve Karakterizasyonu. (Yüksek Lisans Tezi), Erciyes Üniversitesi/Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri.

SONUÇLAR

Bu çalışmada, H₂ gazı ve Ni katalizörü ile 25, 35, 45 °C sıcaklıklarında ve 15., 30. ve 60. dak. sürelerde P(AN-ko-VA) kopolimerine indirgeme yapılarak polimer zincirindeki siyano grupları amin gruplarına dönüştürülerek ıslanabilirliğinin artırılması amaçlanmıştır. H₂ gazı ve Ni katalizörü indirgeme sonrasında polimerlerin temas açısı değerleri düşerken yüzey serbest enerjisinin yükseldiği yani sentezlenen polimerlerin daha iyi ıslanabildiği sonucuna ulaşılmıştır.

TEŞEKKÜRLER

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesine 0019.STZ.2013-01 numaralı SAN-TEZ projesi ile destek sağlayan Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'na ve AKSA Akrilik Kimya A.Ş.'ne teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Bai, Y.J., Wang, C.G., Lun, N., Wang, Y.X., Yu, M.J., Zhu, B., 2006. "HRTEM microstructures of PAN precursor fibers", Carbon, 44(9), 1773–1778.
- [2] Yu, H., Wu, Y., Gao, J., Wenxiang, W., Zhang, Z., Zhu, X., 2012. "Copper(0) mediated radical copolymerization of vinyl acetate and acrylonitrile in DMSO at ambient temperature". Journal of Polymer Science Part A: Polymer Chemistry, 50, 4983-4989.
- [3] Dunham, M.G., 1990. Stabilization of Polyacrylonitrile Carbon Fiber Precursors. (Ph.D. Thesis), Clemson University, Clemson, USA.
- [4] Ravve, A., 1995. Principles of polymer chemistry. Plenum Press, 258-259 p, New York and London.
- [5] Erdoğan, G., 2009. Türkiye'de Üretilen

Organik ve Geleneksel Üretim Koşullarında Üretilen Bazı Pamuk Çeşitlerinde Lif Kalite Özellikleri Arasındaki Korelasyonun Belirlenmesi

YILMAZ Ahmet¹ CEVHERİ, Cevher İlhan²

¹Harran Üniversitesi Ziraat Fakültesi Tarla Bitkileri Bölümü, ²Harran Üniversitesi Teknik Bilimler MYO
hayilmaz@harran.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmadan amaç, ülkemiz için geleceği parlak görülen organik tekstil sektörüne hammadde teşkil eden organik pamuk tarımından elde edilen liflerin kalite özellikleri ve bunlar arasındaki korelasyonların belirlenmesidir. Bu amaçla, bu çalışma tekstil sektörünün gelişimde önemli ivme kazandıracağı ve yol gösterici olacağı bilinmektedir.

GİRİŞ

İnsanoğlunun tarihsel gelişimi ve modern yaşama geçiş sürecinde imal ve kullanım kolaylığı nedeniyle alüminyum ve türevleri insan yaşamına girmiş olup, yarım asır gibi bir süre yaygın bir şekilde kullanılmıştır. Alüminyum kaynaklı yaşamsal malzemelerin doğada temininin kolay olması, kolay işlenebilmesi ve aynı zamanda ucuz olması yaşamsal malzemelerde bir devrim niteliği oluşturmuştur. Ancak alüminyum kökenli bu yaşamsal malzemelerin bir bunama hastalığı olan Alzheimer hastalığına neden olduğu anlaşıldıktan sonra yerini plastik eşyalara hızla bırakmış ve kullandığımız metal, cam ve tahtadan yapılmış eşyaların yerini plastik eşyalar almıştır. Plastik devrimi de uzun sürmemiş ve bugün gerek plastik maddeler gerekse kullanılan boyaların kanserojen maddeler içerdiği kabul edilerek, yaşamsal malzemelerin hammaddesi olma konumundan çıkarılmaktadır. Tarımdaki devrim ise zirai ilaçlar ve suni gübrelerin kullanılması ile olmuştur. Ölçsüz ve toprak tahlili yapılmadan kullanılan suni gübrenin toprağı hastalandırması ve verimsizleştirilmesi yanında insan sağlığına olumsuz etkileri anlaşılmaya başlamıştır. Diğer yandan tarım ilaçlarının aşırı kullanımı, doğal dengeyi bozarak biyolojik çeşitliliği de azaltmış ve bazı türlerin doğada frekanslarının azalmasına ve hatta doğadan yok olmasına neden olmuştur. Dünyada kullanılan kimyasal ilaçların üçte birinin pamuk tarımında kullanıldığı da bir gerçektir. Diğer yandan kumaşların renklendirilmesinde kullanılan boyalardan, kanserojen madde içerenler yasaklansa da kesin çözüm olamamakta, bütün bu olumsuzluklara karşı “Organik Tarım” öne çıkmaktadır. Organik pamuk üretiminde ülkemiz dünya ülkeleri içerisinde Hindistan’dan sonra ikinci sırada yer almaktadır. Üstelik Dünya çapında organik pamuğa talep her geçen gün artarak devam etmektedir. Moleküler düzeyde yapılan araştırmalarda ise lif oranı ve lif kopma dayanıklılığı arasında negatif, lif kopma

dayanıklılığı ile lif uzunluğu arasında pozitif yönde korelasyonun bulunduğu (Ulloa ve Meredith., 2000), F5 generasyonunda yapılan bir çalışmada bir çok lif özelliğinin önemli bir şekilde korelasyon gösterdiğini, lif inceliği ve lif olgunluğu ile lif kopma uzaması ve lif inceliği arasında yüksek korelasyonun bulunduğu (Shapple ve ark., 1998), lif inceliği ile lif kopma dayanıklılığı arasında fenotipik, hem lif kopma uzaması ile lif kopma dayanıklılığı, hem de lif olgunluğu ile lif kopma dayanıklılığı arasında genotipik korelasyonun bulunduğu (Kloth., 1998) bildirilmiştir. Bu araştırma pamukta verim ve lif teknolojik özellikler arasındaki ilişkilerin belirlenmesi amacıyla yürütülmüştür. Desaleng ve ark. (2009), Etiyopya Werer Tarımsal Araştırma Enstitüsünde, diallel melezleme ile elde edilen 15 F₁ pamuk varyetesi ekilerek yapılan çalışmada; lif mukavemeti ile, lif kalite kriterleri arasında pozitif; lif mukavemeti ile, lif uzunluğu arasında ($r=0.64^{**}$); lif inceliği ile üniformite arasında ($r=0.61^{**}$) olumlu ve önemli korelasyonların saptandığını rapor etmişlerdir. Ayrıca, lif uzunluğu ile lif inceliği arasında ($r=-0.86^{**}$); lif uzunluğu ile kısa lif indeksi arasında ($r=-0.85^{**}$) ve lif uzunluğu ile yeknesaklık arasında ($r=-0.99^{**}$) olumsuz ve önemli korelasyonların tespit edildiğini bildirmişlerdir.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışmada; May tohumculuk firmasından temin edilen Stonoville 468 (ST 468), Progen tohumculuk firmasından temin edilen BA 119 ve Bayer tohumculuk firmasından temin edilen Candia pamuk (*Gossypium hirsutum* L.) çeşitleri bitki materyali olarak kullanılmıştır. Ayrıca gübre materyali olarak; Organik büyük baş hayvan gübresi (Biofarm), Organik Güvercin Gübresi, Mikrobiyal Gübre kullanılmıştır.

Yöntem

Hasat sırasında verim sıralarından tesadüfi seçilen bitkilerden elde edilen toplam 30 adet koza örneğinden elde edilen kütlü pamuklar denem çırcır makinası ile çırcırlanmıştır. Elde edilen lif pamuklar Dış Ticaret Müsteşarlığı İl Müdürlüğü Lif laboratuvarında, önce kondüsyonlanmış ve daha sonra HVI-SPECTRUM I (USTER) cihazında lif kalite

özellikleri saptanmıştır. Lif kalite özellikleri arasındaki korelasyon JUMP programı yardımıyla yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Çizelge 1. İncelenen Lif Kalite Özellikleri Arasındaki Korelasyon

Korelasyon	1.Lif Uzunluğu	2.Lif İnceliği	3.Lif Üniformitesi	4.Lif Kopma Dayanıklılığı
1.Lif Uzunluğu	1.0000			
2.Lif İnceliği	-0.0089	1.0000		
3.Lif Üniformitesi	0.0744	-0.1310	1.0000	
4.Lif Kopma Dayanıklılığı	0.1925	0.0868	0.3584**	1.0000
5.Lif Kopma Uzaması	0.1961	0.1255	0.1854	0.2516*

** : 0.01 düzeyinde önemli. * : 0.05 düzeyinde önemli.

Çalışmamızda Lif Kopma Dayanıklılığı ile Lif Üniformitesi arasında olumlu ve önemli ($r=0.3584^{**}$), Lif Kopma Dayanıklılığı ile Lif Kopma Uzaması arasında olumlu ve önemli ($r=0.2516^{*}$) bir korelasyon bulunmuştur. Bulgularımız Desaleng ve ark. (2009)'nın bulguları ile uyumluluk içindedir. Ayrıca Lif İnceliği ile Lif Uzunluğu arasında olumsuz ve önemsiz ($r=-0.0089$) ve Lif Üniformitesi arasında ($r=-0.1310$) olumsuz ve önemsiz bir korelasyon bulunmuştur.

GENEL SONUÇLAR

Sonuç olarak, tekstil sektöründe aranan bir özellik olan Lif Kopma Dayanıklılığı ile Lif Üniformitesi ve Lif Kopma Uzaması arasında olumlu (pozitif) ve önemli bir ilişki bulunmuştur. Tekstil sektöründe iplik yapılabilirlik ve iplik kalite kriterleri arasında en çok aranan özelliklerden biri olan lif kopma dayanıklılığının pozitif çıkması aranan ve istenen bir durumdur.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmamız gelecekte bu konuda yapılacak çalışmalara yol gösterici olacağı öngörülmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışmamız "Harran Ovası Organik Üretim Koşullarında, Organik ve Mikrobiyal Gübre Uygulamalarının Bazı Pamuk Çeşitlerinde (*Gossypium hirsutum* L.) Tarımsal ve Lif Kalite Özellikleri

Üzerine Etkisi" konulu doktora tezinden üretilmiştir. Bu çalışmamız Harran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

DESALENG, Z., RATANADİLOK, N., ve KAVEETA, R., 2009. Correlation and Heritability for Yield and Fiber Quality Parameters of Ethiopian Cotton (*Gossypium hirsutum* L.) Estimated from 15 (diallel) Crosses. Kasetart J. (Nat. Sci.) 43 : 1 – 11.

Kloth, R.H., 1998. Analysis of Commonality for Traits of Cotton Fiber. The Journal of Cotton Science, Vol: 2, 17-22.

Ulloa, M., Meredith, W.R., 2000. Genetic Linkage Map and QTL Analysis of Agronomic and Fiber Quality Traits in an Intraspecific Population. The Journal of Cotton Science 4: 161-170

Sappley, Z.W., Jenkins, J.N., Zhu, J., McCarty, C.Jr., 1998. Quantitative Trait Loci Associated With Agronomic and Fiber Traits of Upland Cotton. Journal of Cotton Science, Vol:2.153-163.

Liflere Uygulanan Polimer Teknolojileri

TOPALOĞLU YAZICI, Demet

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Kimya Mühendisliği

Bölümü Eskişehir 26480

demett@ogu.edu.tr

AMAÇLAR

Günümüzün en büyük endüstrilerinden biri olan tekstil, yeniliklere açık bir endüstridir. Teknolojik gelişmeleri takip edemeyen ticari kuruluşlar ya dış kaynaklı ucuz tekstil ürünlerine yenik düşmekte ya da kapasite azaltarak sektöre tutunmaya çalışmaktadır. Bu teknolojik gelişmeler arasında polimer eşliğinde hazırlanan “kozmetik tekstil” gibi yeni bir alanda yeni ürünlerin doğması veya medikal alanda kullanılabilecek etken maddenin salımını gerçekleyebilen tekstil ürünlerinin hazırlanması önde gelen başlıklardır. Yerli ve yabancı literatürde özellikle son yıllarda yapılan çalışma sayısının fazlalığı bu konulara duyulan ilgi ve verilen önemin bir göstergesidir. Burada, polimer teknolojilerinden işlevselliği ile en çok dikkat çeken polimer kompozitlerin ve polimer mikrokürelerin hazırlanmaları, tekstil ürünlerine ve/veya liflere uygulanmaları ve sonuçlarını içeren çalışmalara yer verilecektir. Bu çalışmalar; anti bakteriyel, deriye yönelik bileşenler içeren veya mikrokapsüllerle koku yüklenmiş kozmetik tekstil ürünlerini ve ayrıca ilaç salımı yapabilen biyomedikal tekstil ürünlerini kapsamaktadır.

GİRİŞ

Polimer ve lif üretim ve modifikasyon yöntemlerindeki gelişmeleri takiben yeni ürünler bu sektörde hayat bulmaktadır. Bu teknolojik ürünlerin temel kullanım amaçlarının yanında sundukları işlevsel özellikleri, ürünlerin cazibesini ve maliyetini artırmakta ve ürün lüks tanımına giremeden ihtiyaç listelerinde yerini almaktadır. Ancak teknolojiye açılan kapıların anahtarı sürdürülebilir proseslerden geçmelidir. Sürdürülebilirlik doğaya zarar vermeyecek doğal veya bozunabilen hammaddeler, kimyasal malzemeler ve yöntemler ile sağlanabilecektir. Daha önceleri kullanılan emülsiyon süreçleri gibi basit olmayan, özel cihazlar ve çok iyi tanımlanmış yöntemler gerektiren mikrokapsül ve mikroküre sistemlerin kullanımı öne çıkmıştır. Bu sistemlerde küre veya kapsülü organik polimerler, yağlar, proteinler veya polisakkaritler gibi malzemeler oluşturmakta; katkı malzemelerini ise bitkisel yağlar, boyalar ve kokular veya vitaminler oluşturmaktadır¹.

Doğal bir polimer olan kitosan küreciklerin diğer duvar malzemelerinden (arap zambkı, jelatin vs.) daha kalıcı etkiler bıraktığı ve daha fazla yıkamaya dayanıklı olduğu bildirilmiştir². Doğal bir polisakkarit olan kitosan kitinin deasetilasyonu ile elde edilir. Biyoyumluluğu, biyobozunurluğu, etkili bir adsorban oluşu, toksik ve pahalı olmayışı ve aynı zamanda antibakteriyel özelliğinin olması kitosanın kozmetik, eczacılık, medikal, gıda, tekstil ve ziraat gibi çok çeşitli alanlarda kullanılmasına yol açmıştır. Sinek vb. kaçırabilen ve deriyi yumuşatabilen ürünlerin, selülit oluşumuna engel tedavilerin, antibiyotiklerin, hormonların ve diğer ilaçlar gibi tıbbi ürünlerin tekstile uygulanmaları ve tıbbi tekstil ürünlerinde antimikrobiyal ajanlar gibi bazı örnekler³, tekstil firmalarının ürünlerine değer katmak için başvurdukları uygulamalardandır. Son zamanlarda, faydalı kozmetik ürünlerin salımını yapabilen işlevsel tekstil ürünleri oldukça ilgi çekmiştir. Bu işlevsellik temel olarak; örneğin deri nemlendiriciler gibi kozmetik etken maddenin vücudun doğal hareketi ile deriye teması ve gıysiden deriye difüzyonu ile olmaktadır. Temas sonucunda sürtünme, basınç, sıcaklık değişimi veya polimer kabuğun biyolojik olarak bozunması sonucu çekirdekteki içeriğin salımı gerçekleşmekte ve deri yavaş yavaş tazelenilmektedir⁴.

DENEYSEL

Malzeme

Deneylerde kullanılan kimyasal malzemeler; kitosan (Sigma-Aldrich), % 100'lük asetik asit (Merck, yoğunluğu 1,05 g/cm³), sitrik asit (Merck), sodyum hidroksit (Merck), emülsiyon hazırlamada yardımcı malzeme olarak polyethylene glycol sorbitan monooleate (Sigma-Aldrich), sodyum hidroksit (Merck), % 96'lık etanol (Merck), aseton (Merck), % 2'lik glüturaldehit (Biohand Ethyl-G), E vitamini (Nature's Bounty) ve narinceye yağı (Batı Akdeniz Tarımsal Araştırma Enstitüsü)'dir.

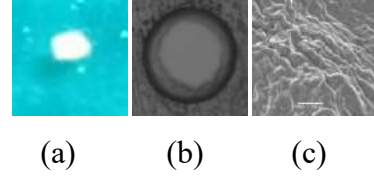
Yöntem

Mikrokürelerin hazırlanmasında kullanılan yöntemler; başlıca emülsiyon oluşturma polimerizasyon metotları, organik faz ayırma (koaservasyon), püskürtmeli kurutma ve dondurmadır. Mikroküre hazırlama yöntemlerinin en iyi sonuç veren ve en çok kullanılanı koaservasyondur.

Bu yöntem, bir polimer çözeltisinde herhangi bir etki ile polimerin çözünürlüğünün azalarak, polimerce zengin sıvı damlacıklarının ortamdaki ayrılıp ortamla karışmayan ayrı bir faz oluşturması anlamına gelmektedir⁵. Bu yöntem kullanılarak mikroküreler hazırlanmıştır. Polimerin çözülmesinde kullanılan çözeltilerin derişimleri, deney düzeneği araç/gereçleri, karıştırma süreleri ve koşulları (karıştırma sıcaklığı, pH'ı, karıştırma hızı) gibi parametreler değiştirilerek en iyi mikroküreler elde edilmeye çalışılmıştır. E vitamini içeren mikroküreler hazırlamak için; asetik asitte çözünen kitosan belirlenen şartlarda karıştırılarak sodyum hidroksit çözeltisi içine özel geliştirilen bir düzenek ile eklenmiştir. Yıkama, süzme ve olgunlaştırma işlemlerini takiben etanol içinde E vitamini yüklenmiştir. Narenciye yağı içeren mikroküreler hazırlamak için; eklenen malzemelerin oranlarının değiştiği farklı reçeteler, karıştırma hızı, pH ve işlem süresi gibi parametreler için denemeler yapılmıştır. Hazırlanan reçeteler optik mikroskop ile incelenmiş, düzgün mikroküre oluşum yoğunluğuna göre ve koku durumlarına göre değerlendirilerek asıl reçeteler belirlenmiş ve kumaşlara iki ayrı yöntemle yüklenmiştir. Mikroküre yüklenmiş kumaşlar ve mikrokürelerin yapıları infrared spektroskopi ve elektron mikroskopla, koku ve vitamin salım davranışları UV spektroskopi ile incelenmiştir. Ayrıca lif-polimer kompozitlerin hazırlanmasında çözeltilerin dispersiyonu yöntemi kullanılmıştır. Elde edilen kompozitlerin karakterizasyonu ve etken maddenin salım çalışmaları yapılmıştır.

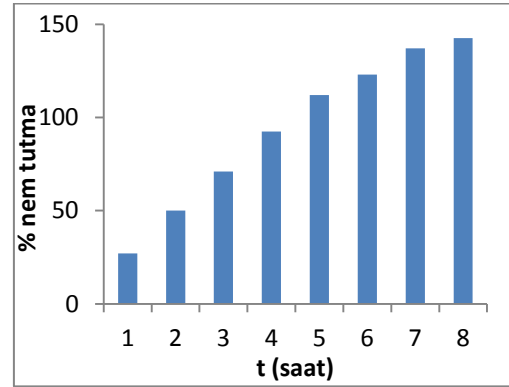
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Biyobozunabilen doğal bir polimer olan kitosan kullanılarak mikroküreler hazırlanmıştır. İki farklı etken madde için mikroküre hazırlamada ana yöntem benzemekle birlikte kullanılan kimyasal bileşenler ve deney koşulları farklıdır. Bu sebeple her biri için ayrı optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Görüntüleme işlemlerinde optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskop (SEM) kullanılmıştır. SEM analizi için mikroküreler vakum yardımıyla altın ile kaplanmıştır. Şekil 1'de mikrokürelerin fotoğraf makinesi, optik mikroskop ve SEM görüntüleri sırasıyla verilmiştir. SEM görüntülerinden yüzeyin oldukça girintili çıkıntılı olduğu görülmektedir. Bu durum kumaşa bağlanmada büyük önem taşımaktadır. Elde edilen görüntülerden mikrokürelerin oldukça benzer geometrik yapıda oldukları görülmüştür. Ayrıca tartılan mikrokürelerin ağırlıklarının (0,0001 g) da yaklaşık aynı oldukları bulunmuştur. Bu sonuçlardan özel tasarım yapılar hazırlanan deney düzeneği ile özdeş mikroküreler elde edilebildiği söylenebilir.



Şekil 1. Mikrokürelerin fotoğraf makinesi (a), optik mikroskop (b) ve SEM (c) görüntüleri

Kumaşa koku içeren mikroküreler bağlandıktan sonra da kumaş örnekleri hem FTIR ile hem de tekrar SEM ile incelenmiştir. Koku yüklenen kumaşların SEM görüntülerinde yüklenen kürelerin gözlenmiş olması ve ATR spektrumlarında da narenciye yağına ait piklerin izlenmesi kürelerin kumaşlara yüklendiğinin kanıtı olarak değerlendirilebilir. Her bir reçete spektrumları ayrı ayrı incelendiğinde ise kumaşa yükleme yönteminin, bağlayıcının, reçete ve kumaş türünün önemli parametreler olduğu görülmektedir. E vitamini yüklenen mikrokürelerin ürün içinde değerlendirilmesi aşamasında ihtiyaç duyulacak nem ve su tutma özellikleri belirlenmiştir. Her deney en az iki kez tekrarlanmıştır ve ortalama değerler üzerinde hesaplamalar yapılmıştır. Mikrokürelerin nem tutma özelliğine örnek olarak Şekil 2 verilmiştir.



Şekil 2. Mikrokürelerin nem tutma özelliğine bir örnek

Mikrokürelerden koku ve E vitamini salım davranışları UV (ultraviyole) spektrofotometre ile belirlenmiştir. Bunun için öncelikle max. absorbans değerleri belirlenmiş, ardından çalışma doğruları oluşturularak ilerleyen süre ile salım ortamında değişen miktarlar belirlenmiştir. Aynı şekilde hazırlanan lif-polimer kompozitlerden etken maddenin salımı UV spektroskopi ile incelenmiştir. Her bir reçete ve kumaş ayrı ayrı incelendiğinde; reçete kimyasallarının ve reçete hazırlama parametrelerinin, kumaşa yükleme yönteminin, bağlayıcının, reçete ve kumaş türünün ilişkisinin önemli parametreler olduğu görülmüştür.

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma, kullanılan polimerin doğal ve biyobozunur olması ile birlikte anlatılan yöntemlerde yer alan kimyasalların az sayıda olması ve oldukça seyreltik kullanılması nedeniyle sürdürülebilir teknolojik süreçler arasındadır. Ayrıca kullanılan polimerin zararsız ve antibakteriyel olması, bu çalışmada anlatılan insan kullanımına yönelik tekstil veya lif uygulamalarında tercih nedeni olmuştur. Bu çalışmada seçilen polimer teknolojilerinin az işlem basamağı içermesi ile uygulanabilirliği kolay ve yüksektir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Çalışmaların ticari boyut kazanması için reçetelerdeki mikroküre çaplarının özdeş olması gerekmektedir. Bazı reçetelerde oldukça yüksek oranlarda özdeş küre çaplarına rastlanmıştır. Bu nedenle, bu reçeteler temel alınarak büyük ölçeklerde tekrarlanması gerekmektedir. Hazırlanan kompozitlerde de lif boyutunun parametre olarak incelenmesi amacıyla ek çalışmalar yürütülmelidir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışmada yeralan polimer kompozitler, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenen 2015-880 no'lu projenin bir parçasıdır. Ayrıca bu çalışmada yeralan mikroküre hazırlama yöntemlerinin bazılarında malzemelerin hazırlanması ve/veya bazı deney verilerinin toplanması aşamalarında kısmi katkı sağlayan S. Gökdemir'e, ÖKanbureloğlu'na, B. Temur'a, B. N. Doğru'ya, Y. Pekçoşkun'a, M.H. Balı'ya, F.Ş. Gökyer'e, M. Karakaya'ya teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

- 1)Magdassi, S. 1997. "Delivery systems in cosmetics", Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 123, 671-679.
- 2)Hu, J., Xiao, Z., Zhou, R., Ma, S., Li, Z., Wang, M. 2011. "Comparison of compounded fragrance and chitosan nanoparticles loaded with fragrance applied in cotton fabrics", Textile Research Journal, 81(19), 2056-2064.
- 3) Nelson, G. 2002. "Application of microencapsulation in textiles", International Journal of Pharmaceutics, 242, 55-62.

4)Ed: Bartels, V.T. 2011. Handbook of medical textiles. Germany: Woodhead Publishing Series in Textiles: Number 100.

5)Ed: Ghosh, S. K. 2006. Functional coatings: By polymer microencapsulation. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.

PAN Polimerinin Hidrojen Gazı ve Pt Katalizörü ile İndirgenmesi ile İslanabilirliğinin Arttırılması

KAHRAMAN DÖĞÜŞCÜ Derya¹, ALKAN Cemil*¹, ÖNCÜL Ahmet Öncül²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 60240 Tokat

²Aksa Akrilik Kimya Sanayii A.Ş. 77040 Yalova

derya.kahraman@gop.edu.tr

AMAÇ

Bu çalışmada P(AN-ko-VA) polimerinin ıslanabilirliğinin artırılması için polimerindeki siyano gruplarının bir kısmı H₂ gazı ve Pt katalizörü kullanılarak kontrollü biçimde daha yüksek hidrofiliteye sahip amin gruplarına indirgenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

PAN sertlik, yüksek kimyasal direnç, polar maddeler ile uyumluluğu ve düşük gaz direnci gibi iyi bilinen benzersiz özelliklerinden dolayı ticari açıdan oldukça önemli bir polimerdir [1]. Ancak PAN'ın kırılkan olması, eriyik işlenebilirliğinin zor olması, zayıf elektrostatik kuvvetler ve makro moleküller arasındaki etkin çekim kuvvetleri nedeniyle zayıf ıslanabilirlik ve boyanabilme yeteneği, işlenebilme zorluğu ve uzun süreli ışığa maruz kalması durumunda renk değiştirme gibi handikaplarından dolayı tekstil endüstrisinde kullanılan akrilik lif saf akrilonitrilenden oluşmayıp, istenilen özelliklere göre ve işlenebilirliğini kuvvetlendirmek amacıyla genellikle %5-15 arasında bir veya daha fazla komonomer içeren türleri şeklinde üretilmektedir [2-5]. Yapısında en az % 85 oranında akrilonitril ve % 15'e kadar komonomer içeren liflere akrilik lif denir. Yapısında % 35-85 oranında akrilonitril içeren sentetik kopolimerlerden elde edilen liflere ise modakrilik lif adı verilir [3]. PAN polimerinde komşu C-N grupları arasındaki dipol kuvvetlerden kaynaklanan yüksek elektrostatik etkileşimler bağ hareketlerini kısıtlamakta ve daha sıkı zincir oluşumuna neden olmaktadır [6]. PAN'ın camsı geçiş sıcaklığı ile erime noktası arasındaki yüksek fark polimerin endüstriyel uygulamalarını da kısıtlamaması PAN liflerin diğer bir dezavantajıdır. Bu çalışmada akrilik lifin ıslanabilirliğinin arttırılması için Pt katalizörü ve H₂ ile polimer zincirindeki siyano grupları amin gruplarına değiştirilerek polimerin daha yüksek hidrofiliteye sahip olması sağlanmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

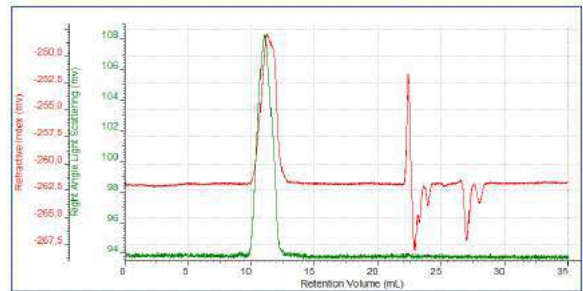
Bu çalışmada akrilonitril (AN), vinil asetat (VA) monomerleri, amonyum persülfat (APS), sodyum metabisülfat (MBS), demir sülfat hepta hidrat redoks başlatıcıları kullanılmıştır. Tablo 1. P(AN-ko-VA) kopolimerinin ve indirgeme

Yöntem

Bu çalışmada polimerizasyon cam ceketli reaktörde 63°C sabit sıcaklıkta 350 rpm mekanik karıştırıcı ile karıştırılan reaktörde 3 saat boyunca sürdürülmüştür. Elde edilen P(AN-koVA) kopolimeri vakum altında deiyonize su ile yıkanarak süzülüş, etüvde (50°C) 12 saat boyunca kurulum bırakılmıştır. P(AN-ko-VA) kopolimerin H₂ gazı ve Pt katalizörü ile indirgenmesi için; örnek DMAc çözüsünde çözülerek Pt metali varlığında 25, 35, 45 °C sıcaklıklarda reaksiyon 15, 30 ve 60 dakika sürelerde devam ettirilmiştir. Farklı süreler boyunca indirgeme yapılan polimer örneklerinin molekül ağırlıkları dağılımı irdelenmiştir. Polimerlerin ıslanabilirlik özelliklerinin test edilmesi için polimerler tekrar film yapılarak temas açıları ölçülmüş, yüzey serbest enerjileri hesaplanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

P(AN-ko-VA) kopolimerin H₂ gazı ve Pt katalizörü ile indirgeme sonrasında farklı sıcaklıklarda ve farklı zaman aralıklarında alınan örneklerin polimer zincirindeki -C≡N bağının ancak bir kısmı indirgenebildiği için molekül ağırlığı dağılımında büyük değişiklikler gözlenmemiştir. Şekil 1'de P(AN-ko-VA) kopolimerinin H₂ ve Pt katalizörlü indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası alınan GPC kromatogramı ve Tablo 1'de üretilen P(AN-ko-VA) kopolimerinin indirgeme öncesi ve indirgeme sonrası molekül ağırlığı dağılımı sonuçları ayrıntılı olarak irdelenmiştir.

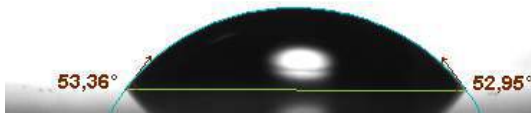


Şekil 1. P(AN-ko-VA) kopolimerinin H₂ ve Pt katalizörlü indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası alınan GPC kromatogramı

sonrası alınan GPC sonuçları

Polimerler	Mn	Mw	Mz	HI
P(AN-ko-VA)	54000	88000	126000	1,6
P(AN-ko-VA) 25°C-15.dk	52000	74000	107000	1,4
P(AN-ko-VA) 25°C-30.dk	51000	81000	113000	1,6
P(AN-ko-VA) 25°C-60.dk	49000	78000	107000	1,6
P(AN-ko-VA) 35°C-15.dk	76000	145000	210000	1,9
P(AN-ko-VA) 35°C-30.dk	70000	136000	198000	1,9
P(AN-ko-VA) 35°C-60.dk	65000	105000	150000	1,6
P(AN-ko-VA) 45°C-15.dk	58000	97000	144000	1,7
P(AN-ko-VA) 45°C-30.dk	62000	98000	144000	1,6
P(AN-ko-VA) 45°C-60.dk	58000	99000	150000	1,7

P(AN-ko-VA) kopolimerinin H_2 ve Pt katalizörlü indirgeme sonrası alınan örneklerin ıslanabilirlik değerlerinin belirlenebilmesi için döner kaplama cihazı ile bir cam yüzey üzerinde ince film olarak kaplanan polimerlerin temas açıları indirgeme öncesi ve sonrası olarak karşılaştırılmıştır. İndirgeme sonrasında polimer filmlerin ıslanabilirliklerinde bir miktar atma görülmüştür. Şekil 2’de P(AN-ko-VA) kopolimerinin H_2 ve Pt katalizörlü indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası temas açısı ölçüm cihazı ile alınan görüntüsü verilmiştir. Tablo 2’de ise bu sonuçlar ayrıntılı olarak irdelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre azalan temas açısı değerleri polimerlerin ıslanabilirliklerinin arttığını göstermiştir.



Şekil 2. P(AN-ko-VA) kopolimerinin indirgeme (25 °C-30 dak) sonrası alınan temas açıları

Tablo 2. P(AN-ko-VA) kopolimerinin ve H_2 ve Pt katalizörlü indirgeme sonrası alınan temas açıları ölçümleri

Sentezlenen kopolimer	Temas açısı (sol)	Temas açısı (sağ)	Temas açısı (ortalama)
P(AN-ko-VA)	59,22	59,06	59,14
P(AN-ko-VA) 25°C-15.dk	56,48	56,46	56,47
P(AN-ko-VA) 25°C-30.dk	53,36	52,95	53,16
P(AN-ko-VA) 25°C-60.dk	54,08	54,28	54,16
P(AN-ko-VA) 35°C-15.dk	55,61	55,25	51,43
P(AN-ko-VA) 35°C-30.dk	54,46	53,98	54,22
P(AN-ko-VA) 35°C-60.dk	51,86	50,95	51,41
P(AN-ko-VA) 45°C-15.dk	56,37	55,97	56,17
P(AN-ko-VA) 45°C-30.dk	55,96	56,04	56,00
P(AN-ko-VA) 45°C-60.dk	40,97	47,70	44,34

Bu çalışmada, yüzey enerjisinin belirlenebilmesi için su, formamid, diiyoda metan ve etilen glikol sıvılarını temas açıları ölçülmüş ve farklı ampirik eşitliklere göre yüzey serbest enerjisi hesaplanmıştır. Tablo 3’de P(AN-ko-VA) kopolimerin H_2 gazı ve Pt katalizörü ile indirgeme öncesi ve sonrasında alınan örneklerin Attension Theta Lite (TL101) marka temas açısı ölçüm cihazı ile elde edilen Asit-Baz, Hal Eşitliği, Wu (harmonik ortalama eşitliği), OWRK/Fowkes ve Zisman ampirik eşitliklerine göre hesaplanan yüzey serbest enerjisi değerleri verilmiştir. İndirgenen polimerlerin yüzey serbest enerjisi sentezlenen P(AN-ko-VA) kopolimerine oranla daha yüksektir. Yüzey serbest enerjisindeki artış polimerin ıslanabilirliğinin arttığını göstermiştir.

Tablo 3. P(AN-ko-VA) ve Pt katalizörlü indirgemesonrası hesaplanan yüzey serbest enerjisi değerleri

	Metot	γ_{tot} [mN/m]	γ_d [mN/m]	γ_p [mN/m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA)	Asit-Baz	47.6	37.9	9.7	1.3	3.7
	Hal Eşitliği	44.7	44.7	---	---	---
	OWRK/Fowkes	48.7	36.8	11.9	---	---
	Wu	51.6	35.5	16.1	---	---
	Zisman	32.3	---	---	---	---

	Metot	γ_{tot} [mN /m]	γ_d [mN /m]	γ_p [mN /m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA) 25°C-15.dk	Asit-Baz	46,7	39,2 1	7,5	0,8	4,4
	Hal Eşitliği	44,8	44,8 4	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	48,9	36,5 0	12,5	---	---
	Wu	51,9	34,9 9	16,9	---	---
	Zisman	24,3	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 25°C-30.dk	Asit-Baz	46,9	38,6 7	8,2	0,85	4,9
	Hal Eşitliği	45,7	45,6 9	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	49,9	35,5 7	14,4	---	---
	Wu	53,0	34,1 4	18,9	---	---
	Zisman	18,5	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 25°C-60.dk	Asit-Baz	48,5	40,9 1	7,5	0,82	4,6
	Hal Eşitliği	46,4	46,4 1	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	51,0	37,9 3	13,1	---	---
	Wu	53,9	36,1 8	17,8	---	---
	Zisman	28,4	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-15.dk	Asit-Baz	47,1	38,3 3	8,8	0,97	4,5
	Hal Eşitliği	45,3	45,3 1	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	49,5	35,8 2	13,6	---	---
	Wu	52,5	34,4 4	18,0	---	---
	Zisman	24,4	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-30.dk	Asit-Baz	48,8	41,0 8	7,7	0,84	4,6
	Hal Eşitliği	46,6	46,6 0	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	51,2	38,1 8	13,1	---	---
	Wu	54,2	36,4 0	17,8	---	---
	Zisman	30,6	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 35°C-60.dk	Asit-Baz	49,5	41,9 8	7,5	0,77	4,9
	Hal Eşitliği	47,7	47,6 7	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	52,6	38,6 1	13,9	---	---
	Wu	55,6	36,7 0	18,9	---	---
	Zisman	30,5	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 45°C-15.dk	Asit-Baz	47,4	38,6 8	8,7	0,99	4,4
	Hal Eşitliği	45,3	45,2 6	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	49,5	36,3 4	13,1	---	---
	Wu	52,5	34,9	17,5	---	---
	Zisman	24,8	---	---	---	---

	Metot	γ_{tot} [mN /m]	γ_d [mN /m]	γ_p [mN /m]	Sqrt (γ^+)	Sqrt (γ^-)
P(AN-ko-VA) 45°C-30.dk	Asit-Baz	48,6	39,7	8,9	1,0	4,3
	Hal Eşitliği	46,0	46,0	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	50,4	37,5	12,9	---	---
	Wu	53,4	35,9	17,5	---	---
	Zisman	31,2	---	---	---	---
P(AN-ko-VA) 45°C-60.dk	Asit-Baz	47,8	40,4	7,4	0,6	5,8
	Hal Eşitliği	48,4	48,4	---	---	---
	OWRK/ Fowkes	53,7	35,9	17,7	---	---
	Wu	56,9	34,3	22,7	---	---
	Zisman	-0,8	---	---	---	---

SONUÇLAR

Bu çalışmada, P(AN-ko-VA) kopolimerine H₂ gazı ve Pt katalizörü ile farklı sıcaklıklarda (25, 35, 45 °C) ve farklı zaman aralıklarda (15., 30. ve 60. dak.) indirgeme yapılarak polimer zincirindeki C≡N grupları amin gruplarına indirgenmesi ile ıslanabilirliğinin artırılması amaçlanmıştır. İndirgeme sonrası kopolimerlerin temas açısı değerleri düşerken yüzey serbest enerjisinin yükseldiği yani sentezlenen polimerlerin daha iyi ıslanabildiği sonucuna ulaşılmıştır.

TEŞEKKÜRLER

Bu çalışmanın gerçekleştirilmesine 0019.STZ.2013-01 numaralı SAN-TEZ projesi ile destek sağlayan Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı'na ve AKSA Akrilik Kimya A.Ş.'ne teşekkür ederiz.

KAYNAKLAR

- [1] Peng, F. M., 1995. In Encyclopedia of Polymer Science and Engineering. Wiley, 426 p, New York.
- [2] Ravve, A., 1995. Principles of polymer chemistry. Plenum Press, 258-259 p, New York and London.
- [3] The International Bureau for the Standardisation of Man-Made Fibres (BISFA). (2006). Terminology of man-made fibres. http://www.bisfa.org/booklets/Terminology_2006.pdf.- (5 Şubat 2016).
- [4] Hutchinson, S.R., Tonelli, A.E., Gupta, B.S. ve Buchanan, D.R., 2008. "An investigation of the structure-property relationships in melt-processable high-acrylonitrile copolymer filaments", J. Mater. Sci., 43(15), 5143-5156.
- [5] Tiyek, İ., ve Bozdoğan, F., 2008. "Yaş Çekim Yöntemiyle Akrilik Lif Üretim Safhalarında Lif İyapısında Meydana Gelen Değişikliklerin Geniş Açılı X-Işını Difraksiyonu İle İncelenmesi", Tekstil ve Konfeksiyon, 1, 15-22.
- [6] Bai, Y.J., Wang, C.G., Lun, N., Wang, Y.X., Yu, M.J., Zhu, B., 2006. "HRTEM microstructures of PAN precursor fibers", Carbon, 44(9), 1773-1778.

İnce Film Polimerik Kompozit Membran ile Boya Üretim Endüstrisi Atıksularından Renk Giderimi

KAVAK, Duygu

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü,
Meşelik/Eskişehir, Türkiye

dbayar@ogu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada çapraz akışlı membran filtrasyon sistemi ile boya endüstrisi atık suyundan renk giderimi üzerine polimerik kompozit membran performansı araştırılmıştır. Yapılan çalışmalarda NF 90 membran kullanılmıştır. Boya endüstrisi atık suyu için basınç (10, 15 ve 20 bar) parametresinin % renk giderim verimlerine etkileri incelenmiştir.

GİRİŞ

Türkiye’de boya endüstrisi inşaat sektöründeki ilerlemelere paralel bir gelişim göstermekte ve toplam üretim seneden seneye artmaktadır. Üretimdeki artış oluşan atık su miktarlarına da yansımakta, bu nedenle de Türkiye’deki endüstriyel kirlenme açısından boya endüstrisi üzerinde önemle durulması gereken endüstri dallarından birini oluşturmaktadır. Boya endüstrisi atık sularının alıcı ortamlara deşarj edilmeden önce hem ekonomik açıdan uygun hem de çevre korunması bakımından yeterli bir düzeyde arıtımı için gerekli arıtma yöntemlerinin belirlenmesi ger Günümüz koşullarında boyar maddelerin giderilmesi genellikle iki aşamada gerçekleşir. Bunlar fiziksel ve kimyasal yöntemlerdir. Adsorpsiyon, kimyasal çökelme, iyon değiştirme ve membran prosesler kullanılan proseslere örnektir. Bu yöntemler

mühendislik açısından değerlendirildiğinde membranla ayırma düşük maliyet, çevre dostu olması, yüksek giderim verimi ve enerji tasarrufuyla diğer proseslerden daha fazla avantaja sahiptir¹. Bu amaçla çalışmada boya endüstrisi atıksuyundan polimerik kompozit membran kullanılarak renk giderimi hedeflenmiştir.

DENEYSEL

MALZEME

Çalışmada kullanılan polimerik kompozit NF90 nanofiltrasyon membranı DOW FİLTEC firmasından elde edilmiştir. Deneylerde kullanılan atıksu ise Türkiye’de bulunan bir boya fabrikasından alınmıştır.

YÖNTEM

Deneysel çalışmada kullanılan çapraz akış nanofiltrasyon sistemi (SEPA CF, Sterlitech) kullanılmıştır. Çalışmada farklı membran basınçlarının (10, 15, 20 bar) renk giderim verimi üzerine etkileri incelenmiştir. Süzüntü suyundaki renk 5, 15, 30, 45, 60, 90 ve 120 dakikalarda UV-vis spektrofotometre kullanılarak analiz edilmiştir. Eşitlik 1 kullanılarak renk giderim verimleri hesaplanmıştır.

% Renk giderme (R) verimleri Eşitlik (1)'ye göre hesaplanmıştır

$$\% R = ((A_0 - A_i) / A_0) * 100$$

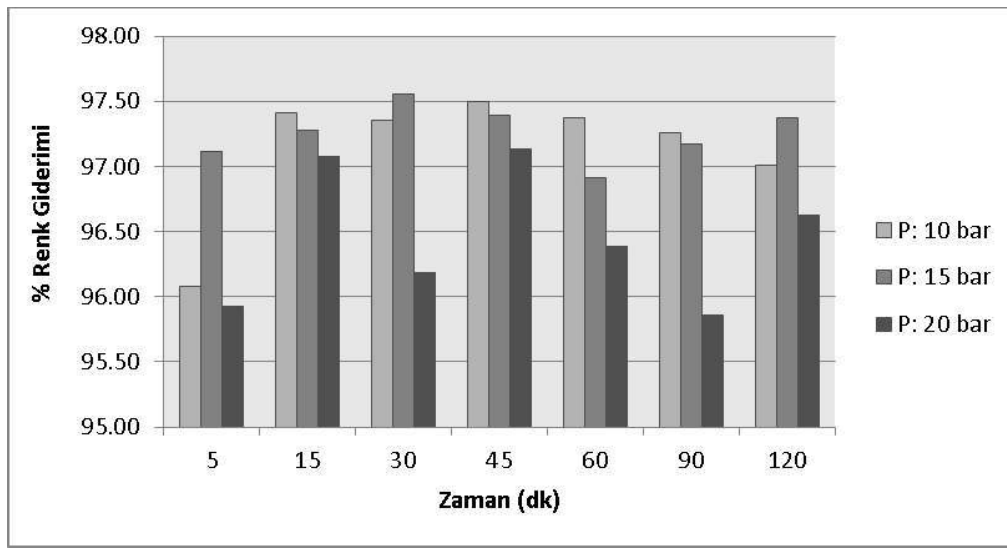
(1)

Burada; A_0 ve A_i değerleri sırasıyla besleme ve süzöntü absorbans değerlerini göstermektedir.

TARTIŞMA

Membran filtrasyonunda sürücü kuvvet olan basınç, önemli bir işletme parametresidir. Şekil 2 ve 3'te iki farklı besleme sıcaklığında (25 ve 35°C) uygulanan basınç farkı (ΔP) ile renk giderim verimlerinin değişimi gösterilmiştir.

Şekil 1'de görüldüğü gibi renk gideriminin 10,15 ve 20 bar için sırasıyla %97,5 , %97,56 ve %97,13 değerleri elde edilmiştir. Böylece basıncın renk giderimi üzerinde çok büyük bir etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir.



Şekil 1. 25°C'de 10-15 ve 20 bar basınçlarda boya atık suyu için zamana karşı renk giderim verimi

Puspasari vd. tarafından (2016), boya atık suyunun tekrar kullanımı için ince film selülozlu kompozit membranın uygulanması araştırılmıştır. Yüksek tuz / boya seçiciliği ve yüksek akı ile düşük maliyetli zarların kullanımı, boya atık suyunun ekonomik ve çevre dostu bir uygulaması için idealdir. Burada, trimetilsilil selülozdan hazırlanan rejenere selüloz zarlar yapay boya atıklarının muamele edilmesi için incelenmiştir. Deneylerde, Kongo Kırmızısı içeren bir besleme ve yüksek NaCl konsantrasyonunu kullanarak, membran yüksek akış ile birlikte sıfır tuz giderimi ile boya çıkarma özelliğine sahip olduğu görülmüştür².

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada çapraz akış membran yöntemi ile polimerik kompozit membran olan NF 90 kullanılarak boya endüstrisi atıksuyundan renk giderimi araştırılmıştır. Renk gideriminin çalışılan tüm basınçlarda çok yüksek olduğu bulunmuştur. Bu çalışmaya göre boya endüstrisi atıksuyundan renk giderimi için polimerik kompozit membranın etkin bir şekilde kullanılabileceği görülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bu çalışmanın devamında farklı endüstrilerin atıksulardan renk giderilmesinde farklı özellikteki polimerik kompozit membranlarının performansları karşılaştırılabilir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmada Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Araştırma Fonu tarafından desteklenmiştir (Proje no: 201215031).

KAYNAKLAR

¹ Gökşen, S. 2003. “Boya Endüstrisi Atıksularının Arıtılabilirliği”,Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, s. 133.

² Puspasari T. Peinemann K. 2016. “Application of thin film cellulose composite membrane for dye wastewater reuse, Journal of Water Process Engineering”, 13, 176-182.

Thermal Characterization of Wool-Polyamide Blended Yarns

KAYNAK E¹, ÜREYEN M E^{2,3}, TORSUN M⁴ and KOPARAL A S⁵

¹Anadolu University Chemical Engineering Department,

²Anadolu University Fashion and Textile Design Department,

³Anadolu University, Civil Aviation Research Center,

⁴Kadifeteks Mensucat San. A.Ş.,

⁵Anadolu University Environmental Engineering Department

elifkaynak@anadolu.edu.tr

AIM

This work aims at investigating the thermo-oxidative degradation mechanism of wool (WO)-polyamide(PA) blends. The degradation products are identified by means of evolved gas analysis.

INTRODUCTION

Wool and its blends have a variety of end-uses in aircraft cabins, e.g.; upholstery, floor coverings etc ¹. Intrinsic flame retardancy of wool products is not sufficient to comply with the requirements established by aviation organizations. A limited number of flame retardant chemistries have been developed up to date and are currently in use. Among the other factors; it is crucial to evaluate the thermal degradation and pyrolysis mechanism of the fiber alone and in blends in order to understand the effects of flame retardants.

Under air the thermal degradation of PA 6.6 reportedly takes place in two steps ². The first step which starts at 380°C is assigned to the decomposition of polymer and the second step which starts at 450°C is assigned to the oxidation of char. Three major mass loss steps were investigated for the thermal degradation of wool in the presence of oxygen³. The first step that ends at approximately 120°C is associated to the loss of absorbed water. The pyrolysis of wool takes place at the second step which starts a little above 200°C. The oxidative destruction occurs at the third step which starts above 400°C. Obviously the combination of polyamide and wool fibers will result in a different mechanism of thermal degradation.

Kinetic analysis of thermogravimetric data enables the quantitative expression of the mechanism of thermal degradation. Invariant kinetic parameters (IKP) method was adopted to this work to compute the kinetic parameters from thermogravimetric data. This method which was developed by Leskinovich and Levchik⁴ and later used for the determination of kinetic parameters of polymers⁵ allows for the determination of kinetic parameters without using

any assumption based on the form of kinetic degradation function thus, the values obtained are intrinsic characteristics of the system.

In general the rate of a reaction is expressed as:

$$d\alpha/dt=f(\alpha)k(T) \quad (1)$$

In Eq.1 α is the degree of conversion and $f(\alpha)$ is a specific function. The rate constant, k , depends on temperature and is not constant throughout the process. The temperature dependency of k , is explained by the Arrhenius equation:

$$k(T)=A\exp(-E/RT) \quad (2)$$

In Eq.2, A is the frequency factor, E is the activation energy and R is the universal gas constant. Linear heating rate, β , is expressed as:

$$\beta=dT/dt \quad (3)$$

Substituting Eq.s 2 and 3 in Eq.1, the following is obtained assuming the integral of $\exp(-E/RT)$ between the limits 0 and T_0 is very small:

$$g(\alpha) = \frac{A}{\beta} \int_0^T \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) dT \quad (4)$$

Coats&Redfern method⁶ and the iterative procedure by Orfaó⁷ were used for the solution of the temperature integral.

The following relation is obtained by integration using Coats&Redfern method:

$$\ln \left[\frac{g_j(\alpha_{iv})}{T_{iv}^2} \right] = \ln \left(\frac{A_{jv}R}{\beta_{jv}E_{jv}} \right) - \frac{E_{jv}}{RT_{iv}} \quad (5)$$

The iterative procedure by Orfaó is applied using:

$$\ln \left[\frac{g_j(\alpha_{iv})}{T_{iv}^2 Q(E/RT)} \right] = \ln \left(\frac{A_{jv}R}{\beta_{jv}E_{jv}} \right) - \frac{E_{jv}}{RT_{iv}} \quad (6)$$

For a fixed heating rate, the apparent activation energy (E_{jv}) and frequency factor (A_{jv}) are calculated using 21 conversion functions. According to Eq.7 a

compensation effect exists if a linear relation between E and $\ln A$ is observed.

$$\ln A_{jv} = B_v + I_v E_{jv} \quad (7)$$

Finally, the true values of activation energy and frequency factor are computed from the slope and intercept of the I_v vs B_v .

$$B_v = \ln A_{inv} - I_v E_{inv} \quad (8)$$

MATERIALS AND METHODS

Wool (23 μ , 68 m) and polyamide (3.3 dtex, 85-90 mm, white, semi dull) fibers in top form were blended on gilling machine in three different ratio (100%WO, 90% WO-10% PA and 80% WO-20%PA). Nm 36/1 yarns were spun on ring spinning machine and doubled to produce Nm 36/2 yarns by ring doubling machine. Yarn samples were scoured using a non-ionic detergent and the composition of yarn samples was determined according to Method 2 described in TS1700. Thermal analysis of yarns were carried out by STA equipment (STA Q6000, Perkin Elmer) at various heating rates ($\beta=5^\circ\text{C}/\text{min}$, $10^\circ\text{C}/\text{min}$, $\beta=15^\circ\text{C}/\text{min}$, $20^\circ\text{C}/\text{min}$) under air flow (50ml/min) up to 700°C . Approximately 5 mg of sample was used for the analysis. The real time spectra of the evolved gases were collected by a FTIR (Cary 600, Agilent Technologies) coupled to a thermal analyzer (SDT Q600, TA Instruments) with a heated transfer line. A MATLAB code generated in our laboratory was used for the calculation of kinetic parameters.

RESULTS AND DISCUSSION

Thermal degradation pattern of wool yarn is different than its blends (Fig.1). The onset of decomposition and peak of weight loss rate were shifted towards higher temperatures with the increasing PA content. 10% weight loss for 100%WO, 90% WO-10% PA and 80% WO-20%PA occurred at 249, 254, 257°C respectively. During the endothermic decomposition step, the peak of mass loss rate occurred at 274°C , 299°C and 300°C for 100%WO, 90% WO-10% PA and 80% WO-20%PA respectively. It is noteworthy to mention that at 435°C another peak of mass loss rate was observed for 80% WO-20%PA.

DSC curves in Fig.2 indicate that, for all samples, the endothermic process of decomposition take place in the temperature range of $220\text{--}300^\circ\text{C}$. The exothermic processes start at approximately 400°C . An example of analyses carried out at various heating rates for the calculation of the kinetic parameters is shown in Fig.3. The mass loss curves

shifted towards higher temperature region as the heating rate increased.

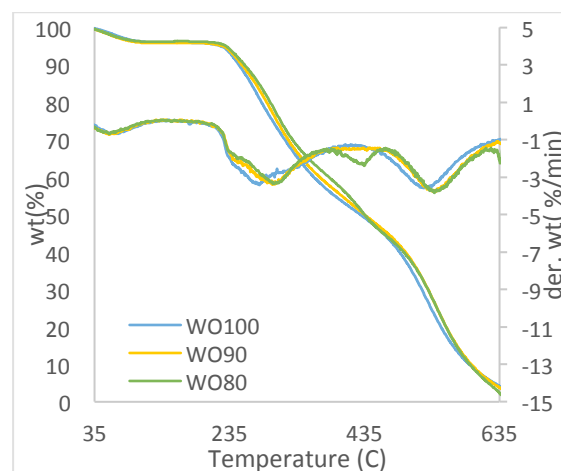


Figure 1 TG and DTG curves of wool blends at a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$

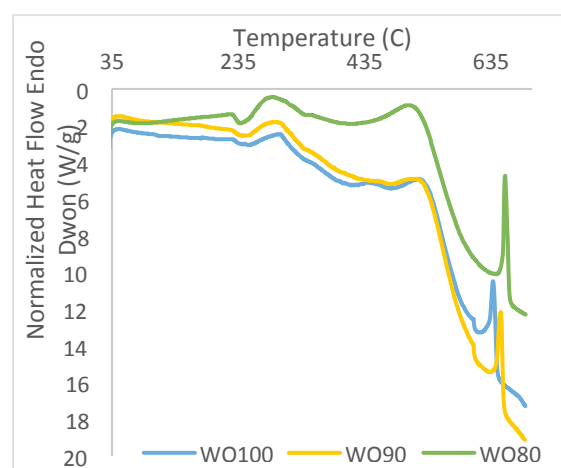


Figure 2 DSC curves of wool blends at a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$

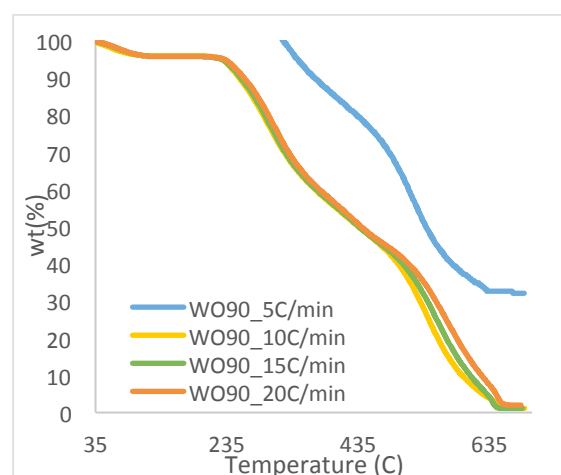


Figure 3 TG curves of WO 90%-PA 10% at various heating rates

CONCLUSIONS

The major steps of mass loss were identified by thermogravimetric analysis. Kinetics of thermal degradation of yarns were studied within these regions by IKP method. The gases evolved by the decomposition of 100%WO, 90% WO-10% PA and 80% WO-20%PA were analyzed at various temperatures.

FURTHER WORK

The evolved gases will further be analyzed by TG coupled with a GC/MS. The results of TG-FTIR and TG-GC/MS analyses will lead to a more comprehensive understanding of the degradation mechanism of wool and its blends.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was supported by Anadolu University Scientific Research Projects Commission under grant no. 1504F172.

REFERENCES

1. Horrocks AR, Anand SC, eds. Handbook of Technical Textiles: Technical Textile Applications. UK: Woodhead Publishing; 2000.
2. Apaydin K, Laachachi A, Ball V, et al. Intumescent coating of (polyallylamine-polyphosphates) deposited on polyamide fabrics via layer-by-layer technique. *Polymer Degradation and Stability* 2014;106:158-64.
3. Popescu C, Vasile M, Oprea C, Segal E. A thermogravimetric study of flame-proofed wool. *Thermochimica Acta* 1992;205:205-11.
4. Leskinovich AI, Levchik Sv. A method of Finding Invariant Values of Kinetic Parameters. *Journal of Thermal Analysis* 1983;27:89-94.
5. Dabrowski F, Bourbigot S, Delobel R, Bras ML. Kinetic modelling of the thermal degradation of polyamide-6 nanocomposite. *European Polymer Journal* 2000;36:273-84.
6. A. W. Coats JPR. Kinetic Parameters from Thermogravimetric Data. *Nature* 1964;201:68-9.
7. Órfão JJM. Review and evaluation of the approximations to the temperature integral. *AIChE Journal* 2007;53:2905-15.

Graphene Doped Polyaniline Coating on Wool-PA Fabric by In-Situ Polymerization for Increased Electrical Conductivity

URAZ Emre¹, PINAR Fırat¹, GERÇEL H. Ferdi¹

¹Anadolu University, Department of Chemical Engineering

hfgercel@anadolu.edu.tr

AIM

The aim of this study is to develop a fast and reliable method to increase the conductivity of commercial non-conductive fabrics.

INTRODUCTION

Textiles are fundamental for human life since it's early days. Until recent years textile industry focused on aesthetics and comfort. Technical textiles are a new breed of materials that focus on specific applications. Technical textiles usually employ blending polymers and additives with conventional textiles to achieve improved properties towards a specific application.

One way of modifying a textile is to improve its conductivity. Conductive fabrics can be used for muscle stimulation, RF and EMI shielding, thermal heating, antistatic applications and smart textiles. Conductivity may be achieved by using conductive fibers or conductive coatings. Carbon and metals such as nickel, copper, gold and silver are used to increase conductivity. A relatively new approach is to use conductive polymers as coating materials [1].

There are two conditions for having a conducting polymer: First, the polymer needs to have alternating single and double bonds. Second, the polymer structure has to be disturbed by oxidation or reduction. Well known conductive polymers are polypyrrole (PPy), polythiophenes (PT), poly(3,4-ethylenedioxythiophene) (PEDOT), polyacetylene (PA) and polyaniline (PANI).

PANI is a conducting polymer which attracted much attention due to its low cost, good conductivity and good thermal and environmental stability. PANI has different oxidation states. These states can be summarized as seen in Figure 1. The fully reduced state is leucoemeraldine state and fully oxidized state is called pernigraniline state. Half oxidized emeraldine base state is the conductive form of PANI when protonated [2].

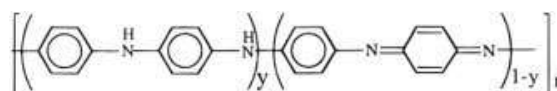


Figure 1. Structure of polyaniline [3]

Oxidative polymerization of PANI is generally conducted in acidic medium using ammonium persulfate (APS) as oxidant/initiator. Both temperature and pH has an effect on final MW of the polymer and kinetics of the reaction [4]. Polymerization kinetics of aniline (AN) is represented by the semi-empirical kinetic equation given below [5].

$$-d[AN]dt = -k_1[AN][APS] + k_2[AN][P]$$

Since its discovery in 2004 [6], graphene is a popular material owing to its excellent physical properties. Graphene is a single layer graphite consisting of sp^2 hybridized carbon atoms. The existence of 3 sigma bonds per carbon atom and delocalization of electrons result in good physical properties and zero effective charge carrier mass [7].

EXPERIMENTAL

Material

Aniline, ammonium persulfate, potassium permanganate, hydrazine monohydrate, hydrogen peroxide, sulphuric acid and hydrochloric acid were purchased from Merck and were used without further purification. Sodium nitrate was purchased from Sigma-Aldrich and used as received. Graphite was purchase from Morgan Karbon Grafit San. A.Ş.

The fabric used for the experiments is 90 wt% wool and 10 wt% polyamide with 0.61mm thickness.

Gamry Reference 3000 Potentiostat was used for conductivity tests.

Method

Graphene oxide was prepared using modified Hummers method [8]. Graphite and sodium nitrate were mixed in concentrated H_2SO_4 . Then,

potassium permanganate was added to the solution in an ice bath. H_2O_2 was added to end the reaction. Graphene oxide (GO) in the reaction medium was first washed with dilute hydrochloric acid and then repeatedly washed with water.

In-situ polymerization of aniline was done by oxidative polymerization of aniline with ammonium persulfate (APS). The fabric to be coated with polyaniline was kept in reaction medium for 30 minutes prior to polymerization. The fabric was washed with hydrochloric acid solution until the washing solution turned colorless and then washed with acetone again to remove the excess HCl.

GO was reduced to graphene (RGO) by reaction in acidic medium using hydrazine monohydrate at 95°C for 2 hours. The dried fabric was dipped in RGO solution, kept in APS solution for 30 minutes and then washed with water.

RESULTS AND DISCUSSION

GO was successfully prepared and reduced to be used as an additive. SEM image of prepared GO sample can be seen in Figure 2. EDS analysis showed that C/O ratio was 3.08 which is within the range reported in literature.

Polymerization was carried out at different temperatures to see the effect of coating quality on the fabric. It was seen that at lower temperatures, polymerization initiation was slower, but the separation of the phases was more distinctive.

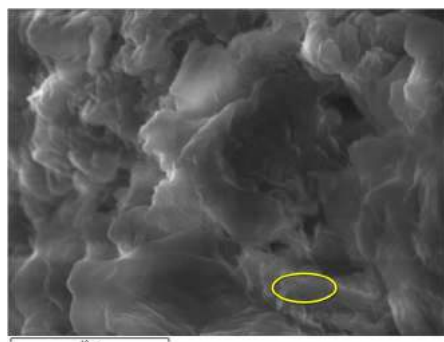


Figure 2. SEM image of prepared GO

In-situ polymerization over the fabric at 0°C resulted in a homogenous, very thin polyaniline layer over the fabric. The images of the fabric before and after the polymerization can be seen in Figure 3.

CONCLUSIONS

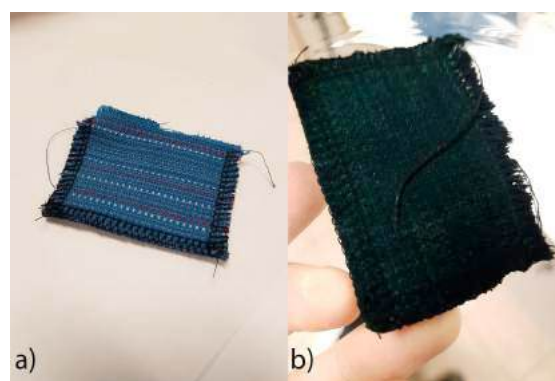


Figure 3. (a) Fabric before polymerization (b) Fabric after polymerization

Coating by dipping the fabric in a polyaniline solution is impossible without using additives since the polymer solution does not wet the surface readily as shown in Figure 4.



Figure 4. 15 minutes after polyaniline solution dropped on the fabric

The resistivity of polyaniline coated fabric was measured as $3.2 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$. Polyaniline coated was 3.6 wt% of the fabric. The resistivity of polyamide is about $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$ and can be decreased to $1.8 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ by adding 10 wt% carbon black or $1.7 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ by adding 10 wt% carbon nanotubes [9]. These results are summarized in Table 1.

Table 1. Effects of various additives on the resistivity of PA fibers

Polymer	Additive/coating	Wt% of additive	R ($\Omega \cdot \text{cm}$)
PA	-	-	10^{12}
PA	Carbon black	10	1.8×10^5
PA	Carbon NT	10	1.7×10^3
PA-wool (this study)	Polyaniline coating	3.6	3.2×10^3
PA-wool (this study)	Polyaniline coating + RGO	3.6+1.3	1320

In-situ polymerization of aniline on PA/wool fabric was successfully conducted and the fabric was

coated with a thin polyaniline film. Polymer coating decreased the resistivity of the fabric from 10^{12} to $3.2 \times 10^3 \Omega \cdot \text{cm}$. This method proved to be more efficient than other methods such as blending carbon black and CNT to the polymer as far as surface conductivity is concerned. Addition of RGO reduced resistivity further to $1320 \Omega \cdot \text{cm}$. In-situ polymerization on non-conductive fibers can be a way to use traditional textiles in more demanding applications.

FUTURE WORK

A more detailed study to improve the adhesion of RGO to polyaniline and to the fabric will be conducted as well as further electrical tests such as cyclic voltammetry for possible application for super capacitors.

REFERENCES

1. Grancaric A. M., Jerkovic I., Koncar V. et al., Conductive Polymers for Smart Textile Applications, *Journal of Industrial Textiles*, 2017, 1-31
2. Li Tang, Zhaokun Yang, Fang Duan, Mingqing Chen, Fabrication of graphene sheets/polyaniline nanofibers composite for enhanced supercapacitor properties, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 2017
3. G. Louarn, M. Lapkowski, S. Quillard, A. Pron et al., Vibrational Properties of Polyanilines Isotope Effects, *J. Phys. Chem.* 1996, 100, 6998-7006
4. P.N. Adams, P.J. Laughlin, A.P. Monkman, Synthesis of high molecular weight polyaniline at low temperatures, *Synthetic Metals*, 1996, 157-160
5. K. Tzou, R.V. Gregory, *Synth. Met.*, Kinetic study of the chemical polymerization of aniline in aqueous solutions, 1992, **47**, 267-277
6. K. S. Novoselov, et al, Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films, 2004, *Science* 306, 666
7. Robert J. Young, Ian A. Kinloch, Lei Gong, Kostya S. Novoselov, The mechanics of graphene nanocomposites: A review, 2012, 72:12, 1459-1476
8. Xu, C., Sun, J., Gao, L.: Synthesis of novel hierarchical graphene/polypyrrole nanosheet composites and their superior electro-chemical performance. *J. Mater. Chem.*, 2011, 21, 11253–11258
9. Olaf Meincke, Dirk Kaempfer, Hans Weickmann et al., Mechanical properties and electrical conductivity of carbon-nanotube filled polyamide-6 and its blends with acrylonitrile/butadiene/styrene, 2004, 45:3, 739-748

Determination of Thermal Degradation Mechanism of Flame

Retardant Epoxy Resin by TGA-FTIR

KARAER, Fadime^{1*}, AKYILDIZ, Uğur², ÜREYEN Mustafa E.^{3,4}, KOPARAL, A. Savaş¹

¹ Anadolu University, Faculty of Engineering, Environmental Engineering Department, İki Eylül Campus
Campus Eskişehir 26555, Turkey

²SPM Composite and Advanced Material Technologies, Ankara, Turkey

³ Anadolu University, Faculty of Architecture and Design, Fashion and Textile Design Department,
Yunusemre Campus, Eskişehir, 26473, Turkey

⁴ Anadolu University, Civil Aviation Research Center, İki Eylül Campus Eskişehir 26555, Turkey
[*fadimek@anadolu.edu.tr](mailto:fadimek@anadolu.edu.tr)

AIM

In this study, selected environmental friendly flame-retardant materials for epoxy resin aiming fiber-reinforced polymer composites using were investigated. Within the scope of the study, five different types of flame retardant additives were added to the epoxy resin system and thermal degradation behaviours of the composites were evaluated by simultaneous TGA-FTIR system.

INTRODUCTION

It is stated that the main cause of the life losses due to the fires is the inhalation of toxic gas or smoke before the flame reaches the people during the combustion. The approach was adopted to the use of flame retardant materials used to reduce or prevent fire damage in building, furniture and transport. For this reason, production and use speeds of these flame retardant materials has greatly increased because these material have to meet the flammability standards defined by authorities¹. However, this approach can not reduce the number of vital losses or injuries that occur in fires at the desired amount because it ignores mostly the problem of toxic gas and smoke formation^{1,2,3}. The main reason is that the flammable materials used in polymers is pyrolyzed during exposure to heat and produces more toxic combustion products than the gases resulting from the ignition of untreated polymeric materials^{3,4,5}. For example, the combustion products of untreated wool fabric under flaming conditions are CO₂, CO, NO_x and water, while hydrogen cyanide and organocyaninides are formed during pyrolysis. It is known that the most of the deaths during fire are caused by the poisoning of carbon monoxide and hydrogen cyanide conjugation⁵.

Halogenated aliphatic or aromatic carbon-based flame retardant additives containing F, Cl, and Br were used in form of organo-bromine and organo-

chlorine compounds⁴. Although these additives provide flammability performance at a good level, restrictions have been placed on their use due to the formation of toxic by-products such as HBr, HCl, HF, and tetrabromo bisphenol A, which are formed in smouldering conditions. Commonly used environmental friendly flammable materials are inorganic compounds such as aluminium hydroxide, aluminium polyphosphate, antimony trioxide, zinc borate and silicon oxide, halogenated organic compounds such as tetrobromobis phenol and decobromobis phenyl, organophosphorus compounds and phosphorus- nitrogen based the compounds^{6,7}. These compounds listed above have taken place of halogenated flame retardant additive materials because of environmental problems caused by them.

Flame retardant polymeric materials should be investigated for smoke and toxic gases released in combustion and pyrolysis conditions even if new generation environmental friendly flame retardant material are used to increase thermal stability^{8,9}. The chemical structure of the polymer directly affects the formation of fumes and toxic products⁴. The addition of flame-retardant systems to polymeric materials increases the efficiency and proportion of toxic and irritant combustion products throughout the fire. Previous studies¹⁻⁹ showed that simultaneous thermogravimetric analysis and FTIR were successfully used for the evaluation to thermal degradation behaviour of polymeric material in micro-scale conditions.

Epoxy resins are dominant position in high performance material owing to their excellent mechanical and chemical resistance although they require to be improved their thermal stability especially in aerospace and defence industries. In this study two groups flame retardant material were used to enhance thermal resistance of epoxy resin and the effect of these materials on thermal

45

nearly (2 % weight). Effect of flame-retardants on epoxy resin decomposition behaviour was determined. Extracted spectrums of each sample in maximum mass loss point FR epoxy laminates are similar to control epoxy resins. When temperature reaches 390 °C, -CH₃ peaks between 2974-2850 cm⁻¹ were suppressed in FR epoxy laminates and CO and CO₂ peaks intensity were increased at 2358-2450 cm⁻¹.

FUTURE WORKS

TGA-FTIR results can be supported GC-MS to investigate other thermal gas phase products. Also, results obtained from TGA-FTIR system, as micro scale analysis can also be correlated by the cone calorimeter-FTIR system.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was financially supported by the Anadolu University Scientific Research Projects Commission under grant no: 1706F387.

REFERENCES

1. Cyrus, J., et al., *Simultaneous thermal analysis/mass spectrometry and off-line combustion-gas chromatography experiments of new duroplastic materials without halogen as flame retardants*. Journal of analytical and applied pyrolysis, 1995. **34**(2): p. 157-172.
2. Hörold, S., *Phosphorus flame retardants in thermoset resins*. Polymer Degradation and Stability, 1999. **64**(3): p. 427-431.
3. Luda, M., A. Balabanovich, and G. Camino, *Thermal decomposition of fire retardant brominated epoxy resins*. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2002. **65**(1): p. 25-40.
4. Luda, M., et al., *Thermal decomposition of fire retardant brominated epoxy resins cured with different nitrogen containing hardeners*. Polymer degradation and stability, 2007. **92**(6): p. 1088-1100.
5. Mouritz, A., Z. Mathys, and A. Gibson, *Heat release of polymer composites in fire*. Composites Part A: Applied science and manufacturing, 2006. **37**(7): p. 1040-1054.
6. Mauerer, O., *New reactive, halogen-free flame retardant system for epoxy resins*. Polymer Degradation and Stability, 2005. **88**(1): p. 70-73.
7. Perret, B., et al., *Novel DOPO-based flame retardants in high-performance carbon fibre epoxy composites for aviation*. European Polymer Journal, 2011. **47**(5): p. 1081-1089.
8. Shi, Y., et al., *Graphitic carbon nitride/phosphorus-rich aluminum phosphinates hybrids as smoke suppressants and flame retardants for polystyrene*. Journal of Hazardous Materials, 2017. **332**: p. 87-96.
9. Wu, C.S., et al., *Thermal stability of epoxy resins containing flame retardant components: an*

evaluation with thermogravimetric analysis. Polymer degradation and stability, 2002. **78**(1): p. 41-48.

Kumaş Dökümlülüğü İçin Görüntü Analizi Temelli Objektif Bir Ölçüm Sisteminin Geliştirilmesi

SÜVARİ Fatih, ŞEREFÖĞLU Mert Erdem, AŞIKTOPRAK Burak, HASANOĞLU Ayhan
Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bursa, Türkiye
suvari@uludag.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı görüntü analizi tekniklerinden yararlanarak kumaş dökümlülüğünü objektif olarak ölçebilen özgün bir ölçüm sistemi tasarlamaktır. Tasarım esnasında dikkate alınan diğer önemli hususlar ise, geliştirilen bu sistemin var olan ölçüm sistemlerine nazaran daha hızlı ölçüm yapabilmesi, kolay taşınabilmesi ve farklı ışıklılık ortamlarında da doğru sonuçlar verebilmesidir.

GİRİŞ

Tekstil yüzeylerinin tarih boyunca en önemli özelliklerinden biri yapının kolay eğilebilirliği olmuştur. Eğilebilir olup mekanik özelliklerini uzun süre muhafaza eden malzemelerin başında kumaşlar gelmektedir. Günlük kıyafetlerden ev tekstili ürünlerine kadar bu özellik kumaşlarda aranmaktadır. Kumaşa dokunulduğunda sübjektif olarak kumaş eğilebilirliği ile ilgili bir karara varılabirse de, bu hissiyatın objektif olarak ölçülmesinin gerekliliği aşikârdır. Dökümlülük, kumaşın eğilebilirliği ile ilgili bir özellik olup, kumaşın kendi ağırlığı altında şekil değiştirme davranışı olarak tanımlanmaktadır¹. Kumaşın dökümlülük özelliği yaygın olarak “Cusick” dökümlülük cihazı ile ölçülmektedir (Şekil 1). Cihaz, numune tablası, konkav ayna ve ışıklandırma sisteminden oluşur².



Şekil 1. Dökümlülük ölçüm cihazı

DENEYSEL

Malzeme

Kumaş dökümlülük özelliğinin ölçümü için 5 farklı tipte dokuma kumaş 4/1 saten örgüde üretilmiştir. Tüm kumaşlarda aynı tip çözgü ipliği kullanılmıştır. Çözgü ipliği 50/72 yarı-mat 600 turlu (Z) polyester ipliklidir. Üretilen kumaşların atkı iplikleri farklıdır. Kumaşlarda kullanılan atkı iplik özellikleri Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1. Kumaşlarda kullanılan atkı iplik özellikleri

Kod	Atkı ipliği (Ne) no	İplik tipi
1	20/1	Kesik elyaf polyester
2	20/1	Viskon
3	40/1	Kesik elyaf polyester
4	40/1	Viskon
5	36/2	Poliviskon

Yöntem

Dokuma kumaşların öncelikle TS 9693 standardına uygun olarak “Cusick” dökümlülük cihazında dökümlülük katsayısı tayinleri yapılmıştır. Bunun için kumaşlar 24 saat kondüsyonlanmış, kalıp kullanılarak dairesel formda kesilmiştir. Ölçümde kullanılmak üzere yarı saydam aydıngeer kâğıtları dairesel olarak kesilmiş ve ağırlıkları ölçülmüştür. Bu ön hazırlıklardan sonra, kumaşlar ilk olarak numune tablasına sabitlenmiştir. Kumaşların dökümlü haldeki gölgesi konkav ayna ve ışık vasıtasıyla önceden dairesel olarak kesilmiş yarı saydam aydıngeer kâğıdı üzerine düşürülmüştür.

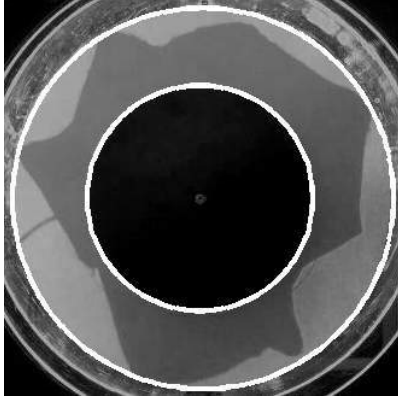
Kâğıt üzerindeki gölge alanın sınırları yine aydıngeer kâğıdı üzerine elle çizilmiştir. Çizim dışında kalan bölge makas ile kesilerek uzaklaştırılmış, kalan kâğıt ağırlığı tartılmıştır. Bu ağırlık değerinin, aydıngeer kâğıdının kesilmeden önceki ağırlığına oranı dökümlülük katsayısı olarak hesaplanmıştır.

Geliştirilen ölçme yöntemi

“Cusick” dökümlülük cihazında elde edilen kumaş gölge görüntülerinin fotoğrafları çekilerek bilgisayara aktarılmıştır. MATLAB yazılımında hazırlanan bilgisayar programı vasıtasıyla dökümlülük katsayıları hesaplanmıştır. Geliştirilen bilgisayar programı aşağıda verilen sırada görüntü analizi tekniklerini kullanarak hesaplamaları gerçekleştirmektedir:

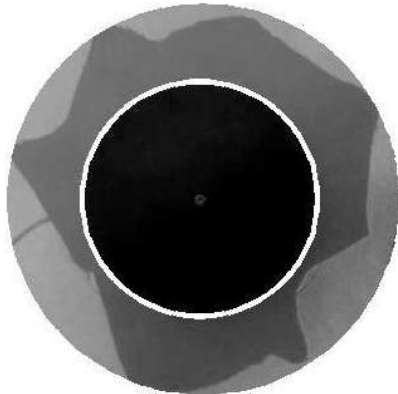
- Görüntünün gri renk tonlarına çevrilerek 0-255 arasında sayı matrisine dönüştürülmesi

- Daire formundaki kâğıt ve tabla sınırlarının tespiti, en uygun çember koordinatlarının bulunması, çember merkezi ve yarıçapının elde edilmesi (Şekil 2)



Şekil 2. Daire sınırlarının görsel gösterimi

- Dış çember dışında kalan her matris elemanına 255 değerinin atanması (Bu işlem sonucu oluşan görüntü Şekil 3'te verilmiştir)



Şekil 3. Çember dışı alanın temizlenmesi

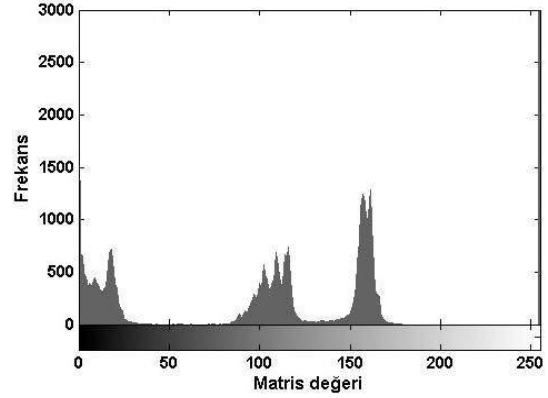
- Ölçüm yapılan ortamdaki dış ışıklandırma sebebiyle görüntü üzerinde Şekil 3'de fark edilebilecek ışık gradyanının sonuçlar üzerindeki etkisini azaltmak için görüntü matrisinin ışık geliş doğrultusuna dik iki parçaya bölünmesi

- Görüntü matrisi histogramından tabla, kumaş gölgesi ve aydınlık bölge sayısal değer aralıklarının tespiti (Şekil 4), alanların hesaplanması

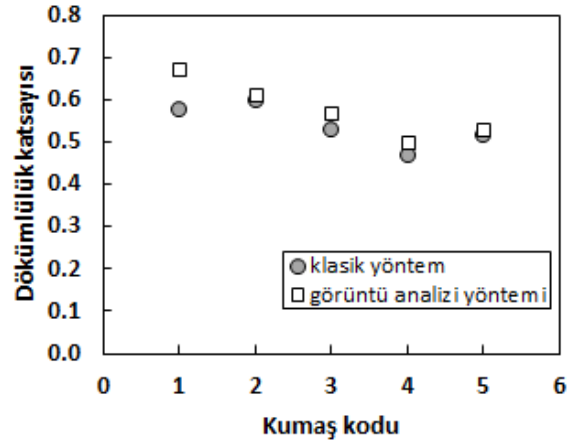
DENEYSEL SONUÇLAR

5 adet kumaşın dökümlülük katsayıları önce klasik kesme ve tartma yöntemine göre, ardından görüntü analizi teknikleri kullanılarak geliştirilen bilgisayar programı vasıtası ile hesaplanmıştır. Sonuçlar Şekil

5'da verilmiştir. İki farklı yöntemle elde edilen sonuçların arasındaki ilişkinin derecesini belirlemek için korelasyon katsayısı hesaplanmıştır. 0.89 değeri elde edilmiştir.



Şekil 4. Görüntü matrisi histogramı



Şekil 5. Dökümlülük katsayısı ölçüm sonuçları

GENEL SONUÇLAR

Görüntü analizi teknikleri kullanılarak kumaş dökümlülüğünü objektif ölçen özgün bir ölçüm sistemi tasarlanmıştır. Yüksek sayılabilecek korelasyon katsayısı elde edilmiştir. Hızlı ve pratik ölçüm yapılabilmektedir. Farklı ışıklılık ortamlarında da doğru sonuçlar verebilmesi için sonraki dönem çalışmaları planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Plattürk, G. G. & Kılıç, M. Kumaş Dökümlülüğünün Görüntü Analizi Temelli Yöntemlerle Ölçülmesi. *Tekst. ve Mühendis* **21**, (2014).
2. Sanad, R., Cassidy, T. & Cheung, T. L. V. Fabric and garment drape measurement-part 1. *J. Fiber Bioeng. Informatics* **5**, 341–358 (2012).

Atık Ahşap Tozlarının Cam Elyaf/Epoksi Polimer Kompozitlerin Yapısına Katılabilirliğinin İncelenmesi

YILDIRIM Ferhat¹, AYDIN Mustafa², AVCI Ahmet³

¹Dumlupınar Üniversitesi, Simav Teknoloji Fakültesi, Endüstriyel Tasarım Mühendisliği Bölümü, Simav-Kütahya

²Celal Bayar Üniversitesi, Hasan Ferdi Turgutlu Teknoloji Fakültesi, Makine ve İmalat Mühendisliği Bölümü, Manisa

³Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Konya
ferhat.yildirim@dpu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada atık ahşap tozlarının cam elyaf/epoksi polimer kompozitlerin yapısına katılabilirliği ve bazı mekanik özelliklerine olan etkilerinin incelenmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Kompozitler; hafiflik, yüksek mekanik dayanım, korozyon direnci gibi özellikleri sayesinde oldukça yaygın kullanılan yeni nesil malzemelerdendir. Gelişmekte olan otomotiv, havacılık, savunma v.b. endüstriler ise bu tip malzemelere olan talebi her geçen gün arttırmaktadır¹⁻³. Yeni malzeme üretme çalışmalarında ise mevcut malzemeleri çeşitli takviyelerle destekleyerek hibrit yapılar elde etmek önemli yer tutmaktadır. Malzemelerin yapısal özelliklerinin partikül takviyesi ile geliştirilebilmesi bu yöntemlerin yaygınlaşmasını sağlamıştır⁴⁻⁶. Fakat nano ve mikro ölçekli katkı malzemelerinin pahalı ve zahmetli yöntemlerle üretilmesi nihai ürünün ekonomik ulaşılabilirliğini olumsuz yönde etkilemektedir. Bunun yanında bazı malzemelerin imalat operasyonlarından kalan ve çöp niteliğindeki artıkları ise potansiyel takviye malzemesi özelliği taşıyabilmektedir. Örneğin orman ürünlerinden çok yönlü yararlanmanın gerçekleştiği günümüzde, yalnız ağaç malzemenin on binlerce farklı ürün elde edilmektedir. Bu kadar geniş kullanım yeri bulabilen ağaç malzemenin değeri, tüketimi ve dünya nüfus artışına bağlı olarak orman varlığının çeşitli sebeplerle azalması göz önüne alındığında sürekli artmaktadır. Bu nedenle, ağaç malzemenin ekonomik ve rasyonel şekilde değerlendirilmesi zorunlu hale gelmiştir⁷. Küresel ısınma kaynaklı iklim değişikliği belirtilerinin hemen her bölgede hissedildiği dünyamızda yaşam döngüsü açısından önem arz eden ormanlarımızı ve lignoselülozik esaslı hammadde kaynaklarını daha verimli kullanmak amacıyla en ufak atıklarına kadar

değerlendirmek hem maliyeti düşürmek hem de doğada kaybolma sürecini hızlandırmak açısından oldukça önem arz etmektedir⁸. Bu kapsamda ahşap polimer kompozit (Wood Polymer Composite-WPC) malzemeler türetilerek başlı başına bir endüstri oluşturulmuştur. Bu kapsamdaki polimer malzemeler ise genellikle polipropilen (PP), polietilen (PE) ve polivinil klorür (PVC) gibi termoplastik malzemelerdir^{9,10}. Hazırlanan çalışmada ise atık ahşap tozlarının cam elyaf/epoksi polimer kompozitlerin yapısına katılabilirliği ve çekme ile üç nokta eğilme dayanımlarına olan etkileri incelenmiştir.

DENEYSEL

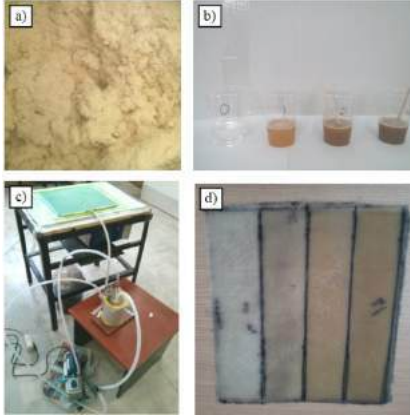
Malzeme

Çalışmada destek malzemesi olarak 300 gr/m² yoğunluklu cam elyaf kumaş ve matris malzemesi olarak HEXION MGS L-160 ve H-160 ticari kodlu epoksi reçine sistemi kullanılmıştır. Ahşap tozu atık sarıçam (pinus sylvestris) talaşından elde edilmiştir. Sarıçam ağacının kütük haldeyken ki yoğunluğu %8 nemde 0,39 gr/cm³ olup¹¹, elenmiş toz formda ölçülen görünür yoğunluğu 0,163 gr/cm³'tür. Ortalama boyut ise 91-109 µm aralığındadır.

Yöntem

Ağırlıkça %1, %3 ve %5 oranlarında ahşap tozu takviye edilmiş epoksi reçine (reçine:sertleştirici oranı 4:1) el ile tabakalama yöntemi kullanılarak 6 kat halinde elyaflara tatbik edilmiştir. Yapı içerisinde hava kabarcığı oluşumunu en aza indirebilmek için vakum ortamına alınan elyaflar oda sıcaklığında 24 saat kürlenmeye bırakılmıştır. Elde edilen kompozit levhadan kesilen numuneler; ASTM D-3039 standardına göre 2 mm/dk hızda çekme deneyine ve ASTM D-7264 standardına göre 3 mm/dk hız ile 80 mm destek kiriş genişliğinde üç nokta eğilme deneyine tabii tutulmuşlardır. Şekil

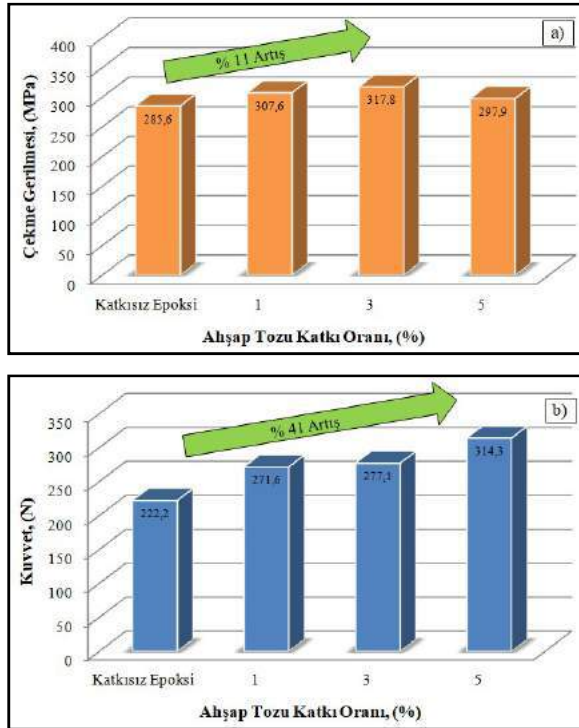
1’de kullanılan malzemeler, üretim sistemi ve üretilmiş kompozit levha verilmektedir.



Şekil 1.a) Ortalama 91-109 μm boyutunda elenmiş ahşap tozu, b) Ahşap tozunun epoksi ile karıştırılması, c) Vakum uygulaması, d) Ahşap tozu takviye edilmiş cam elyaf/epoksi kompozit levha.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Deneylerden elde edilen sonuçlara göre cam elyaf/epoksi kompozit yapıya katılan %3 oranında ahşap tozu, kompozitin çekme dayanımının 285,6 MPa’dan 317,8 MPa’ya yükselmesini sağlamıştır. Benzer biçimde üç nokta eğilme deneyi sonuçlarına göre maksimum eğilme kuvveti % 5 oranında ahşap tozu ilavesinde 222,2 N’dan, 314,3 N’a yükselmiştir. Sonuçlar Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2.a) Çekme deneyi sonuçları, b) Üç nokta eğilme deneyi sonuçları.

GENEL SONUÇLAR

Yüksek maliyetli nano tozlar yerine, atık talaştan elde edilmiş mikro ölçekli ahşap tozu, tabakalı cam elyaf/epoksi kompozitin yapısına başarıyla tatbik edilmiştir. Deneysel sonuçlara göre yapıya katılan ahşap tozu kompozitin çekme dayanımını %11 eğilme dayanımını ise %41 oranında geliştirmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Farklı ahşap türlerinin tozları, farklı ölçekli veya modifiye edilmiş artık malzemeler de incelenebilir.

KAYNAKLAR

- [1] Yıldırım, F. 2016. “Karbon Nano Tüp Ve SiO₂ Nano Parçacık Takviyeli Üç Boyutlu Cam Elyaf-Epoksi Kompozitlerin Üretimi Ve Karakterizasyonu”, Doktora Tezi, Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kütahya.
- [2] Mirik, M. 2010. “Karbon Nanotüp Takviyeli Yüksek Yoğunluklu Polietilen (YYPE) Nanokompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya.
- [3] Arı, A.G. 2009. “Polimer Nanokompozitlerin Özelliklerine Değişik Nanopartiküllerin Etkisinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [4] Acar, V., Akbulut, H., Sarıkanat, M., Seydibeyoğlu, M.Ö., Seki Y., Erden S. 2013. “Karbon Elyaf Takviyeli Prepreg Kompozitlerde Arayüzey Mekanizmasının Karbon Nanoyapı Katkısıyla İyileştirilmesi”, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 10, 43-51.
- [5] Lubineau, G., Rahaman, A. 2012. “A Review of Strategies for Improving the Degradation Properties of Laminated Continuous-Fiber/Epoxy Composites with Carbon-Based Nano Reinforcements”, Carbon, 50, 2377-2395.
- [6] Hudnut, S.W., Chung, D.D.L. 1995. “Use of Submicron Diameter Carbon Filaments for Reinforcement Between Continuous Carbon-Fiber Layers in a Polymer-Matrix Composite”, Carbon, 33(11):1627-31.
- [7] Çehrel, T. H. 1981. “Yönlendirilmiş Yongalı Levhaların Üretimi, teknolojik özellikleri ve kullanma Yerleri”, K.T.Ü. Orman Fakültesi Dergisi, 4(1), 98-120.
- [8] Avcı, E., 2015. “Orman Tali Atıkları Kullanılarak Elde Edilen Ahşap Plastik Kompozitlerin Dış Mekan Mobilyalarında Kullanımı”, Selçuk Üniversitesi, Teknik Dergisi, 577-589.
- [9] Klyosov, A. A. 2007. “Wood Plastic Composites”, New Jersey, John Wiley and Sons.
- [10] Özmen, N., Çetin, N. S., Narlıoğlu, N., Çavuş, V., Altuntaş, E. 2014. “MDF Atıklarının Odun Plastik Kompozitlerin Üretiminde Değerlendirilmesi”, SDÜ Orman Fakültesi Dergisi, 15, 65-71.
- [11] Sofuoğlu, S.D. 2017. “Determination of optimal machining parameters of massive wooden edge glued panels which is made of Scots pine (Pinus sylvestris L.) using Taguchi design method”, Eur. J. Wood Prod. 75, 33-42.

SmartMelamin[®] - Innovative Melt-Blown Non-Woven for Improved Thermal or Acoustic Insulation Application

Löning, Christoph^{1,*}, Kindler, Christoph¹, Ewert, Yvonne², Meister, Frank²

¹ smartpolymer GmbH Rudolstadt, Breitscheidstraße 97, 07407 Rudolstadt, GERMANY

² Thüringisches Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung e.V. (TITK), Breitscheidstraße 97, 07407 Rudolstadt, GERMANY

Presenting Author: loening@smartpolymer.de

AIM

TITK, Agrolinz Melamine GmbH, Linz (a subsidiary of Borealis group) and smartpolymer jointly developed an innovative melt-blown process for manufacturing of fire-resistant non-woven. The developed process is now transferred together with Slovenian company Melamin d.d., Kočevje into production scale. MER non-woven at commercial format are now disposable.

INTRODUCTION

Melamine formaldehyde (MF) resins are thermoset material already well-known for decades. BASF started the production of filaments (BASOFIL[®]) and of non-wovens made of them already in the late 90's, but has shut-down it couple of month ago, again. The main disadvantage of BASOFIL was its expensive costs and its coarse fibre diameter in the range of 12 to 20 µm. Due to this higher fineness application was restricted to lower thermal insulation application, only.

Melt-blown of crude MF resins was not possible, until resins were modified by addition of methanol into the polycondensation process. Resulting melamine etherified resins (MER) exhibit lower melting temperatures and could be adjusted at required melt viscosity. TITK and Borealis Agrolinz Melamine GmbH, Linz succeeded to develop an innovative melt-blown process for the production of MER non-woven based on these new resin characteristics.

The key step inside the melt-blown process is the accurate adjustment of spinning temperature and of melt viscosity as well as the adaptation of flow-rate of needed blowing air. Furthermore a resin consolidation of formed spinning capillaries has had to be developed and integrated into the melt-blown technology.

Typical fibre diameter lower than 5 µm, thermal decomposition at 400 °C and continuous use at temperatures up to 250 °C permitted to manufacture non-wovens at grammage of 20 g/m² up to 750 g/m². Further melt-blown non-wovens represent inherent flame resistance (LOI of 32), neither shrinking nor melting or dripping and only low and non-toxic smoke gases when faced with fire.

Recently the process is transferred by smartpolymer and Melamin d.d. into production scale. Further investigations of MER melt-blown non-wovens are directed towards the development of a suitable textile design and towards the required application characteristics.

EXPERIMENTAL

Material and Methods

MER manufactured by Melamin d.d. was used without any further purification. It was molten and extruded at 120 °C and further processed by the developed MB process (figure 1).

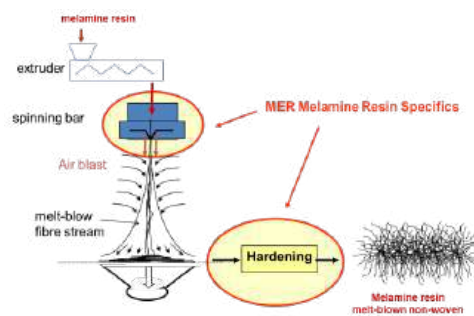


figure 1: Melt-blown process scheme for manufacturing of MER non-woven

Thermal conductivity was assessed according to standard DIN EN 12667:2001. The degree of sound absorption was evaluated according to DIN EN ISO 10534 - 2: 2001 - Acoustics - Determination of sound absorption coefficient and impedance in impedance tubes - Part 2 and DIN EN ISO 354: 2003 - Acoustic absorption measurement in a reverberation room.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

The new non-woven made of thermoplastic melamine resin is inherent non-combustible. The heat and flame resistance of MER based non-woven are matching those of much more expensive materials, like e.g. aramid. In all identified market segments (e.g. hot gas filtration, protective clothing, home textiles and transportation) growth is worldwide stipulated by tighter legislative regulations and an increased environmental, health

and safety awareness. MER could meet all the requirements and may satisfy market regulations. In case of fire only low and non-toxic smoke gases are liberated even meeting the tight regulation of the EADS standards. Due to the developed efficient melt-blown technology the new material costs marketable minimum 50% below competing materials. Favourable production costs are even enabling competition with mass-materials of far lower technical characteristics.

Fineness and samples grammage could be easily adjusted regarding the intended thermal or acoustic analysis. Thermal conductivity was determined at 0.028 W/m K. Degree of sound absorption is excellent and fulfils all the applied evaluation standards.

CONCLUSIONS

Modification of melamine formaldehyde resins by methanol etherification opens up thermoplastically processable MER. TITK and its industrial partners succeeded to develop a melt-blown process including MER processing specifics. Recently a production facility is erected at Kočevje site of Melamin d.d. Melt-blown non-woven represent fire resistance, low and non-toxic smoke gases, competitive manufacturing costs and excellent material properties regarding thermal and acoustic insulation.

SUGGESTIONS FOR FURTHER WORK

Further work is dealing with improvement of the melt-blown process, the MER non-woven textile processing and the upgrade of application properties.

ACKNOWLEDGEMENTS

Project activities presented were financial supported by the German Ministry of Economy and Energy as well as the Government of the Free State of Thuringia.

We further wish to express our thanks to Dr. Ulf Panzer, Borealis Agrolinz Melamine GmbH Linz, Austria for his cooperation and support and DI Ina Sigmund, STFI, Chemnitz, Germany for her help in processing and application studies complementing the TITK's R&D activities.

Label-Free Glucose-Sensitive Optical Hydrogel Fibers

Haider Butt¹

¹School of Engineering, University of Birmingham, Birmingham, UK

h.butt@bham.ac.uk

AIM

The development of implantable glucose sensors will provide monitoring high-risk diabetics in any clinical settings and point of care. We have developed biocompatible optical hydrogel fiber sensor that can quantitatively report on the concentration of glucose. In situ co-polymerization in a mold allowed obtaining poly(ethylene glycol) diacrylate hydrogel cores ($\varnothing$ = 200 μ m - 2.0 mm) having a uniform Ca alginate cladding ($\varnothing$ = 50 μ m). The hydrogel fibers functionalized with phenyl boronic acid derivatives enabled sensing variation through dynamic changes in the Donnan osmotic pressure and effective refractive index. By measuring the monochromatic transmitted light through the hydrogel fiber, the concentration of glucose was quantified in the physiological range (1.0-12.0 mM). It is anticipated that the presented sensing platform will have implications in the development of optical glucose sensors for continuous point-of-care diagnostics in diabetes monitoring.

INTRODUCTION

Diabetes is a significant global health challenge caused by either a deficiency of insulin or resistance to insulin.(2012) This epidemic affecting more than 382 M people is on the rise worldwide.(Guariguata et al., 2014) In the United States, 9.3% of the population lives with diabetes projected to increase to 1 in 3 adults by 2050. In addition, diabetes is the seventh leading cause of death with an annual cost burden of \$245 B (\$176 B in direct expenses) in the United States.(Control and Prevention, 2012)

Optical glucose sensors are emerging as a highly sensitive detection platform for the quantification of glucose concentration.(Wang and Wolfbeis, 2012) The advantages of optical sensors over traditional dyes, fluorescent molecules and electrochemical assays include that they (i) are label-free, (ii) are able to be used in real-time continuous monitoring, (iii) are not influenced by electromagnetic fields, (iv) enable sterile sensing, and (v) are amenable to miniaturization.(Steiner et al., 2011) Optical continuous glucose sensors based on reversible glucose binding with phenylboronic acids (PBAs) have been reported in platforms such as holographic thin films,(Kabilan et al., 2005) crystalline colloidal arrays,(Ward Muscatello et al., 2009) glucose-mediated assemblies of fluorescent dyes and quantum dots (QDs),(Huang et al., 2013, Wu et al., 2010) hybrid nanogels embedded with dyes and inorganic nanoparticles.(Ruckh and Clark, 2013) While these

platforms are suitable for measuring glucose *in vitro*, there is an urgent need for the development of fully biocompatible glucose sensors *in vivo*. While there are optical waveguide systems in the form of optodes, they utilize solid-state (*e.g.* silica) materials that are not compatible with biological systems for implanting *in vivo*.(Tierney et al., 2009)

Here, we report the development of a generic, label-free biocompatible hydrogel optical fiber sensor for glucose monitoring. We demonstrate high light guiding efficiency and stability for optical sensing of glucose. By combining the advantages of fiber optics and reversible sensing mechanism of PBA derivatives, we produced glucose-sensitive, biocompatible waveguides. An optimized two-step process was developed to create hydrogel fibers containing covalently bound pendant PBAs employed to fabricate the core and cladding. Quantitative readouts were attained through spectrophotometry. The great advantages of our sensor over current technologies are (i) reusability, (ii) amenable to mass manufacturing, (iii) biocompatibility, and (iv) reproducibility to sense glucose concentrations in the range of 0–12 mM with high analytical sensitivity. Our glucose-responsive hydrogel fiber sensors may have clinical applicability in continuous glucose monitoring in diabetes. These hydrogel fibers may be injected subcutaneously to monitor the concentration of the glucose in transdermal fluid.

EXPERIMENTAL

Material

Syntheses of glucose-responsive hydrogel fibers. Poly(vinyl chloride) (PVC) tube as fiber molds (10 cm, Cole Parmer, Tygon S3, inner diameter (ID): 0.5-2.0 mm) was attached to a ruler in horizontal and leveled position. The monomer solution (800 mL) was injected into the fiber mold using a syringe. The monomer solution was polymerized by exposing the mold to UV (365 nm, 5 mW cm⁻²; Spectroline) for 3 min. The crosslinked hydrogel fiber core was extracted from the tube by applying water pressure using a syringe. The core was rinsed with ethanol and water (1:1, v/v) and placed in PBS. The cladding was prepared by immersing the hydrogel fiber cores in sodium alginate (1-4 wt%) for 3 s and dried for 3 min. The fibers were submerged in calcium chloride

(CaCl₂) solution (100 mM) for 1 min to form a calcium (Ca) alginate cladding.

Method

The hydrogel fiber glucose sensor consists of a PEGDA hydrogel core and Ca alginate cladding (Fig. 1a). When illuminated with a monochromatic light source (I_i), the fiber guides light. Any change in the optical properties of the core or cladding will produce alters the intensity at the output (I_o). The changes in the intensity of the transmitted light can be correlated with the concentration of glucose.

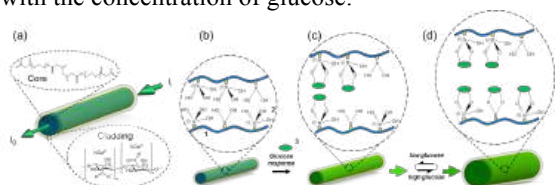


Figure 1. Principle of operation of the glucose-sensitive hydrogel fiber. (a) Structural composition of the PEGDA fiber core cladded with Ca alginate. (b) The hydrogel matrix is functionalized with a phenylboronic acid derivative. (1) PEGDA hydrogel, (2) 3-APBA in charged tetrahedral state, (3) glucose. (c) The cis diol groups of the boronic acid derivative bind to glucose molecules and change the refractive index of the hydrogel fiber. (d) The increase in the concentration of the glucose molecules can be quantified by measuring the variation in the intensity of the output light.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

Synthesis of Glucose Sensitive-Hydrogel Fibers. We developed a biocompatible optical glucose sensor by incorporating a PBA derivative (*i.e.* 3-APBA) into PEGDA hydrogel fiber. PBA derivatives complex with carbohydrates through their *cis*-diol groups (Fig. 2a). The complexation equilibrium is fundamentally dependent on the pH of the system. At acidic pH (< 7.0), the uncharged trigonal planar form of the PBA does not complex with carbohydrates. However, above the pK_a point of (~8.8) the PBA, its charged tetrahedral state reversibly binds to glucose. When immersed in buffered glucose solutions (pH 7.4, 1.0-14.0 mM), *cis* diols of 3-APBA in the PEGDA hydrogel fiber forms reversible covalent bonds with glucose molecules. This complexation is fully reversible. The formation of boronate anions upon glucose-3-APBA complexation increases the Donnan osmotic pressure of the hydrogel fiber. These changes in hydrophilicity alter the hydrogel refractive index. The refractive index of the PEGDA hydrogel fiber shifted from 1.365 to 1.370, which might be attributed to the increase in the concentration of the glucose. The refractive index of the PEGDA-co-3-APBA hydrogel fiber decreased as

the concentration of the glucose was increased from 2.0 to 12.0 mM.

The expansion of the hydrogel due to Donnan osmotic pressure increase saturated in 1.5 h (Fig. 2d). As the concentration of glucose within the physiological range was increased from 4.0 to 12.0 mmol L⁻¹, cross-section area of PEGDA-co-3-APBA hydrogel fibers expanded up to 12 %, showing a linear relationship to the change in glucose concentration. The changes in the refractive index of the PEGDA-co-3-APBA hydrogels were quantified by measuring transmitted light across the fiber. A 532 nm wavelength laser was coupled to the hydrogel fibers swollen in different glucose concentrations, The light intensity at the beginning and the end of the fiber was measured to quantify the concentration of glucose. Light loss decreased 17 % as the concentration of glucose was increased to 12 mmol L⁻¹. The decrease in light scattering might be attributed to the change in the refractive index of the hydrogel fiber due to glucose binding. Therefore, the change of the refractive index of the hydrogel fiber can be correlated with the concentration of the glucose.

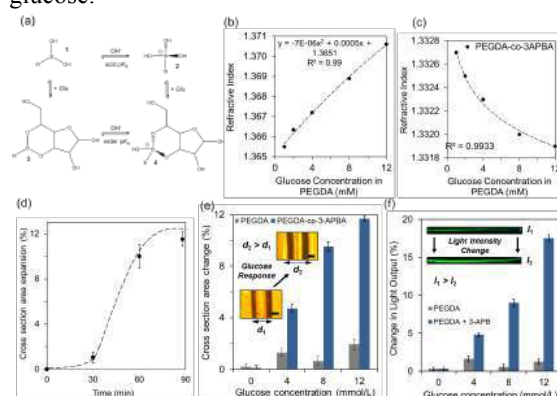


Figure 2. Quantification of glucose concentrations with optical hydrogel fibers. (a) Complexation of cis diol of 3-APBA with a glucose molecule. (b) The change in the refractive index of PEGDA hydrogel in the presence of different glucose concentrations. (c) The change in the refractive index of PEGDA-co-3-APB hydrogel in the presence of different glucose concentrations. (d) Time-lapse measurements of the expansion of hydrogel fiber diameter in the presence of glucose (12 mM). (e) The change in the thickness of the hydrogel fibers as the glucose concentration is increased. (f) Light intensity of the hydrogel fiber measured in the presence of different glucose concentrations, showing a decrease in light scattering with increasing glucose concentration.

CONCLUSIONS

We have developed biocompatible cladded optical PEGDA hydrogel fibers and optimized their light guiding properties to efficiently deliver light via total internal reflection. The presented fabrication approach allows synthesizing hydrogel optical fibers with wide range of thicknesses. The hydrogel fibers were functionalized with 3-APBA to quantify the concentration of glucose. The *cis* diol groups of 3-APBA reacted with the glucose molecules to change the effective refractive index of the hydrogel proportional to the concentration of the glucose. The reversible complexation of the PBA with glucose holds potential to achieve fully reversible and stable optical sensing of glucose in real-time monitoring systems. Depending on the laser light wavelength, the presented optical fibers can operate both in both visible and infrared regions for *in vitro* or *in vivo* diagnostics.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

There are several approaches that can improve the performance of the present sensors. In the present work, the cladding was not firmly bound to the core, hence the development of cladding methods that can bound to the core covalently will improve performance *in vivo*. Furthermore, the utilization of plasmonic nanoparticles, photonic crystals, or sensing materials that produce wavelength shifts in the visible spectrum based on the concentration of the glucose can improve the sensitivity and prevent limitations in bending loss of the fibers.

ACKNOWLEDGEMENTS

We thank Dr Ali K. Yetisen for his contributions to this work.

LITERATURE

2012. World Health Statistics. Geneva, Switzerland: World Health Organization.

CONTROL, C. F. D. & PREVENTION 2012. National diabetes fact sheet: national estimates and general information on diabetes and prediabetes in the United States, 2011. Atlanta, GA: US Department of Health and Human Services, Centers for Disease Control and Prevention; 2011.

GUARIGUATA, L., WHITING, D. R., HAMBLETON, I., BEAGLEY, J., LINNENKAMP, U. & SHAW, J. E. 2014. Global estimates of diabetes prevalence for 2013 and projections for 2035. *Diabetes Research and Clinical Practice*, 103, 137-149.

HUANG, Y.-J., OUYANG, W.-J., WU, X., LI, Z., FOSSEY, J. S., JAMES, T. D. & JIANG, Y.-B. 2013.

Glucose sensing via aggregation and the use of “knock-out” binding to improve selectivity. *Journal of the American Chemical Society*, 135, 1700-1703.

KABILAN, S., MARSHALL, A. J., SARTAIN, F. K., LEE, M.-C., HUSSAIN, A., YANG, X., BLYTH, J., KARANGU, N., JAMES, K. & ZENG, J. 2005. Holographic glucose sensors. *Biosensors and Bioelectronics*, 20, 1602-1610.

RUCKH, T. T. & CLARK, H. A. 2013. Implantable Nanosensors: Toward Continuous Physiologic Monitoring. *Analytical chemistry*, 86, 1314-1323.

STEINER, M.-S., DUERKOP, A. & WOLFBEIS, O. S. 2011. Optical methods for sensing glucose. *Chemical Society Reviews*, 40, 4805-4839.

TIERNEY, S., VOLDEN, S. & STOKKE, B. T. 2009. Glucose sensors based on a responsive gel incorporated as a Fabry-Perot cavity on a fiber-optic readout platform. *Biosensors and Bioelectronics*, 24, 2034-2039.

WANG, X.-D. & WOLFBEIS, O. S. 2012. Fiber-optic chemical sensors and biosensors (2008–2012). *Analytical chemistry*, 85, 487-508.

WARD MUSCATELLO, M. M., STUNJA, L. E. & ASHER, S. A. 2009. Polymerized crystalline colloidal array sensing of high glucose concentrations. *Analytical chemistry*, 81, 4978-4986.

WU, W., ZHOU, T., BERLINER, A., BANERJEE, P. & ZHOU, S. 2010. Glucose-Mediated Assembly of Phenylboronic Acid Modified CdTe/ZnTe/ZnS Quantum Dots for Intracellular Glucose Probing. *Angewandte Chemie International Edition*, 49, 6554-6558.

Bitki Canlılığının Korunmasında Nanolif Kaplama Uygulaması

İÇOĞLU, Halil İbrahim¹, TOPALBEKİROĞLU, Mehmet², CAN Duygu²

¹Gaziantep Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Gaziantep/TÜRKİYE

²Gaziantep Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Gaziantep/TÜRKİYE

icoglu@gantep.edu.tr, tbekir@gantep.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada, nanolif kaplamasının bitki canlılığı üzerindeki etkisinin incelenmesi için elektrospon tekniği ile Poliakrilonitril (PAN) nanolifleri üretilerek bir saksı bitkisi olan gül (Rosa) bitkisinin üzeri kaplanmıştır.

GİRİŞ

Konvansiyonel liflere oranlara çapları oldukça küçük olan liflere nanolifler denmektedir. Bu liflerin çapları genel olarak bir mikrometrenin altındadır. Nanoliflerin farklı tekniklerle (şablonlu sentez, meltblowing, fibrilasyon, bikomponent, elektrospon vb.) üretilmesine rağmen elektrospon yöntemi, nanoliflerin üretimi için düşük maliyetli ve kolay yöntem olmasından dolayı ön plana çıkmaktadır¹⁻³.

Bu yöntemle 50-100 nm çaplarına kadar nanolifler üretilmektedir⁴⁻⁶. Nanolifler yüksek moleküler oryantasyona sahip olup, yüksek özgül yüzey alanlarına sahiptirler.

Ağ tabakası şeklinde üretilen nanolifler sahip oldukları nano boyuttaki gözenekler sayesinde çok değişik ve geniş uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Nanoliflerin başlıca uygulama alanları; filtreleme, doku mühendisliği uygulamaları, yara örtücüler, membranlar, ilaç salımı, sensörler, koruyucu kaplamalar vb'dir⁷⁻⁸.

Teknik tekstillerin bir kolu olan ve tarım alanında kullanılan tekstiller, son yıllarda önemi artan bir alandır. Bu tekstiller genel olarak, güneşten koruma, kuşlardan koruma, bitki kaplama, yer kaplama, rüzgardan koruma, zararlı böceklerden koruma, paketleme malzemeleri olarak uygulama alanı bulmaktadır⁹⁻¹².

DENEYSEL

Çalışma kapsamında poliakrilonitril(PAN) polimeri dimetilformamid çözücüsü ile 80°C'de 3 saat karıştırılarak ağırlıkça %14'lük çözelti elde edilmiştir. Deneylerde bitki numunesi olarak iki adet saksıda yetiştirilmiş gül (Rosa) bitkisi kullanılmıştır. Bu bitkilerin bir tanesi PAN nanolifleriyle kaplanırken diğeri kaplanmamıştır. Nanolif üretiminde kullanılan elektrospon deney düzeneği 2 adet yüksek voltaj güç

kaynağı (+50 kV'lık ve -50 kV'lık), şırınga pompası ve toplayıcı plakadan oluşmuştur. Nanolif üretimi, sırasında uygulanan voltaj, iğne ucu-toplayıcı arası mesafe, debi ve iğne iç çapı sırasıyla; 36 kV, 18cm, 0,05mL/dak ve 0,7 mm olarak sabit tutulmuştur. Ayrıca nanolif kaplaması sırasında ortam sıcaklığı 25°C ve rölatif nem %50 olarak tespit edilmiştir. Nanolif kaplama işlemi 10 dakika boyunca devam ettirilmiş, PAN nanolifi ile kaplanan ve kaplanmayan bitki numuneleri 20 gün boyunca ortalama 20°C ve %65 rölatif nem ortamında bekletilmişlerdir. Her gün bitkiler görsel olarak kontrol edilmiş ve fotoğrafları çekilmiştir. 20 gün sonunda PAN nanolifi ile kaplanan bitki numunesi su ile temizlenmiş ve son durum karşılaştırılması yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1'de kaplama işlemi öncesi iki bitki numunesinin görüntüleri ve 20 gün boyunca meydana gelen değişimler gösterilmektedir.



işlem öncesi



3. gün



7.gün



12. gün



20. gün



Şekil 1. Bitki numunelerinin 20 günlük inceleme görüntüleri

Tablo 1. Bitki numunelerinin 20 günlük inceleme sonuçları

Gün	Kaplama Yapılan Bitki	Kaplama Yapılmayan Bitki
3	Sararma yok	Sararma çok az
7	Sararma yok	Sararma az
12	Sararma yok	Sararma orta
20	Sararma yok	Sararma yüksek

Şekil 2’de 20 gün sonunda nanolif kaplaması uzaklaştırıldıktan sonraki bitki numunelerinin görüntüleri verilmektedir.



Şekil2. 20. gün sonunda nanolifkaplaması uzaklaştırıldıktan sonraki bitki görüntüleri

Şekil 2’de de görüleceği üzere PAN kaplı bitkide yeşil yapraklar daha fazladır. Bitkilerin çiçek kısımlarının kaplama yapılmayan örnekte tamamen kurumuş olduğu, diğer taraftan is kaplama yapılan örnekte canlılığın devam ettiği gözlemlenmiştir. Bu gözlemlerler ışığında PAN nanolif kaplamasının bitkinin canlılığını korumasına olumlu bir etkisinin olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, yapılan nanolif

kaplama işleminin nemin korunmasına yardımcı olmasıyla açıklanabilir.

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, PAN nanolifleri ile saksıda yetiştirilen 2 adet aynı tür gül (Rosa) bitkisinden birinin üzerine kaplama yapılmış ve 20 gün boyunca bu iki bitki numunesi görsel olarak takip edilmiştir. Tüm inceleme ve araştırma için gözlemsel yöntem kullanılmış ve yapılan bu çalışma ile PAN nanolifleri ile kaplanmış gül bitkisinin, 20 gün sonunda kaplanmamış aynı cins bitkiye göre daha canlı olduğu ve çiçeklerinin kurumadığı tespit edilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Bitki kaplamasının az su isteyen bitkiler üzerinde daha uzun süreli gözlenmesi planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

- [1] Süpüren, G., Kanat, Z.E., Çay, A., Kırıcı, T., Gülümser, T., Tarakçıoğlu, I., (2007). Nanolifler (Bölüm 1), Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi, 17 (1), 15-17.
- [2] Süpüren, G., Kanat, Z.E., Çay, A., Kırıcı, T., Gülümser, T., Tarakçıoğlu, I., (2007). Nanolifler (Bölüm 2), Tekstil ve Konfeksiyon Dergisi, 17 (2), 83-89.
- [3] Baumgarten, P.K. (1971). Electrostatic spinning of acrylic microfibers. Journal of Colloid Interference Science, 36, 71–79.
- [4] Formhals A., (1934). Process and apparatus for preparing artificial threads, US Patent 1975 504.
- [5] Dasdemir M., Topalbekiroğlu M., Demir A., (2013). Electrospinning of thermoplastic polyurethane microfibers and nanofibers from polymer solution and melt, Journal of Applied Polymer Science, 127, 1901-1908.
- [6] Oğulata, R.T. and İçoğlu, H.İ., (2015). “interaction between effects of ambient parameters and those of other important parameters on electrospinning of PEI/NMP solution”, The Journal of the Textile Institute, 106(1), 57-66.
- [7] Ramakrishna S., Fujihara K., Teo W.E., Yong T., Ma Z., and Ramakrishna R., (2006). Electrospun nanofibers: solving global issues, Materials Today, 9, 40-50.
- [8] Wang X., Drew C., Lee S.H., Senecal K.J., Kumar J. and Samuelson L.A., (2002). Electrospun nanofibrous membranes for highly sensitive optical sensors, Nano Letters, 2(11), 1273-1275.
- [9] Dierickx W., Van Den Berghe P., (2004). Natural weathering of textiles used in agricultural applications, Geotextiles and Geomembranes, 22, 255-272.
- [10] Claudia-Gabriela C., (2005). The agrotexiles - Perspective to develop the relations between textile industry and agriculture, Bulletin of the University of Agricultural Science and Veterinary Medicine, 61, 290-293.
- [11] Basu S. K., (2011). Agricultural & horticultural applications of textiles, The Indian Textile Journal, 121, 141- 147.
- [12] Topalbekiroğlu, M , İçoğlu, H , Daşdemir, M. Yalçındağ, G., (2017). Polivinilalkol Nanolif Kaplamasının Bitki Canlılığını Korumaya Etkisi. Kilis 7 Aralık Üniversitesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 1 (2), 26-33.

Naylon 6.6 Nanofiberlerin Tek Taraflı Bindirme Bağlantılarına Etkisi

TATAR, Ahmet Caner¹, ŞENYURT, Muhammet Ali¹, ULUS, Hasan¹, KAYBAL, Halil Burak², EKREM, Mürsel³, AVCI, Ahmet¹

¹Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, ²Amasya Üniversitesi Teknoloji Fakültesi,

³Necmettin Erbakan Üniversitesi Mühendislik Fakültesi

hasanulus@selcuk.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı, karbon kompozitlerin epoksi yapıştırma bağlantılarını elektrosin yöntemi ile üretilmiş naylon 6.6 nanofiberlerle takviye ederek güçlendirmektir. Ayrıca bu çalışmada optimum kalınlıktaki naylon 6.6 nanofiber takviyesi deneysel olarak belirlenmiştir.

GİRİŞ

Günümüzde endüstriyel sistemlerin ihtiyacı olan enerji tüketimini azaltmak için çeşitli yollar denenmektedir. Yakıtta tasarruf sağlamanın en önemli yöntemlerinden bir tanesi de, bu sistemlerin ağırlığını azaltmaktır. Sistem elemanlarını birleştirmek için kullanılan cıvata, perçin ve kaynak gibi geleneksel bağlantı yöntemlerinin yerine daha hafif bir bağlantı şekli olan yapıştırıcıların kullanımı sistemleri daha hafif hale getirmektedir¹.

Havacılık ve uzay, otomotiv, savunma sanayi gibi endüstrinin birçok önemli alanında kullanılmaya başlayan yapıştırma teknolojisinin önemi gün geçtikçe hızla artmaktadır. Yapıştırıcıların sağladığı üstün avantajlar birçok uygulamada kullanımına olanak sağlamaktadır. Uçak gövdelerinde birbiri ile kaynak bağlantısı yapılamayacak parçaların yapıştırma tekniği ile birleştirilebilmesi, perçin-cıvata bağlantılarına kıyasla homojen gerilme dağılımı elde edilmesi ve konstrüksiyonda hafiflik sağlaması önemli avantajları arasında yer almaktadır².

Yapıştırma bağlantıların mühendislik uygulamalarındaki mekanik birleştirmelere ve alışılmış mekanik bağlantılara (cıvata, perçin v.b.) karşın birçok avantaj sağlaması alternatif olarak kullanılmasını artırmaktadır. Kompozit parçaları böyle yapıştırma yöntemi ile birleştirmek için epoksi gibi polimer yapıştırıcılar yaygın olarak kullanılmaktadır. Kompozit parçaları birleştirmek için yapıştırıcı kullanımı, düşük maliyet, ağırlık oranına göre yüksek mukavemet, düşük stres konsantrasyonu, daha az işlem gereksinimleri ve üstün yorulma direnci ve çevre direnci gibi birçok avantaj sağlamaktadır³.

Vietri ve ark.⁴ (2014) epoksi/nanoyapılı karbon formlarına dayalı yeni yapıştırıcılar geliştirmeyi amaç edinmişlerdir. Havacılık yapıştırıcıları olan epoksi reçine geliştirmek için farklı tiplerdeki nano takviyeler epoksi matrisi içerisine dağıtılmıştır. Buharla biriktirilmiş karbon nanofiber takviyeli bu yapıştırıcılar kompozitleri birleştirmek için kullanılmıştır. Gültekin ve ark.⁵ (2016) çalışmalarında, tek taraflı bindirmeli bağlantılarda dört farklı yöntem kullanarak yapışkana nanoparçacık ekleyerek elde edilen nanokompozit yapıştırıcının çekme mukavemetini deneysel olarak belirlemişlerdir. Sayman ve ark. (2015) yaptıkları bir çalışmada⁶, tek eksenli statik gerilme yüklemesinde tek katlı yapışkanla birleştirilen kompozit-kompozit yapıştırma bağlantılarının son darbe sonrası hasar tepkilerinin değerlendirilmesi, mevcut deneysel çalışmalarının asıl amacı olmuştur. İlk olarak, farklı sıcaklıklarda (-20, 0, oda sıcaklığı, 50 ve 80 °C) çeşitli enerji seviyelerine (10, 15, 20 ve 25 J) sahip eksenel çekme darbeleri gerçekleştirmişlerdir.

Bu çalışmada, karbon kompozit levhaları birleştirmek için epoksi yapıştırıcı kullanılarak elde edilmiş olan tek taraflı bindirmeli yapıştırma bağlantıları farklı kalınlıklarda naylon 6.6 nanofiberler ile takviye edilerek nanofiberlerin epoksi yapıştırıcı performansına araştırılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Yapıştırma bağlantılarında kullanılacak olan Karbon elyaf kompozit malzemeler vakum infüzyon yöntemi ile üretilmiş ve ASTM D 5868-01 standartlarına uygun olacak biçimde 25x101.6 mm boyutlarında kesilmiştir. Kompozit malzeme yüzeyi yapıştırmaya uygun hale gelebilmesi için çekme eksenine 90° lik bir açı ile zımparalanmış ve asetonla ultrasonik banyoda temizlenmiştir.

Nano fiber üretimi için 1 gram naylon 6.6, 7ml formik asit ve 3ml kloroform karışımının içerisine ilave edilmiş ve manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. Ardından solüsyon şırıngaya

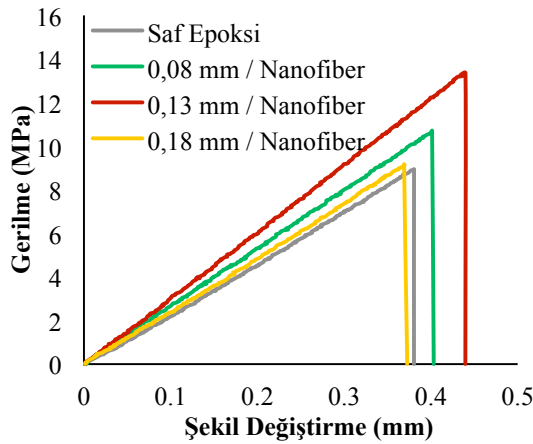
çekilerek tamburlu elektrospın cihazına bağlanmış ve nano elyaf üretimi gerçekleştirilmiştir.

Yöntem

Yapıştırma bağlantılarında kullanılacak nanofiberlerin optimum miktarını belirlemek için 0.08, 0.13 ve 0.18 mm olmak üzere 3 farklı kalınlıkta nanofiberler üretilmiş ve yapıştırma bölgelerinin boyutunda kesilmiştir. Daha sonra kesilen yapıştırma bağlantı bölgelerine epoksi ile birlikte uygulanmıştır. Üretilen bu numuneler ile saf epoksi kullanılarak yapıştırılan numuneler çekme testine tabi tutulmuştur.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Üretilen yapıştırma numuneleri Instron-8801 üniversal çekme test cihazında çekme testine tabi tutulmuştur. Test sonucunda elde edilen gelime-şekil değiştirme eğrileri Şekil 1. de gösterilmiştir. Buna göre; yapıştırma bölgelerine 0,08 ve 0.13 mm kalınlığındaki nanofiber takviyesi, yapıştırma bağlantısının mukavemetini, toplam şekil değiştirebilme kabiliyetini ve elastisite modülünü arttırmıştır. Ancak 0,18 mm kalınlığındaki nanofiber ilavesinde ise yapıştırma bağlantısının mukavemetinde kayda değer bir düşüş vardır. Bu durum epoksinin nanofiberi tamamen ıslatamamasından kaynaklanmaktadır. 0,18 mm kalınlığında nanofiber ilaveli yapıştırma bağlantısının hasar bölgeleri incelendiğinde nanofiberin ortadan ikiye ayrıldığı gözlemlenmiş ve epoksinin bu bölgeleri tam olarak ıslatamadığı tespit edilmiştir. Sonuç olarak bu çalışmada denenen 3 farklı kalınlıktaki nanofiberlerden 0,13 mm kalınlığındaki nanofiberin en iyi sonuç verdiği tespit edilmiştir.



Şekil 1. Yapıştırma numunelerinin Gerilme-Şekil Değiştirme grafiği

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma sonucunda üretilen nanofiberlerin epoksi esaslı yapıştırma bağlantılarına ilavesi ile birlikte ciddi

oranda bir mukavemet artışı gözlemlenmiştir. Özellikle kullanılan malzeme ağırlığının öneminin yüksek olduğu havacılık sektöründe uygulanabilir olduğu kanısına varılmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Naylon 6.6 nanofiberlerin yapıştırma bağlantılarındaki olumlu etkisi gözlemlendiğinden dolayı bir sonraki çalışmalarda başka polimer nanofiberler kullanılarak bu çalışmanın geliştirilmesi hedeflenmiştir. Ayrıca nanofiberlerin içine mukavemeti daha da arttırıcı nano malzemeler koyulması düşünülmüştür.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 215M77 numaralı araştırma destek programı projesi ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- 1.Ekrem, M., 2015. Karbon Nanotüp ve Polivinil Alkol Nanoelyafla Güçlendirilmiş Epoksi Yapıştırıcıların Alüminyum Bağlantılar Üzerindeki Kırılma Davranışları, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- 2.Şenyurt, M. A., 2017, Grafen ve Naylon 6.6 Nano Elyaf Katkılı Yapıştırıcıların Alüminyum-Karbon Elyaf Takviyeli Kompozit Levhaların Yapıştırma Bağlantılarına Farklı Sıcaklık Koşulları Altında Etkisi, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- 3.Hsiao, K.-T., Alms, J. and Advani, S. G., 2003, Use of epoxy/multiwalled carbon nanotubes as adhesives to join graphite fibre reinforced polymer composites, *Nanotechnology*, 14, 7, 791.
- 4.Vietri, U., Guadagno, L., Raimondo, M., Vertuccio, L. and Lafdi, K., 2014, Nanofilled epoxy adhesive for structural aeronautic materials, *Composites Part B: Engineering*, 61, 73-83.
- 5.Gültekin, K., Akpınar, S., Gürses, A., Eroglu, Z., Cam, S., Akbulut, H., Keskin, Z. and Ozel, A., 2016, The effects of graphene nanostructure reinforcement on the adhesive method and the graphene reinforcement ratio on the failure load in adhesively bonded joints, *Composites Part B: Engineering*, 98, 362-9.
- 6.Sayman, O., Soykok, I. F., Dogan, T., Dogan, A. and Arikan, V., 2015, Effects of axial impacts at different temperatures on failure response of adhesively bonded woven fabric glass fiber/epoxy composite joints, *Journal of Composite Materials*, 49, 11, 1331-44.

Improving Sound Absorption Properties of Automotive Textiles Using Various Nonwoven Fabric Compositions

BASKAN, Havva¹, ATAKAN, Raziye¹, IPEK, Süleyman¹, YILDIRIM, Cansu¹, SEN, Ezgi¹, ARAVI, Ipek¹, SEZER, Serdar², KARAKAS, Hale¹

¹Istanbul Technical University, Textile Engineering Department,

²HP Pelzer Pimsa Automotive

baskan@itu.edu.tr

AIM

This study aims to enhance sound absorption properties of nonwoven mats used in versatile regions in a car. Thus, nonwovens in varying weights and number of layers with different compositions are used for sound absorption and transmission loss analyses.

INTRODUCTION

Automotive textiles are considered as one of the most crucial market in the technical textile sector.

¹ Woven, knitted, nonwoven, coated fabrics and different fabric compositions are the textile materials used in automotive industry. Among these materials, nonwoven fabrics have taken attention due to their light weight, flexibility, versatility, low production costs, high productivity, easily tailored properties and sound efficiency. The usage of nonwoven fabrics generally include carpets and insulation. ^{2,3}

Automotive interior noise causes serious problems like driver fatigue and road accidents, thus it is important to improve sound absorption properties of textiles used in automotive industry. ⁴ Sound absorptive textile materials convert the kinetic energy of the sound to heat energy when the sound hits the fibers. Thereby, the sound disappears after striking the sound absorptive materials because of the energy conversion. Various parameters such as fiber size, air-flow resistance, porosity, tortuosity, thickness, density, surface impedance and compression affect sound losses in fibrous materials. For a nonwoven fabric, air-flow resistance of the material is one of the most influential sound-absorbing characteristics. Fiber arrangement in nonwovens are frictional elements that generate resistance to acoustic wave motion. The sound amplitude is decreased by friction when the waves try to go through the fabric layers. ^{2,3,5}

Lee and Joo⁶ analyzed sound absorption properties of nonwoven polyester fibers having different deniers and it was stated that finer fibers showed higher absorption properties. Sengupta⁷ tried to

reduce sound by using polyester, polypropylene and jute / polypropylene needle-punched nonwovens. It was observed that the best sound reduction was achieved by jute / polypropylene nonwovens when they were blended in equal amount. Seddeq⁵ tested sound absorption properties of several needle-punched blends of cotton and polyester nonwoven and concluded that less dense and more open structure absorbs sound of low frequencies (500Hz), denser structure performs better for frequencies above than 2000 Hz. In this study, nonwoven fabric composites with different compositions and weights are produced and sound absorption and transmission losses are analyzed by impedance tube method in order to generate a structure with better sound absorption properties for automotive industry.

EXPERIMENTAL

Materials

Polyester nonwoven carpet, Stiren-Butadien rubber, Polyethylene, Thermoplastic resin felt and Ethylene-Vinyl-Acetate (EVA), Polyurethane and Fenolik resin are used for producing different sample compositions. Table 1 shows Nonwoven fabric composition prepared for rear trunk.

Table 1. Nonwoven fabric composition prepared for rear trunk

	Sample-1	Sample-2	Sample-3
Nonwoven felt (g)	200	200	200
Latex (g)	50	50	50
Polyethylene (g)	80	80	80
Hard Layer (g)	500		
Heavy Layer (g)		1200	1600

Method

Acoustic properties of produced samples were tested by impedance tube method according to the ASTM E1050 standard. The obtained results are compared and the appropriate fabric composition with enhanced acoustic properties is decided.

RESULTS AND DISCUSSION

Impedance tube analysis results show that samples having higher volume, lower density and porous structure possess better sound absorption properties. For the tests, four different regions which are dashboard, hood, floor and rear trunk of a car are selected and so different sound frequencies are applied to these regions. It is observed that for dashboard using thermoplastic resin felt, for hood using felt and for rear trunk using EVA make contribution to increase sound absorption properties of the textile materials.

Figure 1 demonstrates sound absorption test results of dashboard. It can be understood from the figure that sample-1 which consists of thermoplastic felt and polyurethane has better acoustic properties when compared to sample-2 which is composed of thermoplastic felt and heavy layer.

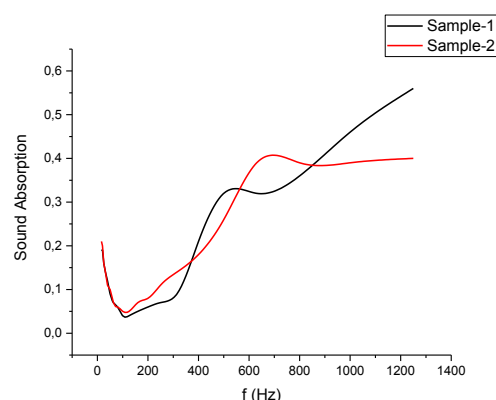


Figure 1. Sound absorption test results of dashboard

GENERAL RESULTS

In general, it can be concluded that increasing layer number allows to increase sound absorption and transmission loss properties of the samples. In order to improve the acoustic properties of the materials, structures with more pores and low density must be generated.

FUTURE WORKS

Nonwoven fabric compositions will be tuned for the future work.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to express their thanks to HP Pelzer Pimsa Automotive Textiles for their help during the study.

REFERENCES

1. Abdelfettah, A., Ghalia, E.I., Eman R.M. 2011. 'Using Nonwoven Hollow Fibers to Improve Cars Interior Acoustic Properties', *Life Science Journal*, 8(1), 344-351.
2. Seddeq, H.S., Aly N.M., A, A.M., Elshakankery, M.H. 2012. 'Investigation of Sound Absorption Properties for Recycled Fibrous Materials', *Journal of Industrial Textiles*, 43(1), 56-73.
3. Chen Y.J. 2010. *Nonwoven Textiles in Automotive Industry*. Texas, USA: Woodhead Publishing Limited.
4. Dias, T., Monaragala, R., Needham, P., Lay, E. 2007. 'Analysis of Sound Absorption of Tuck Spacer Fabrics to Reduce Automotive Noise'. *Measurement Science and Technology*, 18, 2657-2666.
5. Seddeq, H.S. 2009. 'Factors Influencing Acoustic Performance of Sound Absorptive Materials', *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 3(4), 4610-4617.
6. Lee, Y., Joo, C. 2003. 'Sound Absorption Properties of Recycled Polyester Fibrous Assembly Absorbers', *Autex Research Journal*, 3(2), 78-84.
7. Sengupta, S. 2010. 'Sound-Reduction by Needle-Punched Nonwoven Fabrics', *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 35, 237-242.

İlaç Keşfi İçin Mikroakışkan Teknolojili Çip İçerisinde Kalp

AVCI, Hüseyin^{1*}, SHIN, Su Ryon², ZHANG, Yu Shrike², DOKMECI, Mehmet R.²,
KHADEMHOSEINI, Ali²

¹Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Eskişehir

²Biomaterials Innovation Research Center, Division of Engineering in Medicine Department of Medicine,
Women's Hospital, Harvard Medical School, Boston, MA 02139,
USA.

havci@ogu.edu.tr

AMAÇLAR

Çip içerisinde organ sistemleri son zamanlarda geliştirilen bir *in vitro* tekniği olup insan doku ve organlarına çok benzer 3D canlı hücreler içeren sistemlerdir. Yapılan bu çalışmada kardiyak organoitlere verilen model kanser ilacının oluşturduğu hasarın izlenmesi için mikroakışkan tabanlı platform tartışılacaktır.

GİRİŞ

Yeni ilaçların araştırılması ve geliştirilmesi için maliyet ve zaman çok önemli iki parametredir. Yeni bir ilacın geliştirilmesi yaklaşık 12 ile 15 yıl arası sürer ve geliştirilen yeni ilaçların sadece birkaç tanesi fiziksel, psikolojik ve spiritüel açıdan iyileştirici ilaç piyasaları tarafından kabul görür¹. *In vitro* hücre veya doku kültür modellerinde geliştirilen ilacın sadece fizyolojik ve patolojik ön etkileri ile toksisite sonuçları gözlemlenebilir². Eğer *in vitro* sonuçları umut vaat ediyorsa, geliştirilen bileşiğin etkisi hayvan modelleri kullanılarak araştırılır. Bununla beraber bu iki modelin önemli dezavantajları vardır. Örneğin *in vitro* modeller kompleks hücre-hücre ve hücre-matris etkileşimlerini tamamiyle temsil edemezler ve bu eksik etkileşim hatalı teşhis yapılmasına neden olabilir². Diğer taraftan bazı ilaç bileşimlerinin kompleks hücre ve doku etkileşimleri bu ilaçların bir kısmının *in vitro* da etkin ama *in vivo* da etkisiz olmalarına sebep olur. *In vitro* çalışmalarında ortaya çıkmayan ve bu nedenle beklenilmeyen toksisite ve düşük etkinlik yüksek derecedeki kayıp oranlarının en önemli nedenlerinden biridir. Buna ek olarak, ilaç

geliştirilmesinde en yüksek orandaki başarısızlık ve maliyetin arttığı kısım son aşamalarda gerçekleştirilen klinik araştırmalarındaki ikinci ve üçüncü fazdır³. Bu nedenle önceki aşamalarda yapılan uygun gözlem ve araştırmalar maliyet ve harcanan süreyi önemli derecede azaltmaktadır.

Yeni ilaç adaylarının başarısız olmasının başlıca nedenleri mevcut *in vivo* ve *in vitro* modellerinde düşük ya da etkisiz kalmaları ile beraber ciddi yan etkilerinin bu modeller aracılığıyla gözlemlenememesidir².

Çip içerisinde organ son zamanlarda geliştirilen bir *in vitro* tekniği olup insan doku ve organlarına çok benzer faaliyetleri olan ve bunu üç boyutlu (3D) mikroakışkan ve diğer mikro-boyuttaki destekli yapılarla oluşturulan ve mimik edilen doku ve organların faaliyetleri, mekanik ve fizyolojik responsları aynen insan vücudundaki organlar gibi incelenmektedir^{2, 4}. Güçlü bir şekilde inanılmaktadır ki, bu sofistike biçimde geliştirilen çip içerisinde organ modelleri kısa süre içerisinde hayvan modelleri üzerinde yapılan test denemelerinin yerini alacak ve bize potansiyel yeni tanı ve tedavi yöntemlerini daha ucuz ve hızlı şekilde sunacaktır. Bu teknoloji ile üretilen mikro-yapıların davranışları aynen insan vücudundaki yapı iskelelerinin davranışları gibi hücrelerinin yaşaması ve büyümesi ayrıca bu hücreler ile moleküller, iyonlar, ilaç partikülleri gibi yapılar arasındaki interaksiyon bu modellerdeki mikro-kanallar vasıtasıyla gerçekleşir ve gözlemlenir. Burada yapılan çalışmada, geliştirilen aptamer temelli elektrokimyasal biyosensörün bir çip içerisindeki kalp organoit platformunda salgılanan biyolojik belirteçlerinin tespiti uygulanan model

kanser ilacı ile gerçekleştirilmiştir⁵.

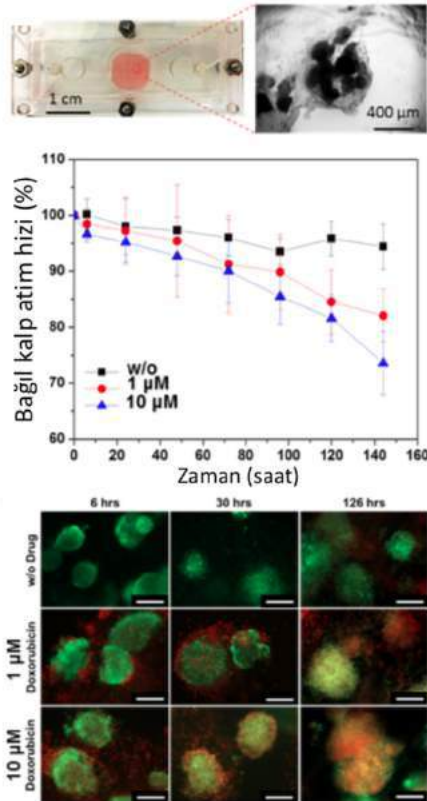
DENEYSEL

Malzeme ve Yöntem

Bu çalışmada özel olarak dizayn edilmiş algılama alanı yaklaşık 1500 μm olan mikroelektrodlar polidimetilsiloksan (PDMS) kullanılarak fotolitografi ile elde edilen mikroakışkan çipler içerisine yerleştirilmiştir. Elektrokimyasal ölçümler CHI660E cihazı ile yapılmıştır. 5'Amin içeren CK-MB 1A aptamer kullanılmış ve kardiyokürelere model kanser ilacı olarak doksorubisine (DOX) maruz bırakılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

ESC-CM'lerden elde edilen kardiyak sferoidler (çap yaklaşık olarak $\sim 200 \mu\text{m}$), jelatin metakrilol (GelMA) hidrojelin içine gömülerek, biyoreaktörün tabanında foto çapraz bağlanma ile homojen dağıtılıp insan hücre tabanlı çip içerisinde kalp platformu elde edilmiştir (Şekil 3).



Şekil 1. (a) Mikroakışkan biyoreaktör ve kalp sferoidlerinin optik mikroskobunun fotoğrafı. (b) DOX'nin farklı konsantrasyonlarına (0, 1 ve 10 μM) maruz kaldıktan sonra kardiyomiyositlerin

normalleştirilmiş bağlı kalp atım hızlarının ölçümü. (c) Hücrelerin farklı konsantrasyonlarda DOX'a 126 saate kadar maruz kaldıktan sonra elde edilen kardiyomiyositlerin canlı/ölü tahlilleri. Canlı hücreler yeşil, ölü hücreler kırmızı renklendirilmiştir. (Ölçek çubuğu: 200 μm .)⁵.

Kalp sferoidleri, biyoreaktörlerde herhangi bir problem olmadan 5 güne kadar başarıyla kültürlenmiştir. Bir anti-kanser ilacı olan Doxorubicin (DOX), kalp sferoidlerinde kardiyak hasarı indüklemek için model ilaç olarak kullanılmış ve kardiyomiyositlerden bunun sonucunda salgılanan CK-MB antijen düzeylerinin artması ve kalp atım hızlarında değişikliğe neden olması beklenmiştir. Nitekim Şekil 3'te de görüldüğü üzere, hücreler DOX'e maruz bırakıldıktan sonra, çip içerisinde kalpte bulunan kardiyomiyositlerin görece kalp atım hızlarının önemli ölçüde azaldığı ve bunun da 1 ve 10 μM ilaç konsantrasyonlarına karşılık gelen %85 ve %82 düşme oranlarında olduğu görülmektedir. Ayrıca ilaç içermeyen kontrol çalışmalarında hücreler tüm zaman aralıklarında yüksek hücre canlılığı görülürken ilaca maruz kalan hücrelerin, özellikle de 10 μM DOX'in kullanıldığı grupta, 5 günlük süre boyunca canlılığın büyük oranda azaldığı anlaşılmaktadır.

GENEL SONUÇLAR

Yapılan çalışmada başarılı bir şekilde çip içerisinde kalp mimik edilmiş ve bir anti-kanser ilacı olan DOX'nin farklı konsantrasyonlarına karşı tepkisi *in vivo* hayvan deneylerinde beklenildiği şekilde gerçekleşmiştir. Burada elde edilen platformun özellikle gelecekte başta ilaç geliştirilmesi olmak üzere hastalıkların modellenmesi ve tedavisinde hayvan deneylerine gerek kalmadan ya da çok az *in vivo* deneyleri ile gerçekleştirilmesi düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR

Yazarlar, ABD Uzay ve Deniz Harpleri Sistemleri Merkezi Pasifik (SSC PACIFIC) Sözleşmesi No. N6601-13-C-2027 kapsamında Savunma Tehdit Azaltma Ajansı'ndan (DTRA) sağladıkları kaynaktan dolayı teşekkür etmektedirler. Yazarlar ayrıca ABD Askeri Nanoteknoloji Enstitüsü, Ulusal Sağlık Enstitüsü (HL092836, EB012597, AR057837, HL099073), ABD Deniz Araştırmaları

Genç Araştırmacı Ödülü, ONR PECASE Ödülü, 10026 Makale Ofisi tarafından sağlanan fonları onaylıyorlar. Y.S.Z. ABD Ulusal Sağlık Enstitüleri Ulusal Kanser Enstitüsü Bağımsızlık Yolunda Ödül (1K99CA201603-01A1) onaylamaktadır. Yazarlar ayrıca TÜBİTAK'a finansal desteğinden dolayı teşekkür eder. Bu yayımda çıkan bulgular veya sonuçlar hükümet tarafından onaylandığı anlamına gelmez.

KAYNAKLAR

1. Esch, M. B., T. L. King, and M. L. Shuler. 2011. "The role of body-on-a-chip devices in drug and toxicity studies." *Annual Review of Biomedical Engineering* 13: 55-72.
2. Ghaemmaghami, A. M., Matthew J. H., Helen H., Hirokazu, K., Khademhosseini, A. 2012. "Biomimetic tissues on a chip for drug discovery." *Drug Discovery Today* 17(3-4): 173-181.
3. Sung, J. H., Kam, C., Shuler, M. L. 2010. "A microfluidic device for a pharmacokinetic-pharmacodynamic (PK-PD) model on a chip." *Lab on a Chip* 10(4): 446-455.
4. Leary, J. F., Key, J., Vidi, P. A., Cooper, C. L., Kole, A., Reece, L. M., Lelièvre, S. A. 2013. "Human organ-on-a-chip BioMEMS devices for testing new diagnostic and therapeutic strategies." *International Society for Optics and Photonics* 86150A-86150A
5. Shin, S.R., Zhang, Y.S., Kim, D.J., Manbohi, A., Avci, H., Silvestri, A., Aleman, J., Hu, N., Kilic, T., Keung, W. and Righi, M. 2016. "Aptamer-based microfluidic electrochemical biosensor for monitoring cell-secreted trace cardiac biomarkers." *Analytical Chemistry*, 88(20): 10019-10027.

Doğal Antibakteriyal Ajanlar ile İmmobilize Edilmiş Elektropsun Nanofiberleri Kullanarak In vitro Yara İyileşmesi

Avcı, Hüseyin¹, Gergeroğlu, Hazal²

¹Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir, Türkiye

²Nanobilim ve Nanoteknoloji Bölümü, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir, Türkiye

havciesogu@gmail.com

AMAÇ

Bu çalışmada, yara örtüsü sektöründe çoğunlukla kullanılan sentetik ve kimyasal bazlı antimikrobiyal maddelerin kullanımı sırasında oluşan riskler göz önüne alınarak; bu malzemelere alternatif tamamen doğal ve çevre dostu bitki özütü içeren antibakteriyal ve fonksiyonel nanoağların üretimi hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Yaşamsal fonksiyonlara sahip olduğu bilinen deri, canlıların dış dünya ile temas noktası olarak anatomik bir bariyer görevi görmektedir. Ancak yanık yaraları, kronik yaralar ve diğer ağır dermatolojik durumlar gibi farklı ölçeklerde meydana gelen tahribat ve zedelenmeler sonucu doku bütünlüğü travmatik veya cerrahi olarak bozulabilmektedir.^{1,2,3} Bu bozulmalar sonucu oluşan yaralar tiplerine bağlı olarak bazı durumlarda kendiliğinden onarılırlar. Bu duruma rağmen, yara çevresinde oluşan patojenler ve ideal olmayan yara örtüleri nedeniyle yara iyileşme süresi artmaktadır.⁴ Yara çevresinde oluşan mikroorganizmalara karşı antibakteriyal ve maksimum geçirgenliğine sahip yeni nesil yara örtülerine ihtiyaç duyulmaktadır.^{1,5} Öte yandan günümüzde antimikrobiyal ajan olarak kullanılan kimyasal ve sentetik bazlı malzemelerin üretimi, kullanımı ve atılımı esnasında insan ve çevre sağlığı açısından olumsuz etkileri olduğu bilinmektedir.⁶ Bu nedenle, ilaç endüstrisinde 2021 yılında dünya çapında 8.46 milyar dolarlık pazar hacmine ulaşması beklenen yara örtüsü sektöründe⁷ kullanılmak üzere çevre dostu, ekonomik, nontoksik yara örtülerinin geliştirilmesi önemli bir araştırma konusu haline gelmiştir.

Bu çalışmada, literatürde ilk defa yara örtüsü uygulamalarında kullanılmak üzere antibakteriyal ve iyileştirici ajan olarak yara çevresinde oluşan gram pozitif ve gram negatif patojenlere karşı etkin antimikrobiyal aktivitesi olduğu tespit ettiğimiz ve ülkemiz florasında yetişen *Satureja Hortensis*(SH) bitki özütü, biyomedikal alanda sıklıkla kullanılan PLA ve PCL polimerik nanofiber yapısına entegre edilerek kullanılmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Ortalama moleküler ağırlığı sırasıyla 60.000 PLA ve 80.000 olan PLA ve PCL polimerleri *Sigma Aldrich* firmasından temin edilmiştir. Doğal antibakteriyal ajan olarak kullanılmak üzere seçilen *Satureja Hortensis* (SH) bitkisi ise Balıkesir orijinlidir.

Yöntem

Katkılı ve katkısız nanofiberler elektro eğirme yöntemi ile elde edilmiştir. SH etkisinin ekstraksiyon

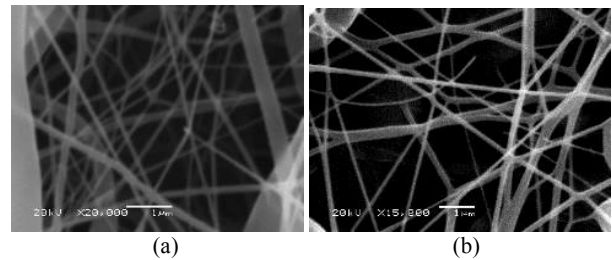
çalışmaları ise su-buhar destilasyon yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Elde edilen katkılı/katkısız nanofiberler ile SH özütünün antibakteriyal analizi *Disk difüzyon metodu* ile gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, *taramalı elektron mikroskopu* ile morfolojik yapı incelenmiştir. Yapılan FTIR çalışmalarında ise SH özütünün PCL ve PLA nanolif yapısında kimyasal bir değişikliğine neden olup olmadığı tartışılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Gerçekleştirilen antibakteriyal analizler sonucu ölçülen zone çapları Çizelge 1’de gösterilmiştir. SH’nin, birçok enfeksiyon türleri içinde yaygın kullanılan *Amoksisilin*’den *S. Aureus* için %227, *P. Aeruginosa* için ise %141 daha etkin aktiviteye sahip olduğu görülmektedir. Buna ek olarak, katkısız nanofiberler biyoaktivite göstermezken, katkılı PCL/SH ve PLA/SH nanofiberlerin her iki patojene karşı etkin antibakteriyal aktivitesi olduğu tespit edilmiştir. Çizelge 1. Antibakteriyal analiz sonucu ölçülen zone çapları.

Malzeme	S.Aureus(mm)	P. Aeruginosa (mm)
Amoksisilin	15	22
SH	49	53
PCL	0	0
PCL/SH	14	16
PLA	0	0
PLA/SH	18	18

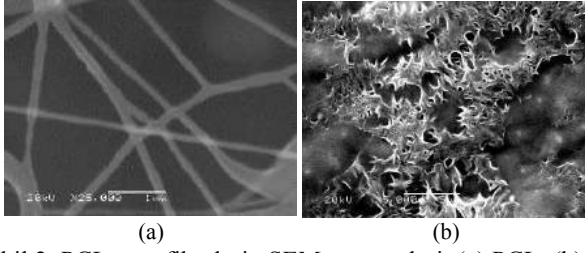
PLA nanoliflerinin bitki özütü eklenmeden önce ve sonrasındaki SEM analizlerinde (Şekil 1a ve b) ortalama çaplar sırasıyla; (a) 93 (±25), (b) 109 (±37) nm olarak ölçülmüştür. Nanofiber çapındaki artışın bitki özütü katkısından kaynaklandığı belirlenmiştir.



Şekil 1. PLA nanofiberlerin SEM görüntüleri; (a) PLA, (b) PLA/SH.

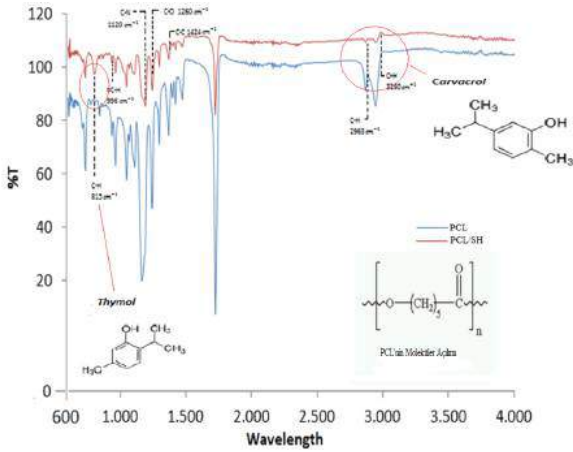
PCL nanoliflerinin bitki özütü eklenmeden önceki SEM analizinde (Şekil 2a) katkısız nanoliflerin çapı 203 (±83) nm olarak ölçülmüştür. Ancak PCL/SH nanofiberlerin (Şekil 2b) üretiminin verimli bir şekilde gerçekleştirilemediği görülmektedir. Electrospinning yönteminde uygun özelliklerde elektro çekim çözeltisi hazırlanamamış ise optimizasyon

çalışmaları esnasında gerçekleştirilen iyileştirmeler yeterli olmamaktadır. Bu nedenle polimer ile bitki özütünün uyumluluğu önemlidir.



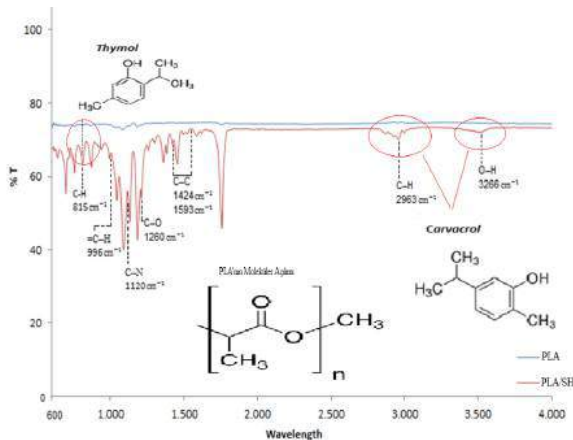
Şekil 2. PCL nanofiberlerin SEM görüntüleri; (a) PCL, (b) PCL/SH.

Gerçekleştirilen FTIR karakterizasyonlarında ise SH özütünün iki ana bileşenine (Thymol ve Carvacrol) ait spesifik dalga boylarının PCL/SH ve PLA/SH spektrum grafiklerinde (Şekil 3 ve 4) 1080, 1225, 1314, 1533, 1735, 3362 cm^{-1} 'de belirgin şekilde görülmüştür.



Şekil 3. PCL ve PCL/SH nanofiberlerinin FTIR spectrum grafikleri; (a) PCL, (b) PCL/SH.

Şekil 3 ve 4'te görüleceği üzere PCL ve PLA nanoliflerinde özütün kimyasal bir değişikliğe uğramadan entegre olduğu kanıtlanmıştır.



Şekil 4. PLA ve PLA/SH nanofiberlerinin FTIR spectrum grafikleri; (a) PLA, (b) PLA/SH.

FTIR karakterizasyon çalışmaları diğer analizler ile birlikte değerlendirildiğinde bitki özütünün entegre edildiği PCL ve PLA nanoliflerinde iki bileşenli düzgün lif yapısı PLA/SH numunelerinde elde edilmiştir.

GENEL SONUÇLAR

Belirtilen bitki özütü içeren polimerik nanolif yapısı bildiğimiz kadarıyla literatüre göre ilk defa gerçekleştirilmiştir. Nano boyutlu malzemelerin sahip oldukları eşsiz özellikler ile tamamen doğal ve çevre dostu bitki özütü birleştirilerek üretilen kompozit nano ağlar yara tedavisi uygulamalarında potansiyel kullanıma sahip, yenilikçi ve çevre dostu bir yaklaşım ortaya koymuştur.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Gelecek çalışmalarda, elde edilmiş bitki özütü içeren nano liflerin ideal bir yara örtüsünden beklenen özellikleri karşılayabilecek özelliklere sahip olduğunu kanıtlamak için kontrollü salınım ve hava geçirgenliği analizlerinin yapılmasının uygun olacağı düşünülmektedir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından yürütülen B-Proje programı 2014-614 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Phaechemud, T. vd., 2016, International Journal of Biological Macromolecules 85, 634–644.
- [2] Jin G. vd., 2013, *Biomaterials*, 34(3), 724-734.
- [3] Yousefi, I. vd., 2017, *Materials Science and Engineering: C*, 75, 433-444.
- [4] Zieminska, E., vd., 2016, *Neurotox Res*, 29:325–343.
- [5] Namazi, H., vd., 2016, International Journal of Biological Macromolecules 85, 327–334.
- [6] Avci, H., vd., 2013, *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 24:16, 1815-1830.
- [7] Wound Dressings Market worth 8.46 Billion USD by 2021, Markets and Markets, <https://www.marketsandmarkets.com/PressReleases/wound-dressings.asp>, Son Erişim Tarihi: 29.01.2018

Karbon Nanotüp Katkılı BTP/Epoksi Kompozitlerin Darbe Davranışlarının İncelenmesi

Demirci, İbrahim¹, Avcı, Ahmet², Demirci, M. Turan³

¹ Necmettin Erbakan Üniversitesi, ^{2,3} Selçuk Üniversitesi

turandemirci@selcuk.edu.tr

AMAÇLAR

Yapılan çalışmada karbon nanotüp (ÇDKNT) katkılı bazalt elyaf takviyeli (BTP) kompozit plakaların düşük hızlı darbe davranışları incelenmiştir. ÇDKNT'ler epoksi matrise ağırlıkça %0.3 katkı oranında ilave edildikten sonra bazalt elyaf kumaşlardan düşük hızlı darbe deneyi numuneleri üretilmiştir. Bu numunelere 10j ve 20j enerji seviyelerinde ASTM-D-7136 standardına göre düşük hızlı darbe testleri gerçekleştirilmiştir. ÇDKNT katkısının BTP/Epoksi kompozitlere olan etkileri kuvvet-deplasman deney sonuçları ve hasar analizleri ile incelenmiştir. ÇDKNT katkısının maksimum kuvvet değerlerini yükseltirken, çök miktarı olan deplasmanı düşürdüğü ve delaminasyon hasarını azalttığı tespit edilmiştir.

GİRİŞ

Bazalt elyafların polimer kompozitlerde takviye malzemesi olarak kullanılması son zamanlarda yaygınlaşmaya başlamış olup, bazalt elyaflar ile ilgili çalışmalar hala yeterli seviyeye ulaşmamıştır. Bazalt elyaflar, mekanik özellikler olarak e-cam elyaflar dan üstün olup, karbon elyaflar kadar özellikle elastisite modülü olmak üzere çok daha iyi mekanik özellikler sergilemese bile, maliyetleri karbon elyaflardan oldukça düşüktür (Demirci 2017, Demirci 2015, Pavloski ve ark.2007, Colombo ve ark.2012, Deák ve Czigány 2009, Dehkordi ve ark. 2010). Bazalt elyaflar ile birlikte diğer elyaf takviyelerinin özellikleri tablo halinde Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Bazalt, Karbon ve E-Cam elyafların mekanik özellikleri ve birim maliyetlerinin karşılaştırılmaları (Pavlovski ve ark. 2017, Colombo ve ark.2012, Demirci 2015, Demirci 2017).

Takviye Malzemeleri	Çekme Dayanımı (MPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Uzama Miktarı (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Maliyet (kg/\$)
Karbon Elyaf	4800	230	1,48	1,75	30
Bazalt Elyaf	3200	109	2,31	2,6-2,7	2,5
E-Cam Elyaf	2600	74	2,05	2,5-2,6	1,1

Son yıllarda elyaf takviyeleri ile birlikte kompozitlerin mekanik özelliklerini arttırmak için

matris malzemelere nanopartikül katkıları yapılmaktadır. Nanopartikül katkıları üzerine endüstriyel ve bilimsel birçok araştırmaların yapılmaları devam etmektedir. Yapılan çalışmalarda genel itibarıyla nanopartiküllerin kompozitlere sağlamış olduğu mekaniksel ve fiziksel özelliklerin avantajlarından faydalanmak üzere çok duvarlı karbon nanotüp katkıları kullanılmaktadır (Eskizeybek 2012, Hossain ve ark. 2014, Demirci 2017).

DENEYSEL

Malzeme

Gerçekleştirilen çalışmada nanopartikül katkısı olarak çok duvarlı karbon nanotüpler Timesnano şirketinden temin edilmiştir. Çok duvarlı karbon nanotüpler ortalama 30nm dış çap ve 10-30µm uzunluğundadır. Bazalt elyaf kompozit levhaların imalinde 11-13 µm elyaf çapı aralıklarında olan Kamenny Vek Advanced Basalt Fiber 12KV 400 tex 3k twill bazalt elyaflar kullanılmıştır. Matris malzemesi olarak DGEBA(MGS L160) orta viskoziteli epoksi ve MGS H2 60S sertleştirici kullanılmıştır (Demirci 2017).

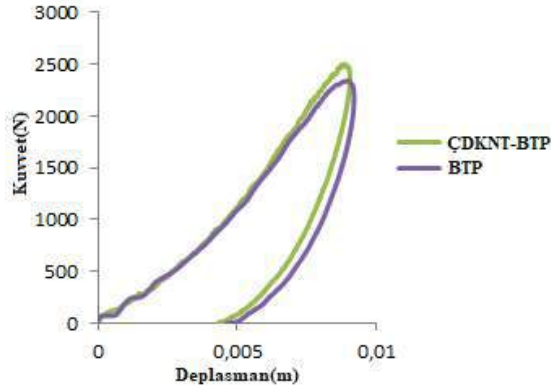
Yöntem

Ağırlıkça %0.3 ÇDKNT'ler epoksi matrise öncelikle 10dk mekanik karıştırıcı, sonra 1 saat ultrasonik karıştırıcı ile karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir. Vakum infüzyon yöntemi ile 6 tabakalı ÇDKNT katkılı ve katkısız kompozitler vakum infüzyon yöntemi ile üretilmiştir. 10j ve 20j enerji seviyelerinde ASTM-D-7136 standardına göre düşük hızlı darbe testleri gerçekleştirilmiştir (Demirci 2017).

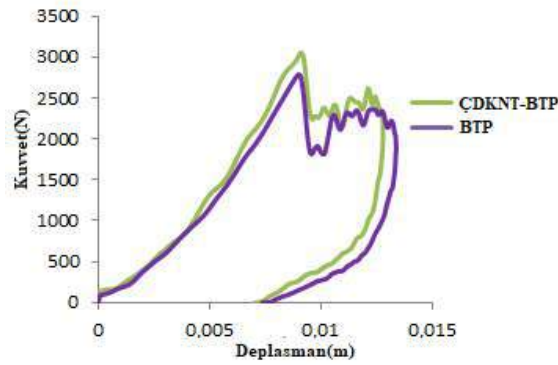
Deneyel Sonuçlar ve Tartışma

ASTM-D-7136 standardına göre %0.3 ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin 10j ve 20j enerji seviyelerindeki kuvvet-deplasman grafikleri Şekil 1 ve Şekil 2'de verilmiştir. Şekil 1 ve Şekil 2' deki 10j ve 20j enerji seviyesindeki kuvvet-deplasman grafikleri incelendiğinde, ÇDKNT katkılı BTP/Epoksi kompozitlerin maksimum kuvvetlerinin katkısız BTP/Epoksi kompozitlere göre daha yüksek değerler aldığı görülmektedir. Aynı zamanda, deplasman değerlerinin yani çökme miktarlarının da katkısız

BTP/Epoksi göre daha düşük değerler aldığı tespit edilmiştir. Düşük hızlı enerji seviyesinin artmasıyla, tüm kompozitler için maksimum kuvvet ve deplasman değerlerinin arttığı belirlenmiştir(Demirci 2017).



Şekil 1. 10j enerji seviyesinde ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin kuvvet-deplasman grafiği(Demirci 2017).



Şekil 2. 20j enerji seviyesinde ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin kuvvet-deplasman grafiği(Demirci 2017).

Grafikler incelendiğinde, lokal eğilme rijitliklerinin ÇDKNT'lerin katılmasıyla arttığı ve bunun deplasman değişimine etki ettiği yorumlanmıştır. Kompozitlerin hasar görüntüleri incelendiğinde, enerji seviyesinin artmasıyla birlikte delaminasyon hasarlarının arttığı aynı zamanda 20j enerji seviyesinde lokal elyaf kırılma hasarlarının da gözlemlendiği tespit edilmiştir(Demirci 2017).

GENEL SONUÇLAR

ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin 10j ve 20j enerji seviyelerindeki düşük hızlı darbe deneyleri sonuçları değerlendirildiğinde;

- Enerji seviyesinin artmasıyla maksimum kuvvet ve deplasman değişim değerlerinin arttığı,
- ÇDKNT katkısının aynı enerji seviyelerinde maksimum kuvvet değerini

arttırdığı ve deplasman değişimini azalttığı tespit edilmiştir.

BİLGİLENDİRME

Bu çalışma İbrahim Demirci'nin Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezinden faydalanılarak hazırlanmıştır.

KAYNAKLAR

Colombo, C, Vergani L, Burman M. 2012, Static and fatigue characterisation of new basalt fibre reinforced composites. Composite Structures, 94, 3, 1165-74

Demirci, İ. 2017, Karbon Nanotüp ve Nano Silika Takviyeli Bazalt/Epoksi Hibrit Nanokompozitlerin Korozif Ortamda Darbe Davranışları, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Konya, Türkiye, 1-110

Demirci MT. 2015, SiO₂ Nanopartikül katkısının yüzey çatlaklı ve çatlaksız bazalt elyaf takviyeli kompozit boruların yorulma davranışlarına etkisi, Doktora Tezi, Ph.D, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Konya, Türkiye.

Dehkordi, MT, Nosrati, H, Shokrieh, MM, Minak, G, Ghelli, D. 2010, Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics. Materials & Design, 31, 8, 3835-44.

Eskizeybek, V. 2012, Yüzeylerine kimyasal olarak karbon nanotüpler bağlanmış örgü cam fiber/epoksi nanokompozitlerin üretimi ve tabakalar arası kırılma davranışının incelenmesi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, Türkiye.

Hossain, ME, Hossain, MK, Hosur, M, Jeelani S. 2014, Low-velocity impact behavior of CNF-filled glass-reinforced polyester composites. Journal of Composite Materials, 48, 7, 879-96.

Pavlovski, D, Mislavsky B, Antonov A. 2007, CNG cylinder manufacturers test basalt fibre. Reinforced Plastics, 51, 4, 36-9.

Deniz Suyu Korozyon Ortamında Karbon Nanotüp Katkısının Bazalt Elyaf Takviyeli Epoksi Kompozitlerin Çekme Dayanımına Etkisinin Araştırılması

Demirci, İbrahim¹, Avcı, Ahmet², Demirci, M. Turan³

¹ Necmettin Erbakan Üniversitesi, ^{2,3} Selçuk Üniversitesi
turandemirci@selcuk.edu.tr

AMAÇLAR

Gerçekleştirilen bu çalışmada ÇDKNT(Çok duvarlı karbon nanotüp) katkılı ve katkısız Bazalt Elyaf Takviyeli(BTP)/Epoksi kompozitlerin 0, 10, 20 ve 40 deniz suyu korozyon (Akdeniz) sürelerinde ASTM D 3039/D 3039M-14 standartlarına göre çekme dayanımında meydana gelen değişimler incelenmiştir. Çekme deneyleri neticesinde, ÇDKNT katkısıyla BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımının arttığı ve deniz suyu korozyon ortamında BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımındaki düşümlere direnç sağladığı tespit edilmiştir.

GİRİŞ

Bazalt elyaf lar son zamanlarda diğer elyaf takviyelerine sağlamış oldukları mekanik dayanımlar ve korozyon dirençlerinden dolayı araştırma ve uygulama sahalarında tercih edilen çalışma konuları olmaktadır.(Demirci 2017, Demirci 2015, Pavloski ve ark.2007, Colombo ve ark.2012, Deák ve Czigány 2009, Dehkordi ve ark. 2010). Bunun yanında elyaf takviyeli polimer kompozitlerde, nanopartikül katkılarıyla mekanik özellikler iyileştirilmeye çalışılmaktadır. Nanopartiküllerin polimer matrise katkısıyla sağlamış oldukları avantajlar ile beraber, korozyon ortamlarında kompozitlerin mekanik davranışlarına olan etkileri üzerine de çalışmalar yapılmaya başlanmıştır. Han ve ark. (2016) SiO₂ nanopartikül katkılı ve katkısız epoksi nanokompozitleri 7 gün ve 30 gün deniz suyu korozyon ortamında beklettikten sonra kırılma tokluklarındaki kayıpları incelemişlerdir. Kim ve ark. (2012) ağırlıkça %1 silanla modifiye edilmiş karbon nanotüp katkılı bazalt takviyeli epoksi kompozitlerde deniz suyu korozyon ortamında yaklaşık 40-60 günler arasında eğme dayanımında meydana gelen değişimleri incelemişlerdir.(Eskizeybek 2012, Hossain ve ark. 2014, Demirci 2017, Han ve ark. 2016, Kim ve ark. 2012).

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışmada nanopartikül katkısı olarak çok duvarlı karbon nanotüp (ÇDKNT), matris

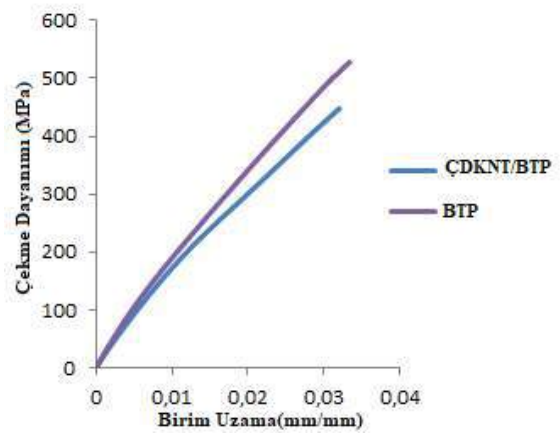
malzemesii; DGEBA(MGS L160) orta viskoziteli epoksi, takviye malzemesi olarak ise Kamenny Vek Advanced Basalt Fiber 12KV 400 tex 3k twill bazalt elyaflar kullanılmıştır(Demirci 2017).

Yöntem

Ağırlıkça %0.3 ÇDKNT'ler epoksi matrise öncelikle 10dk mekanik ve 1 saat ultrasonik karıştırma işlemi neticesinde karıştırılmıştır. Vakum infüzyon yöntemi ile 6 tabakalı ÇDKNT katkılı ve katkısız kompozitler vakum infüzyon yöntemi ile üretilmiştir ve ASTM D 3039/D 3039M-14 standartlarına göre 0, 10, 20 ve 40gün deniz suyu ortamında (Akdeniz) bekletilen numunelere çekme deneyleri uygulanmıştır.(Demirci 2017).

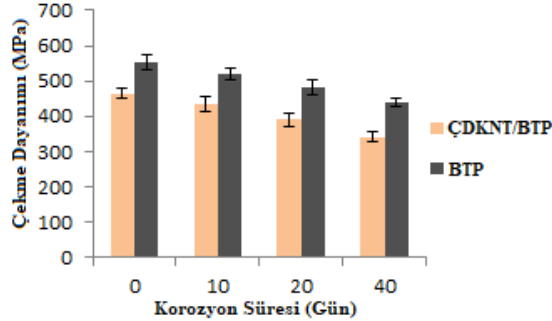
Deneysel Sonuçlar ve Tartışma

ASTM D 3039/D 3039M-14 standartlarına göre 0, 10, 20 ve 40gün deniz suyu ortamında (Akdeniz) bekletilen numunelere çekme deneyleri uygulanmıştır. Çekme deneyleri sonucunda, artan korozyon süresine göre çekme dayanımındaki değişimler tespit edilmiştir(Demirci 2017). Şekil 1.'de korozyona maruz kalmamış ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımı grafiği verilmiştir.



Şekil 1. Deniz suyu korozyonuna maruz kalmamış ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımları grafiği(Demirci 2017).

Şekil 1’deki korozyona maruz kalmamış ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin çekme grafikleri incelendiğinde, karbon nanotüp katkısıyla çekme dayanımının, rijitliğin ve birim uzamanın arttığı gözlenmiştir.



Şekil 2. 0, 10, 20 ve 40 gün korozyon günlerinde ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımları grafiği (Demirci 2017).

Şekil 2 incelendiğinde korozyon süresinin artmasıyla beraber çekme dayanımında düşüşlerin olduğu gözlemlenmektedir. 10 gün korozyon süresinde ÇDKNT katkılı BTP/Epoksi kompozitlerde %5.9, katkısız BTP/Epoksi kompozitlerde %6.7 çekme dayanımında azalma tespit edilmiştir. 20 gün korozyon ortamında ÇDKNT katkılı BTP/Epoksi kompozitlerde %12.6, katkısızlarda %16.1 çekme dayanımında azalmalar görülmüştür. 40 gün deniz suyu korozyon ortamında bekletilen ÇDKNT katkılı BTP/Epoksi kompozitlerde ise %20.5, katkısızlarda ise %26.5 çekme dayanımında azalmalar belirlenmiştir (Demirci 2017).

GENEL SONUÇLAR

ÇDKNT katkılı ve katkısız BTP/Epoksi kompozitlerin 0,10,20 ve 40 gün korozyon sürelerinde göre çekme dayanımındaki değişimler değerlendirildiğinde;

- ÇDKNT katkısıyla BTP/Epoksi kompozitlerin çekme dayanımında artış sağladığı,
- Korozyon sürelerinin artmasıyla tüm kompozitlerin çekme dayanımında azalmaların görüldüğü,
- ÇDKNT katkısının artan korozyon süresine göre çekme dayanımının azalmasına direnç sağladığı tespit edilmiştir.

BİLGİLENDİRME

Bu çalışma İbrahim Demirci’nin Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezinden faydalanılarak hazırlanmıştır.

KAYNAKLAR

Colombo, C, Vergani L, Burman M. 2012, Static and fatigue characterisation of new basalt fibre reinforced composites. *Composite Structures*, 94, 3, 1165-74

Demirci, İ. 2017, Karbon Nanotüp ve Nano Silika Takviyeli Bazalt/Epoksi Hibrit Nanokompozitlerin Korozyon Ortamında Darbe Davranışları, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi, Konya, Türkiye, 1-110

Demirci MT. 2015, SiO₂ Nanopartikül katkısının yüzey çatlaklı ve çatlaksız bazalt elyaf takviyeli kompozit boruların yorulma davranışlarına etkisi, Doktora Tezi, Ph.D, Selçuk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Konya, Türkiye.

Dehkordi, MT, Nosrati, H, Shokrieh, MM, Minak, G, Ghelli, D. 2010, Low velocity impact properties of intra-ply hybrid composites based on basalt and nylon woven fabrics. *Materials & Design*, 31, 8, 3835-44.

Eskizeybek, V. 2012, Yüzeylerine kimyasal olarak karbon nanotüpler bağlanmış örgü cam fiber/epoksi nanokompozitlerin üretimi ve tabakalar arası kırılma davranışının incelenmesi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı, Konya, Türkiye.

Han, W, Chen, S, Campbell, J, Zhang, X, Tang, Y. 2016, Fracture toughness and wear properties of nanosilica/epoxy composites under marine environment. *Materials Chemistry and Physics*, 177, 147-55.

Hossain, ME, Hossain, MK, Hosur, M, Jeelani S. 2014, Low-velocity impact behavior of CNF-filled glass-reinforced polyester composites. *Journal of Composite Materials*, 48, 7, 879-96.

Kim, M, Rhee, K, Park, S, Hui D. 2012, Effects of silane-modified carbon nanotubes on flexural and fracture behaviors of carbon nanotube-modified epoxy/basalt composites. *Composites Part B: Engineering*, 43, 5, 2298-302.

Pavlovski, D, Mislavsky B, Antonov A. 2007, CNG cylinder manufacturers test basalt fibre. Reinforced Plastics, 51, 4, 36-9.

Pamuklu Kumaşlara Ozon ile Aşındırma Baskı Yapan Sistem Tasarımı

System Design for Discharge Printing of Cotton Fabrics by Ozone

YİĞİT, İdil¹, EREN, Semiha², EREN, Hüseyin Aksel³

¹İstanbul Kavram Meslek Yüksekokulu, Bahçelievler Mah. Bosna Bulvarı, No:140 34680, Üsküdar, Çengelköy, İstanbul, Türkiye

²Uludağ Üniversitesi, Orhangazi Yeniköy Asil Çelik Meslek Yüksekokulu, Yeniköy Altı Çalılık Mevki Yeniköy- Orhangazi / Bursa, Türkiye

³Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Görükle Kampüsü 16059 Nilüfer/Bursa, Türkiye

idal.yigit@kavram.edu.tr

AMAÇLAR

Tekstil endüstrisinde boyama ve baskı proseslerinin sebep olduğu kirliliği azaltmak amacıyla daha ekolojik proseslerin geliştirilmesi üzerine ozonlama gibi yenilikçi çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışma baskı teknolojisinde yenilikçi çalışmalara uygun bir sistem tasarımı sunmaktadır.

GİRİŞ

Küresel ısınma, su kaynaklarının azalması, kimyasal atık sorunları ve ekoloji konusundaki yasal düzenlemeler, mevcut çalışmaların çevre dostu ölçütlere uygun olarak yapılmasını sağlamaktadır. Tekstil baskıcılığının geleceği büyük oranda “sürdürülebilir ve temiz üretim” gibi çevreci üretim yaptırımları ve talepleri tarafından şekillenmektedir. Bu anlamda tekstil baskıcılığında son yıllarda gündeme gelen; baskı süreçlerinde zararsız kimyasalların kullanılması, daha az enerji ile üretim ve daha az su tüketimi, minimum baskı patı atığı, üresiz baskı, formaldehidsiz (pigment) baskı gibi konuların gündemde kalmaya devam etmesi beklenmektedir¹⁻². Aşındırma baskı ile ilgili yapılan literatür araştırmasında; kullanılan kimyasalların toksikliğinden, çevreye ve insan hayatına verdiği zararlardan bahsedilmiş bu durumu hafifletmek ya da engellemek için çeşitli alternatifler sunulmuştur. Bu alternatiflerin içinde özellikle enzimler gibi doğal kaynaklı çalışmaların yoğunluğu dikkat çekmiştir³⁻⁵. Teknik açıdan, ekolojik üretim sürecinde, çevre dostu ham maddelerin kullanılması kadar seçilen üretim yöntemlerinin de çevre dostu olması büyük önem taşımaktadır².

Tekstil terbiyesi için geliştirilen yenilikçi yöntemlerden biri de ozonlamadır. Ozonlama; ozon gazının oksidatif özelliğini kullanan ve konvansiyonel terbiye işlemlerine kıyasla daha düşük enerji ve su tüketen çevre dostu bir uygulamadır. Tekstilde; denim ağartmadaki endüstriyel kullanımının yanı sıra özellikle ağartma proseslerinde ve boyama sonrası atık suların temizlenmesi/geri kazanımı vb. alanlarda da kullanımında da ciddi çalışmalar mevcuttur. Baskı proseslerinde ozon kullanımı ile ilgili literatür incelendiğinde; çalışmaların sadece işlem sonrası oluşan atık suların temizlenmesine yönelik olduğu görülmüştür⁶⁻¹⁷. İncelenen patentlerde ise; ozonlama ile tekstil mamüllerinin renklerinin açılmasına yönelik proseslere ve aygıt tasarımlarına rastlanmıştır ancak 2015/00421 no’lu patent başvurusu dışında çalışmalarda net bir desen elde edilmesinden bahsedilmemiştir¹⁸⁻¹⁹. Bu verilerden yararlanarak tasarımı yapılan sistemde ozon gazı ile baskı yapılarak yenilikçi bir çalışma planlanmıştır.

DENEYSEL

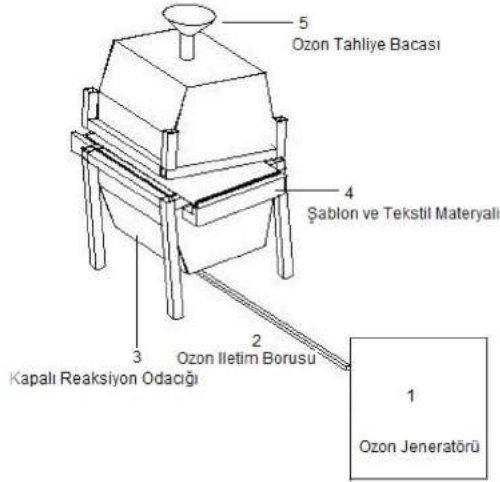
Malzeme

Makine konstrüksiyonunda sac profil, gaz tedariki için ozon jeneratörü kullanılmıştır. Kullanılan ozon gazının tahliyesi için üst kapağa fan yerleştirilmiş, uygulamada pamuklu dokuma kumaşlar ve biri desenli olmak üzere iki adet şablon kullanılmıştır. Şekil 1’de makine teknik çizimi ve Şekil 2’de ozon jeneratörü modifiyeli makine prototipi görülmektedir.

Yöntem

Ozon jeneratöründen elde edilen gaz, sistemin alt kısmından ozon etkileşim kamarasına verilmiştir,

şablonlar arasına nemlendirilerek yerleştirilmiş kumaş içerisinden geçmesi sağlanmış ve üst kapaktaki fan yardımı ile tahliye edilmiştir.



Şekil 1. Tasarımı yapılan makinenin teknik çizimi

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Uygulama sonrası numunelere % renk sökme, mukavemet ve KOİ testleri yapılmış ve elde edilen değerler konvansiyonel aşındırma baskı yöntemi ile elde edilen numuneler ile kıyaslanmıştır. Kıyaslama sonucunda ozon gazı ile aşındırılan numunelerin % renk sökme ve mukavemet değerleri, konvansiyonel aşındırma baskı ile elde edilen numunelere yakın değerlerde olduğu görülmüştür. Çalışmanın çevresel etkisini inceleme amacıyla yapılan KOİ ölçümleri ise, konvansiyonel aşındırma baskıya göre çok daha iyi sonuçlar vermiştir. Elde edilen numuneler Şekil 2. 'de verilmiştir.



Şekil 2. Ozon gazı ile aşındırma baskı yöntemi ile elde edilen numuneler

GENEL SONUÇLAR

Hiçbir kimyasal madde kullanılmadan elde edilen numuneler ile tasarlanan sistemin başarılı olduğu görülmüştür. Sonuç olarak Şekil 2.'de de görüldüğü üzere yapılan sistem tasarımı ile hem baskı efekti elde edilmiş hem de çevresel etkisi çok az olan bir üretim yöntemi geliştirilmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yapılan sistem tasarımının geliştirilmesi ile sanayiye uygulanabilir hale gelmesi sonraki dönemde yapılabilecek çalışmalar arasındadır.

NOT: Sistem tasarımı için patent başvurusunda bulunulmuştur. TPE başvuru no: **2015/00421 Renkli Kumaş Ya Da Kıyafetlerin Ozon İle Desenlendirilmesi İçin Makine Ve Yöntem**

KAYNAKLAR

1. Yıldırım, L., Erdem İşmal, Ö., 2012 "Tekstil Tasarımında Çevre Dostu Yaklaşımlar", Akdeniz Sanat, 4(8), 9-13.
2. Dale, S., 2013. Discharge Printing. Wearables, p. 26-27(www.wearablesmag.com- (Erişim Tarihi 24.08.2015)
3. El-Thalouth, I. A., Kantouch, F., Nassar, S. H., El-Hennawi, H. M., Youssef, M. A. 2008. "Ecofriendly discharge printing on cotton fabrics using laccase enzyme" Indian J Fibre Text Res, 3(33): 52-57.
4. Karthikeyan, K., Dhurai, B. 2011. New method of discharge printing on cotton fabrics using horseradish peroxidase. Autex Res J, 11(2): 61-65.
5. Ragheb, A.A., Haggag, K., El-Thalouth, I. A., Rekaby, M.T. 2013. Bio-discharge Printing on Cotton Knitted Fabrics Using Enzyme and Brewers Yeast. Journal of Applied Sciences Research, 9(1): 205-225.
6. Arooj, F., Ahmad, N., Chaudhry, M. N. 2015. A Pilot-Scale Application of Ozone to Bleach Raw Cotton Fabric Using Various Additives. Ozone: Science & Engineering, 37(3): 203-215.
7. Eren, H. A., Ozturk, D., Eren, S. 2012. Afterclearing of disperse dyed polyester with gaseous ozone. Coloration Technology, 128(2):75-81.
8. Bahtiyari, M. İ., Benli, H. 2016. Ozone bleaching of cotton fabrics with the aid of ultrasonic humidifier. Cellulose, 23(4): 2715-2725.
9. Piccoli, H. H., Ulson de Souza, A. A., Ulson de Souza, S. M. A. G. 2015. Bleaching of knitted cotton fabric applying ozone. Ozone: Science & Engineering, 37(2): 170-177.
10. Eren, H. A. 2006. Afterclearing by ozonation: a novel approach for disperse dyeing of polyester. Coloration technology, 122(6): 329-333. Eren, H. A. 2007. Simultaneous afterclearing and decolorisation by ozonation after disperse dyeing of polyester. Coloration Technology, 123(4):224-229.
11. Eren, H. A., Ozturk, D., Eren, S. 2012. Afterclearing of disperse dyed polyester with gaseous ozone. Coloration Technology, 128(2):75-81.
12. Kant, R. 2012. Textile dyeing industry an environmental hazard. Natural science, 4(1): 22-26.
13. Gnoni, M. G., & Elia, V. 2013. An environmental sustainability analysis in the printing sector. International Journal of Sustainable Engineering, 6(3), 188-197.
14. Slater, K. 2003. Environmental impact of textiles: production, processes and protection (Vol. 27). Woodhead Publishing.

- 15.Eryuruk, S. H. 2012. Greening of the textile and clothing industry. *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, (6A (95)): 22-27.
- 16.Husain, I., Husain, J., Arif, M. 2013. Environmental impact of dyeing and printing industry of Sanganer, Rajasthan (India). *Turkish Journal of Engineering and Environmental Sciences*, 37(3): 272-285.
- 17.Yiğit,İ., Eren,S., Eren H.E., 2017, Ozone Utilisation for Discharge Printing For Reactive Dyed Cotton. *Coloration Technology*, Doi: 10.1111/cote.12306 (Yayın No: 3576144)
- 18.Patent Araştırma.
<http://online.turkpatent.gov.tr/EPATENT/servlet/PreSearchRequestManager>-(Erişim tarihi: 22.08.2016)
- 19.www.google.com/patents-(Erişim tarihi: 22.08.2016)

Kopolimer Makro Sentetik Lif Takviyeli Betonlarda Performans İncelemesi

ŞANAL, İrem

Bahçeşehir Üniversitesi
irem.sanal@eng.bau.edu.tr

Amaçlar

Makro Sentetik Lif Takviyeli Betonlar (MSLTB), bir mühendislik malzemesi olarak olgunluğa erişmiştir ve halihazırda bazı inşaat mühendisliği uygulamalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, MSLTB için tasarım yaklaşımları çelik lifleri kadar iyi geliştirilmemiştir ve yönergelerin geliştirilmesine yardımcı olmak ve pratik uygulamaları artırmak için bu yeni malzemeye ilişkin daha fazla araştırmaya ihtiyaç duyulmaktadır. Bu çalışmanın temel amacı MSLTB'nin mevcut bilgi ve uygulamalarını eleştirel bir bakışla incelemek ve bu liflerin farklı beton karışımlarının taze ve sertleştirilmiş durum performansları üzerindeki etkisini incelemektir.

Giriş

Birçok lif takviyesi alternatifi içerisinde, polimerden yapılmış sentetik lifler somut uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır^{1, 5-11}. Son zamanlarda, hem ekonomik nedenlerle hem de hizmet edebilecekleri geniş işlevsellik aralığı nedeniyle sentetik lif takviyeli beton uygulamaları popülerlik kazanmaktadır. Sentetik lif takviyeli betonun mekanik özellikleri, lifin mukavemeti, elastisite modülü, tipi, boyutları ve dozajı ile^{4, 6} geniş ölçüde değişir. Bazı uygulamalarda, çelik ve sentetik lifler daha iyi performansa sahip betonlar elde etmek için bir arada da kullanılabilir^{3,12}.

Son zamanlarda, çelik liflerin yapısal uygulamalardaki bazı dezavantajlarına istinaden, yerlerine geçmesi için makro-sentetik lifler üretilmiştir^{2,13}, ancak bu lifler ile güçlendirilmiş betonların mekanik davranışı hakkında bilgi hala sınırlıdır.

Bu çalışma makro-sentetik liflerin iki farklı yüzdede (% 0.5 ve % 0.8) kullanılmasıyla betonun mekanik özelliklerine olan etkisini araştırmak amacıyla yapılmıştır. Ayrıca, nihai mekanik özellikleri diğer beton numuneleri ile karşılaştırmak için iki farklı yüzdede (% 1 ve % 1.5) çelik lifler ile de beton numuneler hazırlanmıştır.

Bu çalışmanın temel amacı, makro sentetik lif takviyeli betonun mevcut bilgi ve uygulama durumunu eleştirel bir biçimde gözden geçirmek ve ayrıntılı bir incelemeyi takiben, liflerin taze ve sertleşmiş betonun performansına olan etkisine dikkat etmektir. Makro sentetik liflerin işlenebilirlik, basınç dayanımı ve su emme sonuçları üzerindeki etkileri çelik liflerin performansıyla karşılaştırılarak ele alınmış ve yüksek performanslı betonarme için optimum karışım oranları belirlenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Beton numuneleri için kullanılan çimento, Akçansa Çimento Şirketi tarafından üretilen CEM I 42.5 R olup, F tipi uçucu kül (FA), 2 tip kaba agregası (maksimum çap = 20mm) kullanılmıştır. Beton karışımları için kullanılan kum ve öğütülmüş taş yoğunluğu 2.65 g / cm³ ve 2.71 g / cm³'tür. İki farklı uzunlukta çelik lif (35 ve 50 mm) ve Şekil 1'de görülebilen, en-boy oranı 80 olan makro-sentetik lifler kullanılmıştır. Tablo 2, kullanılan Makro-sentetik liflerin fiziksel ve mekanik özelliklerini gösterir. Ayrıca tüm beton karışımlarında, %1.7 oranında, 1.075 kg / m³ yoğunluğa sahip olan süperakışkanlaştırıcı (Glenium-51) kullanılmıştır.

Tablo 2. Kullanılan makro-sentetik liflerin fiziksel ve mekanik özellikleri.

Uyumluluk	ASTM C-1116
Köken	100% Kopolimer
Lif Tipi	Monofilament
Renk	Gri
Asit / Alkali Direnci	Mükemmel
Özgül Ağırlık	0.91
Uzunluk	
Çekme Mukavemeti	



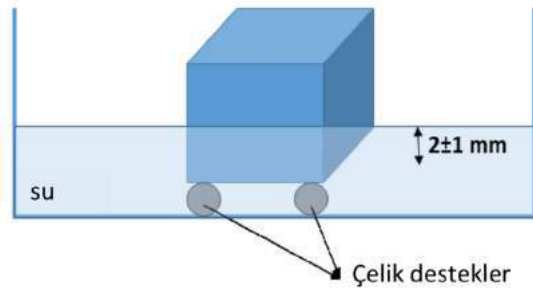
Şekil 1. Makro Sentetik Elyaf

100x100x100 mm ölçülerindeki 21 kübik beton numunesi (7 grubun her birinden 3 numune) ve 14 prizmatik beton numunesi (7 grubun her birinden 2 numune), 40x40x160 mm boyutlarında dökülmüştür.

Yöntem

Çelik lifler, uçucu kül, makro sentetik lifler ve kimyasal katkılardan oluşan farklı hacim oranlarında toplam 7 grupta beton karışımı üretildi. Numune performanslarını değerlendirmek için numuneler üzerinde mini çökme testi, basınç testi uygulanmış ve bu farklı beton karışım gruplarının su geçirgenliğinin ölçülmesi için su absorpsiyonu ve sorptivite testleri yapılmıştır.

Bu çalışmada, beton numunelerin basınç dayanım testleri ASTM C39 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiş ve betonun su emme direnci Şekil 2'den görülebileceği gibi, ASTM C 1585-04'e (ASTM, 2006b) göre numunenin bir yüzeyi suya maruz bırakıldığında zamanın bir fonksiyonu olarak suyun emilmesinden kaynaklanan kütle artışını ölçerek test edilmiştir.



Şekil 2. Su emme testi kurulumunun şematik görünüşü

Bu nedenle, bu kapsamlı çalışma ile, makro sentetik elyafların günümüzdeki uygulamaları ve beton elemanlarda bir fiber takviye mekanizması olarak kullanılma potansiyeli hakkında ayrıntılı bir anlayış kazanılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Daha önceki çalışmalardan, liflerin ve uçucu küllerin akışkanlığı azalttığı bilinmektedir. Tablo 3'e göre, elyaflar karışıma dahil edildiğinde, mini çökme çapı ve dolayısıyla karışımların işlenebilirliği de azalmıştır. Bu sonuçlar, makro plastik elyafların eklenmesinin çökme miktarını azalttığını ve böylece taze betonun işlenebilirliğini azalttığını göstermektedir. Bu nedenle, en düşük işlenebilirlik sonuçlarının hem elyaf hem de uçucu

kül içeren karışımlar grubuyla elde edildiği sonucuna varılabilir.

Tablo 3. Mini Çalkantı Akışı Test Sonuçları

Karışım Kodu	Çökme Yayılması (mm)	Çökme Yayılmasındaki Azalış (%)
O1	47	-
ST1.0	41	12,8
ST1.5	36	23,4
FF0.5	40	14,9
FF0.8	36	23,4
ST1.0FA12	32	31,9
FF0.5FA12	33	29,8

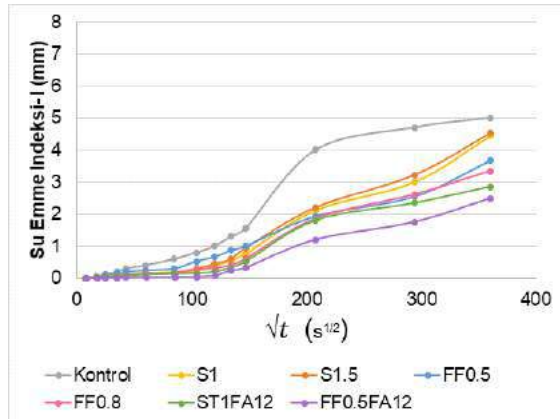
Tablo 4'ü dikkate alarak, hem çelik liflerin hem de makro-sentetik liflerin bir araya getirilmesinin beton numunelerinin basınç dayanımını arttırdığı görülmektedir. Makro-sentetik liflerin eklenmesi, Tablo 4'te gösterildiği gibi, lif hacim miktarına göre basınç dayanımında % 3,2'den % 8,7'ye artan bir iyileşmeye neden olmaktadır. Nihai numune basınç dayanımlarına bakıldığında, % 0.8 oranında makro sentetik liflerin etkisiyle oluşan iyileşme, çelik liflerin % 1 oranında eklenmesiyle anca elde edilebilmektedir. Bu davranış, beton karışımındaki makro-sentetik liflerin, betonun mekanik özelliklerini arttıran diğer agregalarla iyi bir birleşme/bağlanma gerçekleştirmiş olmasıyla açıklanabilir. Beton içerisindeki liflerin su hareketlerine direnç göstermesi, dolayısıyla permeabiliteyi düşürmeyi etkiliyor olduğu bilinmektedir. Beton karışımlarının kılcal emme katsayıları Şekil 3'de sunulmuştur.

Tablo 4. Basınç mukavemeti ve mukavemet artışı sonuçları

Karışım Kodu	Ortalama Basınç Dayanımı (MPa)	% Dayanım Artışı
O1	55,27	-
ST1.0	61,38	11,1
ST1.5	59,37	7,4
FF0.5	60,1	8,7
FF0.8	57,04	3,2
ST1.0FA12	69,11	25,0
FF0.5FA12	68,1	23,2

Tablo 5. Tüm Numune Grupları için Su Emme Test Sonuçları

Ölçüm Zamanı (t)					$\sqrt{t}$	Su emme indeksi (I) (Kütle Artışı/Yüzey Alanı/Suyun Yoğunluğu)					
					Kontrol Numunesi	Çelik Lifler		Makro Sentetik Lifler		Uçucu Kül	
gün	saat	dk	sn	(sn) ^{1/2}		ST1.0	ST1.5	FF0.5	FF0.8	ST1FA12	FF0.5FA12
		1	60	8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
		5	300	17	0,06	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02	0,00
		10	600	24	0,10	0,07	0,06	0,11	0,06	0,05	0,01
		20	1200	35	0,20	0,08	0,08	0,14	0,07	0,06	0,02
		30	1800	42	0,30	0,08	0,10	0,20	0,11	0,08	0,02
	1	60	3600	60	0,40	0,14	0,14	0,24	0,15	0,12	0,03
	2	120	7200	85	0,60	0,18	0,17	0,30	0,17	0,14	0,03
	3	180	10800	104	0,80	0,22	0,30	0,52	0,27	0,16	0,04
	4	240	14400	120	1,00	0,39	0,44	0,66	0,32	0,20	0,08
	5	300	18000	134	1,30	0,55	0,59	0,87	0,41	0,34	0,24
	6	360	21600	147	1,56	0,76	0,94	1,00	0,61	0,52	0,33
1	12	720	43200	208	4,00	2,12	2,20	1,93	1,86	1,81	1,20
2	24	1440	86400	294	4,70	3,00	3,22	2,55	2,61	2,35	1,76
3	36	2160	129600	360	5,00	4,44	4,52	3,67	3,34	2,86	2,49
Kontrol Numunesine Kıyasla Su Emme Kapasitesindeki Azalış (%)											
						11	10	27	33	43	50



Şekil 3. Su emme süresi ve kılcal emilim katsayıları veren zaman arasındaki ilişki

Daha detaylı bir şekilde, Tablo 4'teki normal beton numunesiyle karşılaştırıldığında, % 0.8'lik makro sentetik lif içeren beton numunesi, su emiliminde % 33'lük bir azalmaya neden olurken, % 1 çelik lif içeren numune su emiliminde sadece % 11'lik bir azalma sağlamıştır. Önemli bir nokta da, uçucu kül ilavesi, FF0.5 FA12 numune karışımı olması nedeniyle absorpsiyonu % 50'ye dramatik bir şekilde arttırmıştır. Bu nedenle, polipropilen lif ve uçucu kül ilavesinin su emilimini azalttığı ve kuruma büzüşmesini azalttığı bulundu.

Genel olarak, makro-sentetik elyafların ve uçucu külün eklenmesinin, mekanik performansın artması ve su emiliminin azalması açısından daha iyi dayanıklılık ile sonuçlanan en iyi sonuçları verdiği karar verilebilir.

GENEL SONUÇLAR

Makro sentetik elyaf takviyeli betonların mekanik performanslarının değerlendirilmesi üzerine yapılan bu çalışmanın sonuçlarına dayanarak, aşağıdaki sonuçlar çıkarılabilir:

- Makro sentetik liflerin betona eklenmesi, taze haldeki beton karışımlarında çökme yayılmasında azalmaya neden olmaktadır.
- Lif yüzdesindeki artış hem çelik lif hem de makro-sentetik lif takviyeli beton numuneleri için basınç dayanımının düşmesine neden olur.
- Çelik liflerden farklı olarak, beton içindeki makro-sentetik lifler, betonda su emilimini azaltır ve makro-sentetik liflerin ve uçucu külün kombinasyonu, numuneler arasında en düşük su emme değerini verir
- Çelik liflerin % 1'i yerine makro-sentetik eliflerin % 0,8'inin, basınç mukavemeti açısından neredeyse aynı artışa neden olduğunu açıkça görülmüştür. Dolayısıyla betonda makro-sentetik liflerin çelik lifler yerine kullanımıyla birlikte, mekanik performansta göze çarpan bir değişim olmaksızın,

hem kullanılan lif miktarı hacimsel olarak %20 civarında azaltılabilecek, hem de su emilimi azaltılmış olarak betonun durabilitesi (dayanıklılığı) arttırılabilecektir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Çalışmanın devamında, betonda kapiler su emme özelliğinin yanısıra, beton dayanıklılığında (durabilitesinde) çok önemli bir yeri olan donme/çözünme testlerinin de yapılması amaçlanmaktadır. Böylelikle polimer makro sentetik liflerin betonda ve inşaat sektöründe kullanımının artırılmasına yönelik daha kapsamlı bir çalışmanı tamamlanması amaçlanmaktadır.

TEŞEKKÜR

Yazar bu araştırma çalışmasındaki desteklerinden dolayı, Bahçeşehir Üniversitesi, Boğaziçi Üniversitesi Yapı Malzemeleri Laboratuvarı ve Forta-Ferro Company'ye müteşekkirdir.

KAYNAKLAR

1. Alhozaimy, A. M. Soroushiad, P. MirzaC, F. Mechanical Properties of Polypropylene Fiber Reinforced Concrete and the Effects of Pozzolanic Materials. Cement & Concrete Composites. Great Britain, 1995.
2. Altoubat S, Yazdanbakhsh A, Rieder K-A. Shear behavior of macro-synthetic fiber-reinforced concrete beams without stirrups. ACI Materials Journal 106(1): 381–389, 2009.
3. Banthia N, Sappakittipakorn M. Toughness enhancement in steel fiber reinforced concrete through fiber hybridization. Cem Concr Res;37(9):1366–72, 2007.
4. Bentur, A. and Mindess, S. Fiber reinforced cementitious composites. CRC Press, 2006.
5. Bernard ES. Creep of cracked fiber reinforced shotcrete panels. In: Bernard, editor. Shotcrete: more engineering developments. London: Taylor and Francis Group; 2004.
6. Buratti N, Mazzotti C, Savoia M. Post-cracking behaviour of steel and macrosynthetic fiber-reinforced concretes. Constr Build Mater;25(5):2713–22, 2011.
7. MacKay J, Trottier JF. Post-crack creep behavior of steel and synthetic FRC under flexural loading. In: Bernard, editor. Shotcrete: more engineering developments. London: Taylor and Francis Group; 2004.
8. Oh BH, Kim JC, Choi YC. Fracture behaviour of concrete members reinforced with structural synthetic fibers. Eng Fract Mech;74:243–57, 2007.
9. Oh BH, Park DG, Kim JC, Choi YC. Experimental and theoretical investigation on the postcracking inelastic behaviour of synthetic fiber reinforced concrete beams. Concr Cement Res;35:384–92, 2005.
10. Soutsos MN, Le TT, Lampropoulos AP. Flexural performance of fiber reinforced concrete made with steel and synthetic fibers. Constr Build Mater;36:704–10, 2012.
11. Suji D, Natesan SC, Murugesan R. Experimental study on behaviour of polypropylene fibrous concrete beams. J Zhejiang Univ Sci A;8(7): 101–19, 2007.
12. Tabatabaeian, M., Khaloo, A., Joshaghani, A. and Hajibandeh, E. Experimental investigation on effects of hybrid fibers on rheological, mechanical, and durability properties of high-strength SCC. Construction and Building Materials, 147, pp.497-509, 2017.
13. Zheng, Z., Feldman, D. Synthetic fiber-reinforced concrete, Progress in Polymer Science, Volume 20, Issue 2, Pages 185-210, 1995.

İplikteki Periyodik Hata Frekansının Wavelet (Dalgacık Dönüşümü) Analiz Tekniği İle Tespiti

DAĞKURS, Lütfullah¹, İŞERİ, İsmail²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi Tokat Teknik Bilimler MYO Tekstil Programı

²Ondokuz Mayıs Üniversitesi Müh.Fak. Bilgisayar Mühendisliği

lutfullah.dagkurs@gop.edu.tr

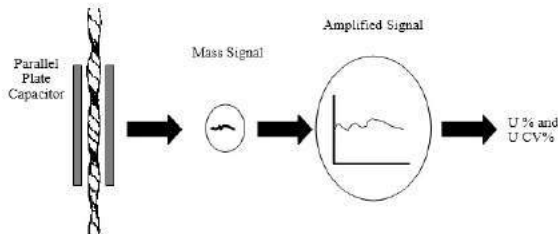
AMAÇLAR

İpliğin uzunluğu boyunca gösterdiği periyodik değişimler (çap değişimi, numara değişimi, ince –kalın yerler vb) dokuma ve örme kumaşlarda çeşitli görünüm bozukluklarına yol açmakta ve elde edilen kumaşın kalitesini önemli ölçüde düşürmektedir. İplik üzerinde bulunan periyodik değişimler geleneksel olarak ipliğin spektogramına bakılarak bulunabilmektedir. Yapılan bu çalışmada iplikte bulunan periyodik hatanın tespitinde spektogramlar yerine farklı bir yöntem olarak wavelet (dalgacık dönüşümü) analiz tekniği kullanılarak iplikte bulunan periyodik hatanın frekansı bulunmuştur.

GİRİŞ

Liflerin incelik ve uzunluk özellikleri açısından geniş sınırlar içerisinde değişim göstermesi ve liflerin iplik uzunluğu boyunca tesadüfi yerleşimlerinden kaynaklanan düzensiz dağılımlar nedeniyle ipliğin numara, mukavemet, büküm vb... özelliklerinde iplik boyunca değişimler ortaya çıkar. Tekstil malzemesinde ortaya çıkan bu tip değişimler, bazen belli bir zaman periyodu ile tekrarlama eğilimi gösterirler ki, bu tip değişimlere “periyodik düzensizlikler” veya “periyodik hatalar” adı verilir.¹

Bir iplikteki periyodik hatanın tespiti için öncelikli olarak ipliğin uzunluğu boyunca gösterdiği kütleli değişimi incelenmelidir. İpliğin kütleli değişimi günümüzde yaygın olarak kapasitif ölçüm cihazlarıyla ölçülebilmektedir. Kapasitif ölçüm cihazında iplik kapasitöre ait birbirine paralel 2 plaka arasından (Şekil 1) geçirilerek kapasitans değişimi elektronik olarak ölçülmektedir. Kapasitör arasından geçen iplik ölçüm sisteminin kapasitansını sürekli değiştirmektedir. Kapasitans geçen ipliğin kütlesine bağlıdır.²

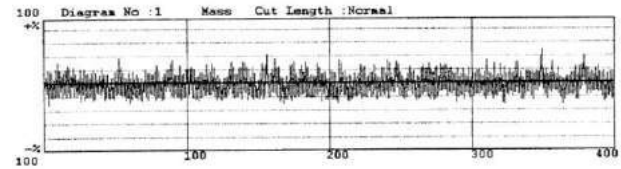


Şekil 1. Kapatif Ölçüm Prensipleri

Kaynak: <http://nptel.ac.in/courses/116102005/13>

Kapasitif ölçüm cihazlarından elde edilen kütleli değişim verileri sonuç olarak elektriksel sinyallerdir. Bir sinyal fiziksel bir büyüklüğü veya değişimi temsil eden bir fonksiyondur ve tipik olarak olgunun doğası ve davranışı hakkında bilgi içerir.³

İpliğin uzunluğu boyunca elde edilen kütleli değişim sinyalleri tek boyutlu sürekli olan sinyaller grubundadır. Genel olarak bir iplikteki kütleli değişim grafiği (diagram) Şekil 2’de verilmiştir.



Şekil 2. İplikteki kütleli değişimler (Diagram)

Kaynak: <https://textilestudycenter.com/graphical-representation-mass-variations/>

Şekil 2’deki iplik diagramına bakıldığında bu diagram içerisinde var olabilecek periyodik değişimlerin görülmesi ve tespiti oldukça güçtür. Geleneksel olarak iplikteki periyodik değişimlerin tespitinde spektogramlar kullanılmaktadır. Yapılan bu çalışmada iplikte bulunan periyodik değişimlerin tespitinde geleneksel yöntemin yerine wavelet analizi kullanılmıştır.

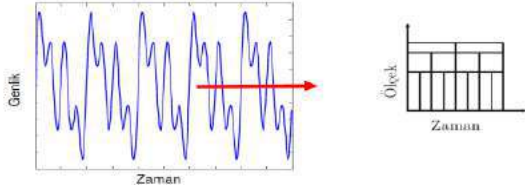
Günümüzde, birçok fiziksel büyüklük sürekli ve ayrık sinyal olarak gösterilmekte ve bu sinyallerin analizinde yaygın olarak Wavelet (dalgacık) analizi kullanılmaktadır. Bir dalgacık, ortalama değeri sıfır ve sıfır olmayan bir norma sahip etkin bir sınırlı süreli dalga şeklindedir.³

Fourier analizinin temelini oluşturan sinüs dalgaları ile dalgacıkları karşılaştırıldığında (Şekil 3) sinüzoidlerin sınırlı bir süresinin olmadığı ve eksi ile artı sonsuzluk arasında uzandığı görülür. Sinüzoidler düz ve öngörülebilir olmasına rağmen, dalgacıklar düzensiz ve asimetric olma eğilimindedir.⁴



Şekil 3. Sinüs Dalgaları İle Dalgacıklar

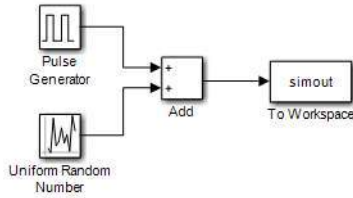
Wavelet (Dalgacık) dönüşümü, bir işaretin zaman-frekans analizi için kullanılan bir dönüşüm türüdür. Dalgacık analizi; kısa zamanlı Fourier analizinin aksine zaman frekans alanını değil, zaman-ölçek alanını kullanır. Şekil 4 dalgacık analizi sonucunda sinyalde ölçek ve zaman değişimini göstermektedir.³



Şekil 4. Dalgacık Analizinde Ölçek-Zaman Alanı

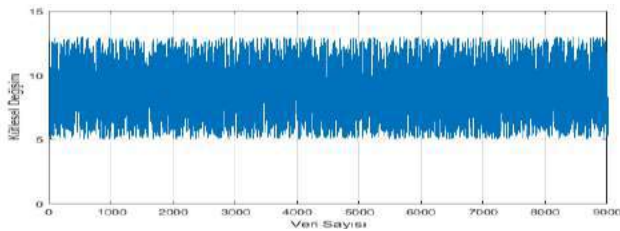
MALZEME

Yapılan bu çalışmada Matlab Simulink kullanılarak 120m/dk hızla 10dk boyunca ipliğin kapasitif bir sensörden geçirildiği simüle edilmiştir. Yapılan simülasyona ait matlab simulink diagramı Şekil 5’de gösterilmiştir.



Şekil 5. Üzerinde Periyodik Hata Bulunan İplik Verisinin Simüle Edilmesi

Simülasyon yapılırken iplikteki periyodik hataya karşılık 5Hz frekansta kare dalga üretilmiş ve ipliğin normal kütleli değişimi olarak belirli bir aralıkta üretilen rasgele sayılarla toplanarak belli bir uzunluktaki ipliğe ait üzerinde periyodik değişimleri barındıran sinyal elde edilmiştir. Elde edilen simülasyon verisine ait grafik Şekil 6’da görülmektedir.



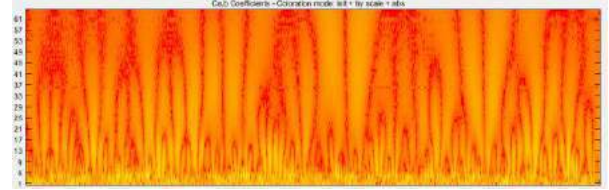
Şekil 6. Üzerinde 5Hz’lik Periyodik Hata Bulunan İpliğe Ait Kütleli Değişim Grafiği

YÖNTEM

İpliğe ait 9000 adet simülasyon verisi Matlab Wavelet araç kutusuna yüklenerek, dalgacık tipi mexh, ölçek büyüklüğü 64 seçilerek ipliğe ait veriler analiz edilmiştir.

SONUÇLAR

Şekil 7’de üzerinde periyodik hata bulunan iplik verisine ait skalogram görülmektedir. Skalaogramlarda enerjinin maksimum değeri işlenen sinyalin frekansını vermektedir. Enerjinin maksimum olduğu yerdeki ölçek değerini ve frekansı program kendisi hesaplayıp göstermektedir. Yapılan bu çalışmada girilen iplik verisi için dalgacık dönüşümü uygulandığında ölçek 32’de maksimum enerji değeri verdiği ve maksimum enerji değerine karşılık gelen frekans değerinin ise 5 Hz olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 7. Skalogram

Sonuç olarak iplikte bulunan periyodik hataların tespitinde klasik yöntem olarak kullanılan spektrogram analizi yerine farklı bir yöntem olarak dalgacık dönüşümü analizinin yapılabilirliği ve iplikteki periyodik hataların frekansının bulunabildiği görülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] “İplikte Düzensizlik” .Sakarya Üniversitesi Bilgi Sistemi. http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/38643/49921/iplikte_duzgunsuzluk.pdf
Son Erişim Tarihi : 26.01.2018
- [2] Ahmad, S., Rasheed, A., Afzal, A., 2017, ”Advanced Textile Testing Techniques”, USA, CRC Press
- [3] Öner, İ. , Yeşilyurt , M., Yılmaz , E., 2017. ”Wavelet Analiz Tekniği Ve Uygulama Alanları”, Ordu Üniv. Bil. Tek. Derg., Cilt:7, Sayı:1, 42-56
- [4] Getting Started with Wavelet Toolbox Wavelets: Tools for Sparse Representation

Kitosan Nano-Mikro Kürelerinin Antibakteriyel Tekstil Üretiminde Kullanımı

TAŞ, Mahmut¹; SABİR, Emel Ceyhan¹; KÜÇÜKGÜLMEZ, Aygül²

¹Çukurova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, ADANA

¹Çukurova Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi, ADANA
emelc@cu.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı ege kıyılarında avcılığı yapılan pembe karideslerin işlenmesi sırasında ortaya çıkan kabukların kitosan kaynağı olarak kullanımı, üretilen kitosan biyopolimerinden nanoküre sentezi gerçekleştirilmesi, sentezlenen nanokürelerin pamuklu kumaşlara uygulanmasıyla ortaya çıkan antibakteriyel ve antifungal değişimlerin araştırılması olarak belirlenmiştir.

GİRİŞ

Kitosan, antibakteriyel özelliği bilinen[1], deniz kabukluları, mantarlar ve bazı böcek çeşitleri gibi bir çok kaynaktan üretilen biyobozunur bir polimerdir[2]. Yeryüzünde selülozdan sonra en fazla bulunan ikinci biyopolimer olması kitosana karşı artan ilginin sebeplerindendir. Ülkemizde avcılığı, yetiştiriciliği ve işlemeciliği yapılan bazı deniz kabukluları olmasına karşın, yüksek miktarda kitosan üretimi yapan ticari firmalar bulunmamaktadır.

Kitosan medikal, çevre ve ziraat olduğu kadar tekstil sektöründe de kullanım alanına sahip bir biyopolimerdir[3]. Antibakteriyel tekstil yapıları üretmek, reaktif boyamada boyarmadde alımını artırmak, buruşmazlık yada kolay ütülenebilirlik gibi özelliklere sahip tekstiller üretmek gibi bir çok amaçla kullanılabilir. Bütün bunların yanı sıra kitosan elektro çekim yöntemiyle nanolif, ıslak çekim yöntemi ile lif, iyonik jelleşme gibi bir çok yöntemle de nano-mikro küre formuna kolayca getirilebilmektedir[4].

Bu çalışma kapsamında karides atıklarından elde edilen kitosan biyopolimerinden nano-mikro küre üretimleri daha önce kullanılan iyonik jelleşme metodu ile gerçekleştirilmiş ve 4 farklı konsantrasyonda pamuklu kumaşlara fulard yardımıyla uygulanmıştır. Üretilen işlem görmüş kumaşların antibakteriyellik, antimantarlık özelliklerindeki değişim araştırılmıştır.

DENEYSEL

Yöntem

Kitosan biyopolimerinin karides atıklarından üretimi Küçükgülmez ve arkadaşlarının yöntemine göre gerçekleştirilmiştir[5]. Üretilen biyopolimerin FT-IR analizi, molekül ağırlığı ve DSC analizleri gerçekleştirilmiştir.

Kitosanın nano-mikro küre formuna getirilmesi iyonik jelleşme yöntemine göre gerçekleştirilmiştir[6]. Bunun için %0,5 konsantrasyonda kitosan çözeltisine 1mg/ml tripolifosfat çözeltisi kitosan/TPP oranı 3/1 olacak şekilde eklenmiştir. Reaksiyon sonunda malzeme santrifüj edilmiş ve saf suya alınmıştır.

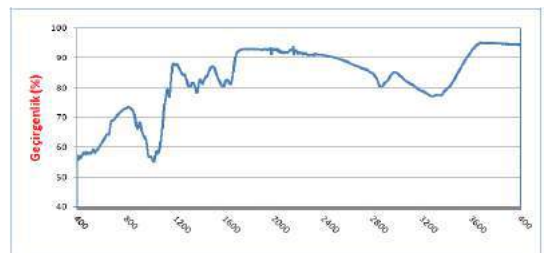
Pamuklu kumaşlara kitosan nano-mikro çözeltisinin uygulanması fulard yardımıyla, her bir konsantrasyon için %90-95 emdirme oranı sağlanacak basınç ve hızda gerçekleştirilmiştir. Üretilen kumaşlar daha sonra 70 derece 30 dakika bekletilerek kurutulmuştur.

Antibakteriyellik özelliğinin belirlenmesi için AATCC-100, anti mantar özelliğinin belirlenmesi için ise AATCC-30 standardı kullanılmıştır

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

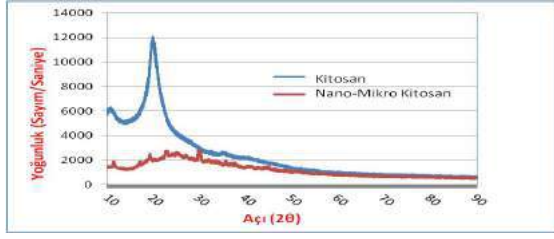
Üretilen kitosana ait FT-IR spektrumu şekil 1’de verilmiştir.

Spektrum incelendiğinde 3450 cm⁻¹ de O-H piki, 2930 cm⁻¹ de C-H piki, 1640 cm⁻¹ de C=O ve 1570 cm⁻¹ de ise kitosanın karakteristik piki olan N-H pikinin yer aldığı görülmektedir.



Şekil 1: Kitosan biyopolimerinin FT-IR spektrumu

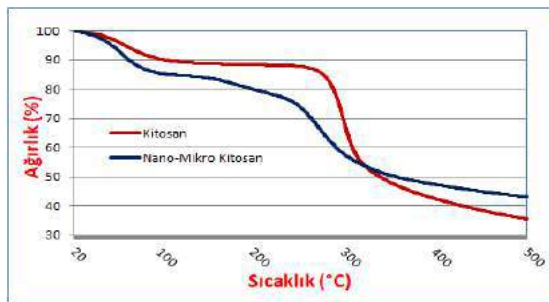
Üretilen kitosana ve iyonik jelleşme metodu ile nano-mikro küre formuna getirilmiş foormuna ait alınan XRD sonuçları şekil 2 de verilmiştir.



Şekil 2: Kitosan ve nano-mikro kitosana ait XRD sonuçları

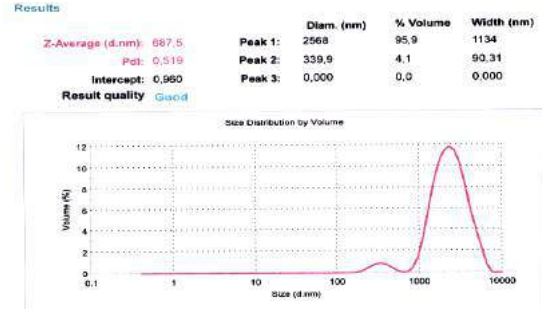
Kitosan spektrumunda kristal yapıdan kaynaklanan iki farklı güçlü pik görülmektedir. Bunlar 10.4° ve 21° dolaylarındadır. İyonik jelleşme metodu sonrasında ise güçlü pikler görülmemektedir. Bunun nedeni iyonik jelleşme metodu ile kitosanın kristal yapısının amorf forma geçmesidir. Diğer bir deyişle XRD sonuçları, iyonik jelleşme reaksiyonun gerçekleştiğini göstermektedir.

Kitosan ve Nano-Mikro kitosana ait TGA eğrileri şekil 3’de verilmiştir. Sonuçlara göre kitosan 100-270 °C sıcaklıklar arasında daha stabil kalırken, Nano-mikro kitosan yapısının bu aralıkta kitosana göre %20 fazla ağırlık kaybettiği görülmektedir. 500 °C sıcaklıkta ise kitosan, kitosana nano-mikro kürelere göre %10 daha az kül bırakmıştır. Bunun nedeninin kullanılan çapraz bağlayıcının daha fazla kül bırakma eğiliminde olması olduğu düşünülmektedir.



Şekil 3: Kitosan ve nano-mikro kitosana ait TGA eğrileri

Üretilen nano-mikro kitosanın boyut dağılımı şekil 4’de verilmiştir. Alınan sonuçlara göre malzemenin büyük çoğunluğu mikro boyutta olsa da, ortalama boyutları 687 nm civarında olduğu görülmektedir.



Şekil 4: Üretilen nano-mikro kürelerin boyut dağılımı

Kitosan nano-mikro küre uygulanmış dokunmuş kumaşın antibakteriyellik sonuçları tablo 1’de verilmiştir. Sonuçlara göre işlem görmemiş kumaş herhangi bir antibakteriyel aktiviteye sahip değil iken, s.aerous bakterisine karşı %0,1 konsantrasyonda işlem görmüş kumaşın etkinliği %50’nin üzerindedir. Gram negatif bir bakteri olan k.phenomenia bakterisine karşı ise %0,5 ve üzeri konsantrasyonlarda etkin antibakteriyel aktiviteden bahsedilebilmektedir.

Çizelge 1: Antibakteriyel etkinlik sonuçları

	Antibakteriyel Etkinlik	
Konsantrasyon	S.aureus	K. pneumoniae
Referans	-	-
%0,1	%52	%34
%0,25	%65	%42
%0,50	%99	%75
%0,75	%99	%99
%1	%99	%99

GENEL SONUÇLAR

Çalışma kapsamında kitosan ekstraksiyonu ve nanoküre üretimleri başarılı şekilde gerçekleştirilmiştir. Kitosan ve nano-mikro kitosan yapıları arasında bozunma davranışı

olarak deęişimler tespit edilmiştir. Ayrıca yapılan XRD analizleri ile kitosan biyopolimerinin kristal yapısının gerçekleştirilen nanoküre üretim işlemi ile amorf bir yapıya geçtięi görölmüştür. Üretilen malzemenin pamuklu kumaşlara antibakteriyel özellik kazandırabildięi belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri birimi tarafından FYL-2017-8615 kodlu proje kapsamında desteklenmiştir.

Kaynaklar

1. Goy, R.C., D. de Britto, and O.B.G. Assis, *A Review of the Antimicrobial Activity of Chitosan*. Polimeros-Ciencia E Tecnologia, 2009. **19**(3): p. 241-247.
2. Tantara, J., et al., *Antimicrobial Activity of Chitosan and Carboxymethyl Chitosan from Different Types and Sources of Chitosan*. Italian Journal of Food Science, 2012. **24**(4): p. 97-101.
3. Kumar, M.N.V.R., *A review of chitin and chitosan applications*. Reactive & Functional Polymers, 2000. **46**(1): p. 1-27.
4. Elsabee, M.Z., H.F. Naguib, and R.E. Morsi, *Chitosan based nanofibers, review*. Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications, 2012. **32**(7): p. 1711-1726.
5. Kucukgulmez, A., et al., *Physicochemical characterization of chitosan extracted from Metapenaeus stebbingi shells*. Food Chemistry, 2011. **126**(3): p. 1144-1148.
6. Fan, W., et al., *Formation mechanism of monodisperse, low molecular weight chitosan nanoparticles by ionic gelation technique*. Colloids and Surfaces B-Biointerfaces, 2012. **90**: p. 21-27.

Investigation of the Tensile Properties of Woven Carbon-Epoxy Composites

Mehmet Karahan¹, Nevin KARAHAAN¹

¹ Uludag University, Vocational School of Technical Sciences, Gorukle, Bursa, Turkey
mkarahan@uludag.edu.tr

AIM

This paper aims to determine the mechanical properties of composite materials obtained from carbon and carbon-aramid hybrid woven fabrics produced at different constructions with the same yarn and production conditions and analyze the effects of the weaving structure and hybridization on the mechanical properties.

INTRODUCTION

Many studies have been conducted on the behavior of hybrid composites under tensile loading. These studies have mainly concentrated on UD composites [1, 2]. Bunsell and Harris [1] investigated hybrid composite materials made of carbon and glass fiber. Fariborz et al. [2] analyzed the tensile behavior of inter-ply hybrid composites using a Monte-Carlo simulation technique. The existence of the hybrid effect for strain was shown along with its sensitivity to the fiber volume fraction and distribution.

As indicated in the abovementioned studies, hybridization in inter-ply hybrid composite materials is generally achieved by the arrangement of different fabric plies at different configurations. In this case, the properties have shown large variations depending on the fabric ply arrangement. However, it seems that for the case of intra-ply woven hybrid composites, in which hybridization is achieved by intermingling the yarns in woven fabric, the effect of the woven structure on the mechanical properties has not been satisfactorily addressed in the literature. Furthermore, a great majority of the studies on hybrid composites are focused on glass-carbon fiber hybrid fabric composites, but there are few studies on the effects of carbon-aramid hybridization on the mechanical properties.

MATERIALS AND METHODS

The 12 K carbon yarn was purchased from Dow-Aksa, and the Twaron 1000 yarn was purchased from Teijin. The 80 Tex thermo plastic (TP) coated glass fiber yarn was used in the weft direction in the Quasi-UD woven sample (Sample D). The TP coating in the outer section of the glass yarn is polyamide. All woven fabrics were produced under the same production conditions and with the same weaving

machine. The hybrid fabrics were woven at the same structure and density with 100% carbon fabrics. In hybrid fabrics, whereas warp yarns are carbon, fill yarns are aramid. Araldit LY 564 type epoxy resin and XB 3486 hardener were used. The mixture ratios between the resin and the hardener were taken as 100:34 as weight ratio.

The tensile tests were performed in an Instron 4505 test device with a cross head speed of 5 mm/min in accordance with ASTM D 3039 standard. The samples were cut into 25x250 mm dimensions using a water jet, and aluminum end tabs were stuck to the ends of the samples using epoxy glue. A video extensometer was used in the tests as an optical extensometer with a precision of approximately 0.01% strain. The tensile tests were conducted in the warp and/or fill direction depending on the type of sample. In quasi-UD fabric composites, there is no yarn reinforcement in the fill direction. Therefore, the tensile tests were only conducted in the warp direction. Due to the fact that the hybridization was made only in the fill direction in the hybrid fabric composites, the tests were performed only in the fill direction

RESULTS

A comparison of the experimentally obtained Young's modulus values and the Rule of Mixture (RoM) values showed that the woven fabric structure had a more pronounced effect. Comparison in terms of Young's modulus demonstrated that, for sample A, there was only a 7% and 5% difference between the experimentally obtained and RoM results in the warp and weft directions, respectively. However, in sample B, the experimentally obtained data was 41% and 44% lower than the data obtained by the RoM for the warp and weft directions, respectively. This indicates the significant effect of yarn crimps on the mechanical properties. For sample C, whereas the experimental results were almost equal to the RoM results in the warp direction, for the fill direction, the experimental results were slightly lower than the RoM results. In the quasi-UD sample having minimum yarn crimp, the value obtained from RoM was 12% higher than the experimental value. The findings show that the values obtained from RoM were consistent with those obtained from the

experimental results; however, the experimental results were lower than expected in case of increased yarn crimps in the woven structure.

The results indicated that yarn crimps dramatically affect the tensile modulus in woven fabric composites. The results of the quasi-UD woven fabric composites, which had almost no crimp in the woven fabric structure, were found to be nearly identical to those calculated with RoM.

The tensile strength results showed a similar trend to the Young's modulus results. The lowest tensile strength values were obtained from samples A and B. Although Sample B had a higher yarn density, its tensile strength was lower than sample A. A comparison of sample B with sample A showed that the tensile strength in the warp and fill directions decreased by 21% and 26%, respectively. The only difference between these two samples is that Sample B has more yarn crimp due to yarn tightness in the fabric. Additionally, more fiber deformation can occur during the weaving process because of the higher yarn density for Sample B. In sample C, with relatively lower warp and weft crimps, a higher tensile strength was obtained compared to samples A and B. In sample C, 10% and 5% higher strength values were obtained in the warp and weft directions compared to sample A; 26% and 23% higher tensile strength values were obtained for the warp and weft directions compared to sample B. Almost 2 times higher tensile strength values were obtained in sample D when compared to samples A, B and C. The tensile strength results obtained from RoM showed a significant deviation from the experimental data. The experimental results were 75-130% lower than the results calculated with RoM. In particular, there was a significant difference in the tensile strength values, which indicates the significant effect of crimp on the tensile strength of woven composites. Knockdown factors of 0.75 (or 75% decrease) and 1.35 (or 135% decrease) were identified between the measured and calculated results. The decrease of the knockdown factor in the tensile strength due to yarn crimps in the structure was found to be 0.6-0.9 for different textile structures in previous studies [3-5].

In some of these studies [17, 18], carbon epoxy with a 5 and 8 harness satin, as well as cross-ply UD composites with the same fiber volume fraction, were compared; the knockdown factor ranged between 0.63 and 0.87 in the woven composites. The knockdown factor was 0.7 in the studies related to the two-dimensional (2D) braid [2]. These values verified the results of this study.

CONCLUSIONS

In this study, the tensile properties of composite materials obtained from carbon and carbon-aramid hybrid woven fabrics with different constructions and produced under the same production conditions were determined, and the effects of weave structure and hybridization on the mechanical properties were

analyzed. The results of the study are presented below.

* As the yarn crimps increased in the woven structure, the mechanical properties of the composite materials significantly decreased. Based on the same fiber volume fraction, Young's modulus decreased by 34% in the warp direction and 39% in the fill direction due to increased yarn crimp. The tensile strength decreased by 27% in the warp direction and by 24% in the fill direction depended on the increased yarn crimp.

* Non-linear characteristic of the stress-strain graphics showed variation according to the weaving structure. Young's modulus gradually decreased as yarn crimps increased in the woven composites. However, Young's modulus gradually increased in the quasi-UD woven composites, which had almost zero yarn crimp. This finding is explained by the combination of the fiber stiffening and fiber straightening effects [2, 6].

* As yarn crimps increased, the tensile strength decreased by a knockdown factor in the range of 0.75-1.3 compared to the expected value

* Young's modulus was 16-33% higher than expected in the hybrid samples. With decreasing yarn crimps in the hybrid samples, the knockdown factor decreased to 0.33.

* Ultimate strain values of hybrid composites were increased by 132-147% compared to the carbon-epoxy composite samples

REFERENCES

- [1] Bunsell AR, Harris B. Hybrid carbon and glass fibre composites. *Composites* 1974;5:157-64.
- [2] Fariborz SJ, Yang CL, Harlow DG. The tensile behavior of intraply hybrid composites. I: Model and simulation. *Composite Materials* 1985;19:334-54..
- [3] Curtis, P.T. and Moore, B.B., A comparison of the fatigue performance of woven and non-woven CFRP laminates, *Proceeding of ICCM V*, San Diego, 1985, pp. 293-314
- [4] Cox, B.N., Flanagan, G., Handbook of analytical methods for textile composites, Version 1.0. Rockwell Science Center, (Chapter 3) (1996).
- [5] Leong, K.H., Lee, B, Herszberg, I., Bannister, M.K., The effect of binder path on the tensile properties and failure of multilayer woven CFRP composites, *Composites Science and Technology*, 2000; **60**: 149-156.
- [6] Curtis GJ, Milne JM, Reynolds WN, Non-Hookean behaviour of strong carbon fibres. *Nature*, 1968; 220(5171): 1024-1025.

Tensile Properties Of Natural And Natural/Synthetic Hybrid Fiber Woven Fabric Composites

Mehmet Karahan¹, Nevin KARAHAN¹

¹ Uludag University, Vocational School of Technical Sciences, Gorukle, Bursa, Turkey
mkarahan@uludag.edu.tr

AIM

the aim of this study was to investigate the mechanical properties of flax, jute and jute/carbon woven fabric composites and compare them with those of 3K carbon woven fabric composites.

INTRODUCTION

Owing to the adverse effects of composite materials on the environment, their high cost, and other unfavorable properties, researchers have begun to explore natural fiber-based hybrid composites. Hybrid composites, which are obtained by combining synthetic and natural fibers, have been developed to overcome the aforementioned shortcomings. Natural fibers themselves can be treated as composites, which makes them tougher than synthetic fibers; furthermore, appropriately configured high-quality natural fiber-reinforced hybrid composites possess good strength and stiffness values that approximate those of glass fiber-reinforced composites. It has been observed that the partial replacement of artificial fibers with natural fibers allows for the formation of artificial-natural hybrid composites, which show characteristics intermediate between those of purely natural and purely synthetic fiber-based composites. Indeed, researchers have demonstrated that improved properties can be achieved by hybridizing natural fiber-based composites with glass fibers.

It is clear that, despite the significant advantages of natural fibers, because of their limited mechanical properties, they are not favored for use alone in composite materials to obtain adequate reinforcement in certain applications requiring high mechanical performance [1]. In this case, hybridizing with conventional carbon and glass fibers may lead to better results [2].

MATERIALS AND METHODS

The properties of the jute and flax yarn and fabrics were experimentally determined. All woven fabrics were produced under the same conditions and with the same weaving machine. The hybrid fabrics were designed to have the same yarn density as 100% carbon fabrics. In the hybrid fabrics, the warp yarns were composed of carbon, whereas the weft yarns were composed of jute. Araldit LY 564 epoxy resin

and XB 3486 hardener were mixed in a weight ratio of 100:34 to produce the composite materials.

The tensile tests were performed in an Instron 4505 test device with a cross head speed of 5 mm/min in accordance with ASTM D 3039 standard. The impact behavior of each composite was evaluated according to (ASTM D256) at room temperature. Izod and Charpy impact tests were used to test the polymeric materials.

RESULTS

The tensile strength of the carbon fiber composites was 4.7 times higher than that of the flax composites and 2.7 times higher than that of the jute composites. Similarly, the Young's modulus was 8 times higher than that of the flax composites and 5 times higher than that of the jute composites. These findings demonstrate that the mechanical properties of the natural fiber composites are too low and incomparable to those of carbon fiber composites.

The results obtained for the carbon-jute composites were lower than expected. The Young's modulus and tensile strength of the carbon-jute hybrid composites were higher than those of the 100% jute composite but still lower than expected. For the carbon-jute hybrid composite, the Young's modulus and tensile strength only increased by approximately 24% and 2.6%, respectively, relative to those of the 100% jute composite. The Young's modulus and tensile strength of the hybrid composite were, respectively, 4.2 times and 2.2 times lower than those of the 100% carbon fiber composite. Similar behavior for carbon-flax composites was reported by Dhakal et al. [3]. However, the tensile strength and Young's modulus can increase to a certain level by hybridizing, which holds for fibers that exhibit similar tensile strengths and Young's moduli. Combining a fiber that has high tensile strength and Young's modulus values with another that has lower strength and modulus values cannot provide the expected hybrid effect. This situation can be attributed to a split in the weak fibers, which eliminates their load-carrying ability. Consequently, it is clear that combining carbon and natural fibers cannot increase the tensile properties of the composites as expected.

The impact test results are very similar to the tensile test results. The flax-epoxy composites' impact strength and toughness values were 16% and 27% lower than those of the jute-epoxy composites. The carbon-epoxy composites showed the highest impact

strength. Compared to those of the 100% flax-epoxy composites, the strength and fracture toughness were 3.1 and 5.8 times higher, respectively. Furthermore, the carbon-epoxy composites' impact strength and fracture toughness were 2.5 and 4.4 times those of the jute epoxy composites, respectively. These results show that carbon-epoxy composites with a high Young's modulus and strength also exhibit a much higher impact strength than that of natural fibers [4]. By hybridization, the impact strength and fracture toughness of the composites increased by a certain amount. Results prove that by hybridizing, the impact properties increased to a greater degree than did the tensile properties. Therefore, it can be concluded that jute fibers slightly increased the toughness of the composite materials. The jute-carbon hybrid composites' impact strength and fracture toughness improved by 65% and 51%, respectively, compared to those of the 100% jute material. However, the jute-carbon hybrid composite materials' impact strength and fracture toughness were 1.11 and 2.56 times lower, respectively, than those of the 100% carbon fiber composites.

The water absorption properties were evaluated according to the differences between the dry weight of the composite materials and their weight after 2 and 24 hours of soaking. According to the results, the natural fiber-reinforced composites exhibited very high water absorption values. The water absorption values of the flax-reinforced composites were 0.19% and 0.49% after being soaked for 2 and 24 hours, respectively. The water absorption values of the jute-reinforced composites were greater than those of the flax-reinforced composites. The water absorption values of the jute-reinforced composites were 95% and 55% greater than those of the flax-reinforced composites after soaking for 2 and 24 hours, respectively.

The water absorption values of the carbon-epoxy composites were very low. Specifically, the values were 3.9 and 8.2 times less than the water absorption values of the flax-reinforced composites after soaking for 2 and 24 hours, respectively. Similarly, the water absorption values of the carbon-epoxy composites were 8 times and 13 times less than the values of the jute composites after soaking for 2 and 24 hours, respectively. The water absorption values were observed to increase with hybridization. The water absorption values of the hybrid composites were 46% and 11% less than those of the jute-reinforced composites after soaking for 2 and 24 hours, respectively. The water absorption values of the hybrid composites were much higher than those of the carbon fiber composites. The water absorption values of the hybrid composites were 3.8 and 11.7 times greater than those of the carbon fiber composites after soaking for 2 and 24 hours, respectively.

CONCLUSIONS

In this study, the properties of natural fiber woven fabric composites were investigated experimentally. The following results were obtained:

- The tensile strength and Young's modulus of jute-epoxy composites were 33% and 42% higher than those of flax-epoxy composites.
- The mechanical properties of carbon-epoxy composites were significantly higher than those of natural fiber composites. However, hybridization with carbon fiber made the hybrid materials stiffer, giving rise to stronger mechanical properties than those of the jute fiber composite samples. This finding demonstrates that the hybridization of carbon and jute fibers can result in a composite material with improved tensile properties.
- The flax-epoxy composites' impact strength and toughness were 16% and 27% lower than those of the jute-epoxy composites. The impact strength and fracture toughness of the carbon-epoxy composites were significantly higher than those of the natural fiber composites. However, the results show that the hybridization of carbon and jute fibers can give rise to significantly improved impact properties.
- The water absorption values of the jute-reinforced composites were 86% and 55% greater than those of the flax-reinforced composite after soaking for 2 and 24 hours, respectively. The water absorption values were observed to increase with hybridization. Due to their remarkable sensitivity to moisture, the natural fibers examined in this study were determined to be easily influenced by environmental effects.

REFERENCES

- [1] Santulli C and Jeronimidis G. Partial replacement of E-glass fibers with flax fibers in composites and effect on falling weight impact performance. *Journal of Material Science* 40(2005): 3581–3585.
- [2] Venkateswaran N, Elayaperumal A and Sathiya GK. Prediction of tensile properties of hybrid – natural fiber composites. *Composites: Part B* 2012; 43: 793–796..
- [3] Dhakal H.N., Z.Y. Zhang, R. Guthrie, J. MacMullen, N. Bennett, Development of flax/carbon fibre hybrid composites for enhanced properties, *Carbohydrate Polymers* 96 (2013) 1– 8.
- [4] Peng X., Fan M., Hartley J., Al-Zubaidy. Properties of natural fiber composites made by pultrusion *Journal of Composite Materials*, 46 (2012), 237-246.

Investigation Of The Wettability Properties Of Natural Fibres For Thermoplastic Resin Composites

Mehmet Karahan¹, Nevin KARAHAN¹ and Kenan YILDIRIM²

¹ Uludag University, Vocational School of Technical Sciences, Gorukle, Bursa, Turkey
mkarahan@uludag.edu.tr

² Bursa Technical University, Faculty of Natural Sciences, Architecture and Engineering,
 Department of Fiber and Polymer Merinos/Bursa/Turkey, 61530.

AIM

This paper describes the use of contact angle measurements to determine the surface energies of matrix and fibre which are very important for mechanical properties, using a series of test liquids on both. Matching the surface energies in this way will thus help to significantly reduce the number of unsuccessful processing experiments.

INTRODUCTION

During the manufacturing of thermoplastic composites (as well injection molding as extrusion and pultrusion) the wetting of the (natural) fibres is a tough job in many cases [1-2]. First of all, most thermoplastics (contrary to thermosets) have a relatively high melt viscosity (>1000 Pa s). Thus very high processing pressures and/or impregnation times are required to fully wet fabrics or bundles of continuous fibres. Besides this condition, the matrix needs to physically adhere to the fibres. During the development of specific PVC-wood fibre composites a very weak physical fibre-matrix bonding was observed in almost all cases (Figure 1). A clear relation between breaking stress, impact resistance, and DMA parameters (tan δ) on the one hand and the level of fibre wetting on the other hand was observed. But especially the level of water absorption (cataplasma-test) of the composite proved to be a good indicator for fibre wetting [3].

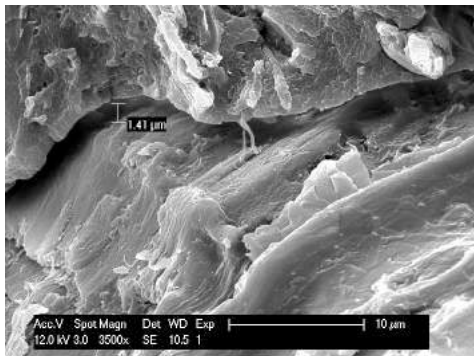


Figure 1 SEM image of a PVC-wood fibre (untreated) interface

CONTACT ANGLE MEASUREMENTS

While thermoplastics tend to have non-polar, hydrophobic surfaces, natural fibres are very polar and thus hydrophilic. Surface energy (solids) and surface tension (liquids) are widely used in the cosmetics and cleaning agents industry can be expressed by the Young equilibrium:

$$\gamma_{lv} \cos \theta = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} \text{ [mN/m]}$$

With: γ_{lv} = surface tension of the liquid in air

γ_{sv} = surface tension of the solid in air

γ_{sl} = surface tension of the solid in the

liquid

θ = the resulting angle measured between the solid substrate and a tangent to the liquid drop

In theory, the contact angle between a thermoplastic and fibre material could be determined by classic contact angle measurement. In reality, the high viscosity and the thermal degradation of many molten thermoplastics don't allow to even forming a controllable drop [4, 5]. These experiments failed for this reason. The direct measurement of a contact angle between a matrix - fibre pair is thus not feasible.

TEST METHOD

As already stated the polar and non-polar or dispersive components of the surface energy of thermoplastics and natural fibres are very different. An assumption made is that the total surface energy is the sum of the polar component and the dispersive component:

$$\gamma_{total} = \gamma_p + \gamma_d \text{ [mN/m]}$$

In order to obtain a physical match between thermoplastic and fibre, one should match both the polar and the dispersive components. Another important assumption is that the surface energies of the thermoplastics are temperature dependent only to a low extent. The adapted Owens-Wendt equation below is then one possibility to express the surface tension equilibrium in its polar and dispersive components of the surface energy for PVC, PP, PE, PA, PVC.[4]

$$\gamma_l (1 + \cos \theta) / 2\sqrt{\gamma_{ld}} = \sqrt{\gamma_{sp}} (\sqrt{\gamma_{lp}} / \gamma_{ld}) + \sqrt{\gamma_{sd}}$$

γ_l = total surface tension of the liquid in air

γ_{lp} = polar component of the liquid surface energy

γ_{ld} = dispersive comp. of the liquid surface energy
 γ_{sp} = polar comp. of the substrate surface energy
 γ_{sd} = dispersive comp. of the substrate surface energy
 θ = the resulting angle between a solid substrate and a tangent to the liquid drop

The equation above comprises two unknowns : the substrate surface energies γ_{sp} and γ_{sd} . The problem can only be solved by measuring the contact angle of minimum 2 known liquids with a substrate of the thermoplastic and repeating this with a substrate of the fibre material [6].

The adapted Owens-Wendt equation can be written as a linear regression $y = ax + b$.

PVC MATRIX AND NATURAL FIBRES

The developed PVC-wood fibre compound, mainly for use in WPC decking boards, has been improved using the indirect contact angle measurement technique as described above.

It is extremely important to use a series of liquids with a relatively high viscosity to detect the unwanted absorption of the test liquid by the natural fibre substrate, the time variation of the contact angle should be well observed. Water f.i. is almost never suitable for natural fibres.

By calculating the 2 components of surface energy one can much more efficiently determine a coupling agent that will reduce or increase one or both surface energies and thus one can tune the natural fibres to the matrix. While a coupling agent may be chemically ideally suited for both cellulose and PVC, the physical wettability may restrict these bonding reactions.

A linear regression equation was given as:

$$y = 4.3517x + 3.8948$$

this linear equation was formed using three different liquids: H₂O, silicon oil and ethylene-glycol. The surface tensions of these liquids are shown below (Table 1).

Table 1 Polar and dispersive surface tensions of liquids

Substance	γ (mN/m)	γ_p (mN/m)	γ_d (mN/m)
Water	72.8	51.0	21.8
Glycerol	64	30	34
Ethylene glycol	48	19	29

During the experiments it is very important to use a consistent way of preparing the samples and coating the fibre substrates. The level of accuracy can be increased by using more than 2 or 3 liquids. However since some assumptions are made in this model it is strongly advised to compare only results that have been measured in the same conditions and using the same test liquids.

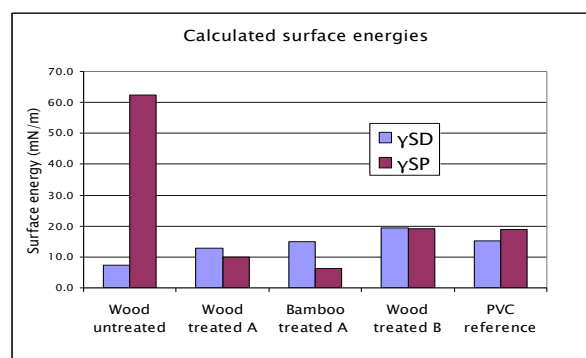


Figure 2 Comparison of calculated surface energy values (polar γ_{sp} and dispersive γ_{sd}) of untreated and treated natural fibres and the PVC matrix

Figure 3 clearly shows the huge physical incompatibility between untreated wood and PVC, especially the polar component. The good match between PVC and wood treated with compatibilizer B was confirmed after extruding the new compound (decking profile extrusion) : water absorption tests showed a reduction by as much as 50% while impact resistance increased by 70%. The fibre geometry, fibre weight fraction and processing conditions were kept constant.

CONCLUSION

Indirect contact angle measurement proved to be a valuable technique when direct measurements are not possible. The characterisation of a treated natural fibre should include the determination of the physical (mis)match besides the chemical bonding potential. The porous nature of the natural fibres limits the choice of liquids. During the development campaign some 30 coupling agents were tested to improve mainly impact resistance and water absorption. The best results proved to have a good surface energy match between treated fibre and the PVC matrix.

REFERENCES

- [1] W. R. P., Contact Angle Measurements using the drop shape method.
- [2] M.L. M., B. J. J., P. C.L B., Effect of surface properties on the adhesion between PVC and wood veneer laminates, Polymer Engineering and Science, 1998, volume 38,765-773.
- [3] G.X. C., L. X. H., M.Y.Z., Tensile Properties, Morphology, and Thermal Behavior of PVC Composites Containing Pine Flour and Bamboo Flour. Journal of App. Poly. Sci., 2004, 93, 1804-1811.
- [4] KRÜSS, Method of Contact Angle Measurement – a theoretical approach.
- [5] S. N., C. K., Average Mixing Torque, Tensile and Impact Properties and Thermal Stability of Polyvinylchloride / Sawdust Composites with Different Silane Coupling Agents, Journal of App.Poly. Sci., 2005, 96, 213-221.
- [6] S..L., M..M., H. P.A., Novel Coupling Agents For PVC/Wood-flour composites ,ANTEC 2005, 3862-3866

Kimyasal Olarak Modifiye Edilmiş Jüt Liflerinden Üretilmiş Kompozitlerde Mekanik ve Fiziksel Özelliklerin Değişimi

Mehmet Karahan^{1,*}, Muhammad Haris Ameer², Yasir Nawab² ve Nevin Karahan¹

² Uludağ Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksek Okulu, Görükle-Bursa

² Ulusal Tekstil Üniversitesi Mühendislik ve Teknoloji Fakültesi Faisalabad-Pakistan

*: Sorumlu Yazar, mkarahan@uludag.edu.tr

Amaçlar

Bu çalışmanın amacı jüt liflerinin mercerizasyon ve hidrofobik kimyasal işlemlerle modifiye edilmesi ve kimyasal modifiye işleminin, jüt liflerinden üretilmiş kompozit malzemelerin mekanik ve fiziksel özellikleri üzerindeki etkilerini araştırmaktır. Kompozitlerin nem yaşlanma özellikleri ve difüzyon katsayıları da bu çalışma kapsamında araştırılmıştır.

Giriş

Kompozit malzemelerde doğal liflerin kullanımı gün geçtikçe artmaktadır. Doğal liflerin takviye elemanı olarak kullanılmalarının pek çok avantajı olmakla birlikte, bazı önemli dezavantajları da vardır. Bu amaçla araştırmacılar, doğal liflerin hidrofobikliğini arttırma ve elyaf matris arayüzünü iyileştirme, bunlara bağlı olarak da kompozitin mekanik özelliklerini arttırmak için çeşitli girişimlerde bulunmaktadırlar. Doğal liflerde en çok kullanılan yüzey modifikasyon işlemlerinden bazıları asetilasyon, mercerizasyon, graft polimerizasyonu, enzimatik işlemler ve plazma işlemleridir¹. Alkalilerle muamele işleminin, selüloz olmayan maddeleri doğal elyaflardan uzaklaştırma özelliğinden dolayı, bu amaçla sıklıkla kullanıldığı bilinmektedir². İncelik ve nem değişimindeki değişiklikler açıkça selülozdan arındırma derecesinden etkilenmiştir. Jabbar ve arkadaşları³ farklı ortam sıcaklıklarında çeşitli konsantrasyonlarda (% 1, %5 ve % 10) kimyasal olarak işlenmiş jüt liflerinden üretilmiş kompozitlerin özelliklerinde önemli bir iyileşme meydana geldiğini rapor etmişlerdir.

Jüt lifleri, kompozit malzemelerdeki yapısal uygulama için yaygın olarak kullanılan bir lif türüdür. Ancak en büyük problemi, kompozit malzeme içinde bile nem absorpsiyonu olmasıdır. Bu nedenle jüt liflerinin modifikasyonunda lif-matris arabirim yapışmasını arttırmak kadar, aynı zamanda nem geri kazanımı da düşürmek önemlidir. Jüt lifinin hidrofobik muamelesi üzerine yayınlanan son araştırmalar hidrokarbon, florokarbon ve hibrit fluorokarbon kullanılarak gerçekleştirilmiştir⁴. Bu işlemler sadece liflerin nem geri kazanımı azaltmakla kalmadığı, aynı zamanda lif matris arayüzünün ve

dolayısıyla mekanik özelliklerin iyileştirilmesine de yardımcı olduğu sonucuna varılmıştır.

Materyal ve Yöntem

Çalışmada 225 ± 3 g/m² olan bezayağı jüt kumaş takviye olarak kullanılmıştır. Çözgü ve atkı iplikleri sırasıyla 200 tex ve 350 tex iken, çözgü sıklığı 4, atkı sıklığı 3.5 iplik/cm'dir. Matris malzemesi olarak doymamış polyester reçine, kobalt naftalat ve metil etil keton peroksit, sertleştirici ve hızlandırıcı olarak kullanılmıştır.

Takviye kumaşları, ön işlem, mercerizasyon ve hidrofobik kaplama olmak üzere üç ayrı işleme tabi tutulmuştur. Ön işlem alkali ortamda ve sıcak çözelti içinde gerçekleştirilmiştir. Arkasından mercerizasyon yapılmıştır. Akabinde ise, Çalışmada HUNTSMAN® tarafından üretilen OLEOPHOBOL CP-C (hibrit-florokarbon), PHOBOL RSH (florokarbon) ve PHOBOL CPC (hidrokarbon) kullanılarak üç tip hidrofobik kimyasal işlem gerçekleştirilmiştir. Daha sonra, reçine infüzyon yöntemi ile kompozit plakalar üretilmiştir.

Jüt kumaşların (muamele edilmiş ve muamele edilmemiş) nem geri kazanımı, ASTM D2495 standart test yöntemine göre belirlenmiştir.

Çekme testi hem takviye hem de kompozit numuneler için gerçekleştirilmiştir. Jüt kumaşların ve kompozitlerin çekme mukavemeti sırasıyla, ISO 13934-1 ve ASTM D3039 yöntemlerine göre gerçekleştirilmiştir.

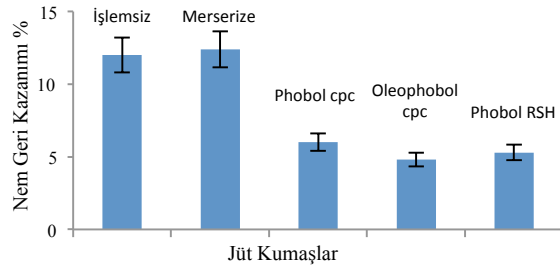
Kompozit malzemelerin nem absorpsiyon özellikleri suda daldırma yöntemine göre gerçekleştirilmiştir⁵. Nem absorbe etmiş kompozitlerin mekanik özelliklerindeki değişim araştırılmıştır.

Sonuçlar ve Tartışma

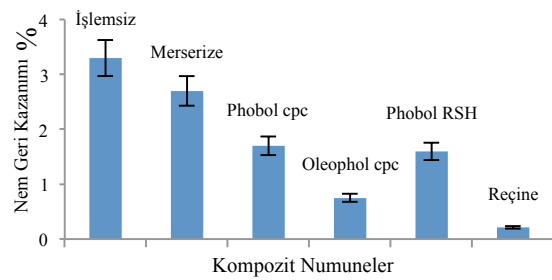
Muamele edilmemiş, mercerize edilmiş ve kimyasal işleme tabi tutulmuş takviyelerin nem geri kazanımı belirlenmiş ve sonuçlar Şekil 1'de gösterilmiştir.

PHOBOL CPC, OLEOPHOBOL CPC ve PHOBOL RSH kimyasalları ile muamele edilen takviyenin nem tutma değerleri sırasıyla 6 ± 0.45 , 4.8 ± 0.52 ve 5.3 ± 0.47 olarak bulunmuştur. Kimyasallarla muamele edilen takviyelerin daha düşük nem geri

kazanımı vardır, çünkü kimyasal yüzey gerilimi 14-28 mN / m arasındadır.



Şekil 1. Jüt kumaşların nem geri kazanım değerleri.



Şekil 2. Jüt kompozitlerin nem geri kazanımı.

Şekil 2'de gösterildiği gibi takviyelerin ve bunlara karşılık gelen kompozitlerin nem geri kazanımı açısından önemli bir fark vardır.

Farklı kimyasallarla muamele edilen kumaşlar benzer aralıkta bulunur ve nem geri kazanımı değerlerinde çok fazla fark oluşturmazlar.

Tüm kompozit numunelerin nem kinetiği incelenmiştir. 36000 saniyeye kadar tüm numunelerin nem geri kazanımı sabit bir şekilde artmaktadır. Grafiklerden açıkça görüldüğü gibi, 10800 saniyeden sonra bütün kompozitler dengeye gelmiştir. İşlenmemiş takviyeli kompozit, diğer kompozitlerden daha fazla su emme özelliğine sahiptir, çünkü reçine ile takviye arasında gelişen arayüz, diğer kompozitler kadar iyi değildi. Bir başka nedeni, işlenmemiş takviyenin daha fazla nem alabiliyor olmasıdır. Kimyasal işlem görmüş jüt ile güçlendirilmiş kompozitler, suya maruz kaldıklarında daha az nem emme özelliğine sahiptir.

Tablo 1. Difüzyon katsayısı değerleri

Numune	Nem Doyma Miktarı, (%)	Difüzyon Katsayısı D ($10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$)
İşlemsiz	25	1.3
Merseize	17.6	1.15
PHOBOL CPC	16.5	1.14
OLEOPHOBOL CPC	14.9	0.45
PHOBOL RSH	15.2	0.78
Reçine	0.93	0.43

Reçinenin ve farklı kompozit numunelerin difüzyon katsayısı Tablo 1'de verilmiştir. Buradan muamele edilmemiş kompozitin difüzyon katsayısının diğer kompozitlerden daha yüksek olduğu gözlemlenebilir. Bunun nedeni, muamele edilmemiş kompozitin nem geri kazanımı diğerinden daha yüksek olmasıdır.

Tablo 2. Kompozitlerin çekme özellikleri

Numune	Uzama %	Mukavemet (MPa)	Modül (GPa)
İşlemsiz	1.98	10.04 $\pm$ 0.54	1.91 $\pm$ 0.12
Merseize	1.80	11.98 $\pm$ 0.67	2.25 $\pm$ 0.17
Phobol CPC	1.88	12.54 $\pm$ 0.42	2.27 $\pm$ 0.20
Oleophobol CPC	1.71	15.71 $\pm$ 0.59	2.59 $\pm$ 0.19
Phobol RSH	1.83	15.81 $\pm$ 0.62	2.22 $\pm$ 0.16

Tablo 2'de kompozit numunelerin gerilme mukavemeti, modülü ve uzama oranı değerleri yer almaktadır. Kimyasal işlem görmüş kumaşların çekme mukavemetinin muamele edilmemiş ve merseize edilmiş jüt kumaşlardan daha yüksek olduğu açıkça görülebilmektedir.

Sonuç

Hidroforik işlemler jüt kumaşların ve kompozit numunelerin nem oranını önemli ölçüde azaltmıştır. İşlenmemiş kompozitlerin suya maruz bırakıldıklarında nem emme davranışı, kimyasal işlem görmüş takviyeli kompozitlerden yaklaşık iki kat daha fazladır. Muamele edilmiş ve işlenmemiş kompozitlerin mekanik özelliklerinde önemli bir farklılık da gözlenmiştir. Kimyasal işlemden geçirilmiş florokarbon (Oleofobol RSH) ve hibrit florokarbon (Oleofobol CPC) bileşimi, iyi gerilme ve modül özelliklerine sahiptir. Nem yaşlanmasına bağlı olarak, muamele edilmiş kumaş kompozitlerinin mukavemeti kaybı, iyi lif-matris arayüzü nedeniyle muamele edilmemiş kompozitlere kıyasla daha azdır.

Referanslar

- 1- Ali, A., et. al.: Hydrophobic treatment of natural fibers and their composites – A review. J. Ind. Text. (2016).
- 2- Wang, W., et. al.: Changes in composition, structure, and properties of jute fibers after chemical treatments. Fibers Polym. 10, 776–780 (2009).
- 3- Jabbar, A., et. al.: Modeling and analysis of the creep behavior of jute/green epoxy composites incorporated with chemically treated pulverized nano/micro jute fibers. Ind. Crops Prod. 84, 230–240 (2016).
- 4- Ali, A., et. al. Impact of hydrophobic treatment of jute on moisture regain and mechanical properties of composite material. J. Reinf. Plast. Compos. 34, 2059–2068 (2015).
- 5- Dhakal, H.N., et. al. Effect of water absorption on the mechanical properties of hemp fibre reinforced unsaturated polyester composites. Compos. Sci. Technol. 67, 1674–1683 (2007).

Dokuma Hatasının On-Line Kontrolü Ve Kumaşın Elyaf Özellikleriyle İlişkilendiren Tespit Sistemi Geliştirilmesi

TOPALBEKİROĞLU, Mehmet¹, ZOR, Gökben²,

¹Gaziantep Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Gaziantep/TÜRKİYE

²Kilis 7 Aralık Üniversitesi, Tekstil Teknolojisi Programı, Kilis/TÜRKİYE
tbekir@gantep.edu.tr, gzor@kilis.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada otomatik hata tespit uygulamaları için kumaş elyaf karakteristiğine göre parametreler geliştirilmesi ve bu parametrelerin otomatik hata tespit sistemlerine tanımlanarak verimliliğin artırılması amaçlanmıştır.

1. GİRİŞ

Otomatik kumaş kalite kontrol uygulamaları güvenlik, düşük maliyet, işçiden kaynaklı hataların azaltılması ve istatistiksel üretim bilgisi verme gibi avantajlar sağlamaktadırlar. Bu yüzden otomatik kalite kontrol işlemi dokuma endüstrisinde önemini arttırmaktadır¹. Bir dokuma kumaşın renk ve parlaklığının, görünümü ve algılanması üç faktörden etkilenir. Bunlar gözlenecek yüzeye ışınları ileten ışık kaynağı, kumaşın optik yansıma özellikleri, gözlemcinin göz hassasiyeti şeklinde sıralanabilir. Bir tekstil materyalinin (elyaf, iplik, kumaş) parlaklığı ve rengi, o materyalin yapısı ve fiziksel-kimyasal bileşimine bağlıdır². Yansıma, ışığın materyalin iç kısmına geçmeden yüzeyinden yansyarak göze ulaşan kısımdır. Kumaş yüzeyinin yapısı ışık yansımalarını, kumaşın parlaklığını ve rengin algılanmasını etkiler³. Kumaşlarda parlaklığı verengi etkileyen temel parametreler dokuma tipi, örtme faktörü, gözenek tipleri, çözgü ve atkı iplik cinsi, terbiye işlemleridir⁴.

2. MATERYAL VE METOD

Çalışma kapsamında dört farklı dokuma kumaş numunesi üretilmiştir. Bu numunelerde bütün kumaş özellikleri aynı bırakılırken; sadece aynı kalınlıkta farklı elyafa sahip atkı iplikleri kullanılmıştır. Numunelerde kullanılan atkı ipliklerinin elyaf cinsleri pamuk, keten, polyester ve lyocell olarak belirlenmiştir (Tablo 1). Ayrıca bu numunelerde aynı özelliklerde atkı kaçığı hatası oluşturularak otomatik

hata tespitinde hataların algılama hassasiyetleri saptanmıştır.

Kumaş numune parlaklıklarının hata tespitine etkilerini incelemek için spektrometre ve görüntü analizi yöntemleri (MATLAB®, Photoshop®) kullanılarak numunelerin parlaklıkları bulunmuş ve elyaf cinsinin kumaş parlaklığına ve dolayısıyla hata tespit yöntemlerine etkisi belirlenmiştir.

Tablo 1. Numune kumaş üretim parametreleri

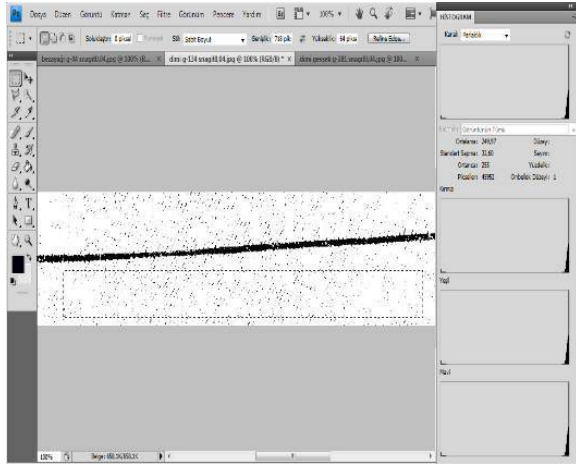
Çözgü Kalınlığı	Çözgü Cinsi	Çözgü Sıklık	Atkı Kalınlığı	Atkı Cinsi	Atkı Sıklık	Örgü
20/1 Ne	Pamuk	32	20/1 Ne	Pamuk	22	1/3 S
20/1 Ne	Pamuk	32	33/1 Nm	Keten	22	1/3 S
20/1 Ne	Pamuk	32	300 dny	Polyester	22	1/3 S
20/1 Ne	Pamuk	32	20/1 Ne	Lyocell	22	1/3 S

3. DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

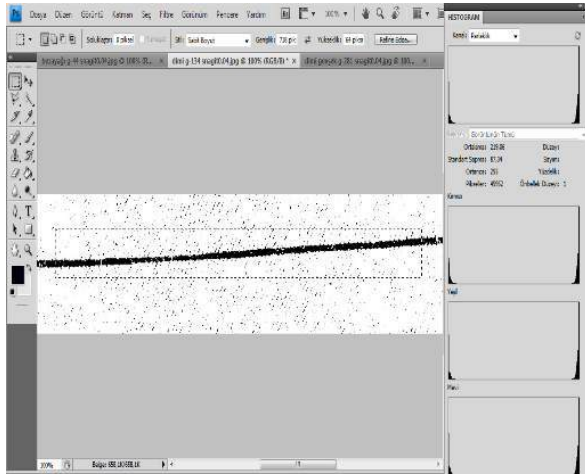
Kumaş numunelerinin parlaklık değerlerinin bulunabilmesi için birinci metot olarak spektrometre cihazı ile ölçümler yapılmıştır. İkinci metot da ise Matlab görüntü analizinden elde edilen resimler photoshop programında analiz edilerek parlaklık değerleri ve standart sapma değerleri bulunmuştur (Tablo 2). Bu ölçümlerde kumaş numunelerinin parlaklık değerleri; hatalı bölgeler ve hatasız bölgeler için ayrı ayrı bulunmuştur (Şekil 1-2). Sonuçlar değerlendirildiğinde kumaş numunelerinin parlaklık değerleri büyükten küçüğe doğru polyester, pamuk, lyocell ve keten atkılı kumaşlar olarak sıralanmaktadır.

Otomatik hata tespit metotlarında hata belirginliklerinin ölçümünde “standart sapma katsayısı” değerinden faydalanılmıştır. Bu değer hatalı bölgenin standart sapma değerinin hatasız bölgenin standart sapma değerine bölünmesiyle bulunmaktadır. Katsayısı düşük çıkan kumaşlarda ki hataların tespit edilebilirliği daha yüksek olur iken; yine katsayısı büyük olan kumaşlarda ki hataların belirginliği daha düşük olmaktadır.

Buna göre kumaş parlaklığı en yüksek olan polyester atkılı numunenin, standart sapma katsayısı değeri diğer numunelerden daha yüksek çıkmıştır. Aynı şekilde parlaklık değeri en az olan keten atkılı numunenin standart sapma katsayısı ise en düşük değere sahip olmuştur. Bu sonuçlar bize parlak yüzeyli kumaşlardaki hataların tespitinin diğer kumaşlardan daha zor olduğu sonucunu vermektedir.



Şekil 1. Numunenin hatasız bölgede ki değerlerinin tespiti



Şekil 2. Numunenin hatalı bölgede ki değerlerinin tespiti

Tablo 2. Kumaş numunelerinin parlaklık, standart sapma ve standart sapma katsayısı değerleri

	Numune Cinsi	Spektrometre Parlaklık Değerleri (Lightness)		Görüntü Analizi Parlaklık Değerleri (Mean Value)		Standart Sapma Değerleri		Standart Sapma Katsayısı
		Hatasız Kısım	Hatalı Kısım	Hatasız Kısım	Hatalı Kısım	Hatasız Kısım	Hatalı Kısım	
1	Pamuk	59.78	58.36	250.04	219.26	32.43	87.11	2.69
2	Keten	54.86	53.37	228.25	196.88	75.86	105.31	1.39
3	Polyester	62.91	61.44	255.45	223.66	37.96	103.12	2.72
4	Lyocell	55.98	53.8	239.64	208.23	58.01	96.99	1.67

4. GENEL SONUÇLAR

Mevcut otomatik hata tespit uygulamaları genellikle bütün kumaşlar için aynı parametrelerle çalışmaktadır⁵. Yani mevcut sistemler bir hatayı bir kumaşta yakalayabilmekte iken, farklı bir kumaştaki aynı büyüklük ve cinsten ki hatayı hata olarak yakalayamamaktadır. Yapılacak bu çalışma sayesinde kumaş elyaf cinslerine göre yeni parametreler busistemlere tanımlanarak, değişen materyal özelliklerine uyum sağlanabilecek ve hata tespit uygulamalarının daha verimli hale getirilmesi sağlanacaktır.

5. SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Otomatik hata tespit işlemlerine etki eden diğer kumaş parametrelerinin sisteme olan etkilerinin incelenmesi ve buna bağlı olarak otomatik hata tespit işlemlerinin daha da iyileştirilmesi planlanmaktadır.

6. KAYNAKLAR

- [1] Malek, A. S. (2012). Online Fabric Inspection by Image Processing Technology *Haute Alsace University, A thesis in Mechanical Engineering*
- [2] Helena, G. (2007). Colour and Optical Phenomena on Fabric. *Textilec.50* (4-6). 93-132.
- [3] Field, G. G. (1999). Color and Its Reproduction. (2nd ed.). *Pittsburg: GAFTPress*, 1-113.
- [4] Adanur, S. (2001). Handbook of weaving. *Sultzer, A technical Publishing book company, Technomic*.
- [5] Çelik, H.İ., (2013). Development of an Intelligent Fabric Defect Inspection System. *Ph.D Thesis in Mechanical Engineering, University of Gaziantep*.

Farklı Lif Kesit Yapılarına Sahip Polyester İplikleriyle Dokunan Farklı Dokuma Örgü Yapılarının Parlaklık Özelliklerinin İncelenmesi

Ali İBRİKÇİ¹, Mehmet TOPALBEKİROĞLU¹,

Kipaş Mensucat Ar-ge Merkezi, K.maraş, Türkiye¹,
Tekstil Mühendisliği Departmanı, Gaziantep Üniversitesi, Gaziantep, Türkiye²
aibrikci@kipas.com.tr¹; tbekir@gantep.edu.tr²

ÖZET

Bu çalışmada farklı kesit yapılarına sahip polyester ipliklerini kullanarak, farklı dokuma örgü yapılarındaki kumaşların parlaklıkla olan ilişkisini açıklanmıştır. Bu amaç doğrultusunda, iplik numaraları aynı 4 farklı kesit (oval, içi delikli oval, dört kanallı tırtıklı, içi delikli oval ile dört kanallı tırtıklı kesitin karışımı) yapısına sahip 20 Ne polyester iplik ile 4 farklı örgü yapıda (bezayağı, dimi, saten, basket) dokuma kumaş üretilmiştir. Çalışma kapsamında kumaşlara Color Quest II marka spektrofotometre cihazı ile parlaklık testi uygulanmış ve dokuma yapılarının ve kesit yapılarının kumaş parlaklığı üzerinde etkisi olduğu gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelime : elyaf kesiti, dokuma yapıları, parlaklık

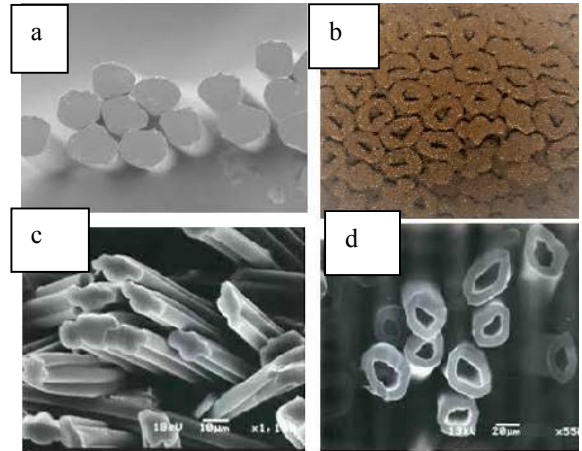
1. GİRİŞ

Duran yaptığı çalışmada (2001)¹, her lifin üst yüzeyine gelen ışığın bir kısmının yansıtıldığı veya reflekte edildiği belirtilmiştir. Bir tekstil materyalinde birçok beyaz (renksiz) lif bir arada bulunduğu için, ortalama gelen ışığın tamamına yakınının yansıtıldığı vurgulanmıştır. Fakat tekstil yüzeyini oluşturan lifler yüzeyde çok çeşitli şekilde konumlandıklarından parlaklık bir aynada olduğu gibi değil, çeşitli yönlerde doğru dağınık şekilde olduğu ve ham bir tekstil ürünü üzerine gelen ışığın çoğunu yansıttığından beyaz ışık ortamında bu materyallerin beyaz görüldüğüne değinilmiştir. Field yaptığı çalışmada (1999)², parlaklığın, rengin ışıklılığı ve doygunluğu üzerinde etkili olduğunu ve yüksek parlaklık görünümüne sahip yüzeyde yüzeyden yazılan ışık bakış açısına bağlı olduğunu belirtmiştir. Yüzeyin tekstürü parlaklık ile ilişkili ve çıkıntılı bir tekstüre yapısının az bir parlaklık gösterdiği belirtilmiştir. Choo ve diğleri ise (2003)³ parlaklık, kalınlık, yüzey ve kumaşın sıklığının kumaş görünümü üzerinde etki eden önemli faktör olduğunu belirtmiştir. Gabrijelčić ise (2007)⁴, dokuma için kullanılan ipliklerin atlama uzunluklarının kumaşın yansıma, renk, parlaklık ve çıkıntı alanını etkilemesini vurgulamıştır. İplikteki atlama uzunluğu artmasıyla bu ipliğin etkisinin daha çok belirginleştiği ve bu yapılar üzerinde ışığın etkisinin daha farklı olduğu belirtilmiştir. Bezayağı kumaşlar, kumaş yapısındaki bağlantı noktalarının maksimum olmasından dolayı düşük parlaklığa sahip kumaş yapıları olarak belirtilmiştir. Saten kumaşlarda

ise, kumaştaki kesişim noktalarının farklı dağılımı ve uzun iplik atlamaları sonucunda belirli bir doğrultuda paralel olarak yönelmiş ipliklerden oluşan düzgün ışık yansımasından dolayı yüksek parlaklık elde edildiğini anlatmıştır. Akgün ve arkadaşları ise (2012)⁵, dokuma kumaşların renk ve reflektans değerlerine bağlı olarak algılanması kumaşı oluşturan ipliklerin kimyasal ve fiziksel özelliklerine bağlı olduğunu ve kumaş yapısal parametreleri ile reflektans değerleri arasında ilişkilerin değerlendirilmesi üzerine görüşlerde bulunmuştur.

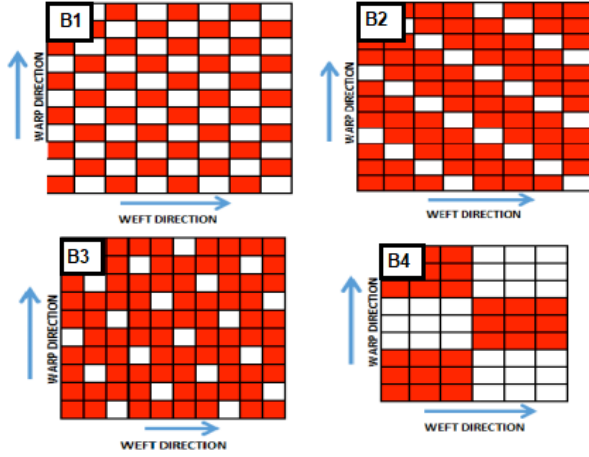
2. MATERYAL VE METOD

Çalışma kapsamında kullanılan polyester ipliklerin lif uzunlukları 38 mm ve büküm seviyeleri 704 tur/m aynı tutularak yalnız kesit şekilleri değiştirilmiş kesikli filamentlerden oluşmaktadır. Burada polyester iplikleri 4 farklı lif kesitte sahip ve hepsi aynı 20 Ne iplik numarasında olacak şekilde ring iplik eğirme prosesinde üretilmiştir. Şekilde 1'de polyester ipliklerinde kullanılan 4 farklı lif kesitlerin SEM mikroskopik görüntü resimleri verilmektedir. Lif kesitleri; Oval (Şekil 1.a), içi boşluklu oval ve 4 kanallı tırtıklı yapı karışımı (Şekil 1.b), 4 kanallı tırtıklı yapı (Şekil 1.c) ve içi boşluklu oval (Şekil 1.d)'dir.



Şekil 1. PES liflerinin kesit SEM görüntü resimleri

Bu polyester ipliklerini kullanarak 1/1 bezayağı, 3/1 (s) dimi, 4/1 (s) saten ve 3/3 basket örgü yapılarına (Şekil 2 bakınız) sahip 16 farklı dokuma kumaşları üretildi.



Şekil 2. Çalışmada kullanılan dokuma örgü yapıları (B1) Bezayağı, (B2) Dimi, (B3) Saten ve (B4) Basket

Dokuma kumaşların üretim parametreleri;

Atkı ipliği ; 20/1 Ne PES (oval, 4 kanallı tırtıklı yapı ve içi boş oval yapı karışımı, 4 kanallı tırtıklı yapı, iç boş oval)

Çözümlü ipliği; 20/1 Ne PES (oval, 4 kanallı tırtıklı yapı ve içi boş oval yapı karışımı, 4 kanallı tırtıklı yapı, iç boş oval)

Atkı Sıklığı: 23 atkı/cm

Tarak No: 110/3

Tarak Planı: sıralı

3. DENEYSEL SONUÇLARI VE TARTIŞMA

Deney çalışmasında üretilen 16 farklı dokuma kumaş numunelerine Color Quest II marka spektrofotometre cihazı ile parlaklık testi uygulanmış ve dokuma yapılarının ve kesit yapılarının kumaş parlaklığı üzerinde etkisi incelenmiştir. Her kumaş için 4 parlaklık ölçümü yapılmış ortalama değerleri alınmıştır. Test sonuçları Tablo 1'de verilmiştir.

Tablo 1. Kumaşların ölçülen parlaklık indeksi test sonuçları

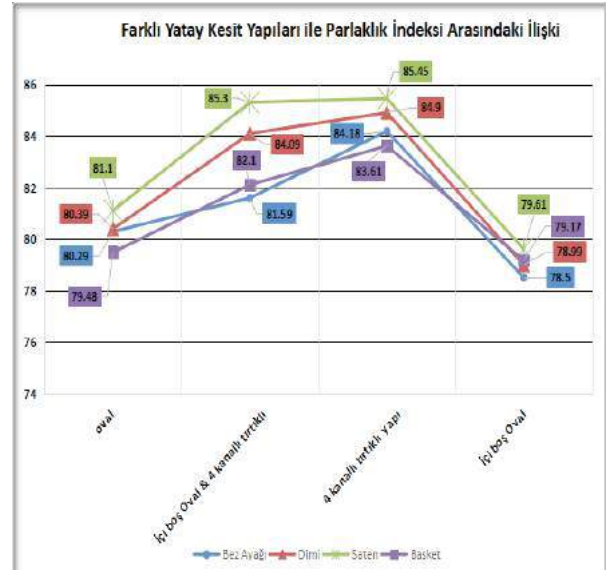
Kumaş No	PES Yatay Kesiti	Dokuma Yapıları	Parlaklık İndeksi
1	Oval	Bez Ayağı	80,29
2		Dimi	80,39
3		Saten	81,1
4		Basket	79,48
5	İçi boş Oval & 4 kanallı tırtıklı Yapı	Bez Ayağı	81,59
6		Dimi	84,09
7		Saten	85,3
8		Basket	82,1
9	4 kanallı tırtıklı Yapı	Bez Ayağı	84,18
10		Dimi	84,9
11		Saten	85,45
12		Basket	83,61
13	İçi Boş Oval	Bez Ayağı	78,5
14		Dimi	78,99
15		Saten	79,61
16		Basket	79,17

Şekil 2'de Farklı dokuma kumaş örgü yapı ile parlaklık indeksi arasındaki ilişki gösteren grafik verilmiştir.



Şekil 3. Farklı dokuma örgü yapıları ile parlaklık indeksi arasındaki ilişki

Şekil 3'de grafiği incelendiğinde bezayağı dokuma yapısından saten dokuma örgü yapısına doğru parlaklıkta artan bir eğilim söz konusudur. Yalnız bu artan eğilim basket dokuma örgü yapılarına geldiğinde azalmıştır. Bu bize saten örgü ile yapılan dokumaların en parlak değerleri verdiğini göstermektedir. Dimi örgü ile bezayağı örgü yapılarını kıyasladığımızda ise dört farklı eğride de dimi dokuma yapıları daha parlak olduğu görülmüştür. Bezayağı ile basket örgü yapı arasındaki ilişkiye bakıldığında ise oval ve 4 kanallı tırtıklı kesitli PES ile dokunan yapılarda bezayağı daha parlak iken, içi boş oval ve karışımli kesite sahip dokumalarda basket dokuma yapısı daha parlaktır. Şekil 4'de farklı lif kesit yapıları ile parlaklık indeksi arasındaki ilişki veren grafik sunulmuştur.



Yukarıdaki grafikte farklı kesit yapıları PES liflerin farklı dokuma örgü yapılarında kattığı parlaklık değerleri incelenmiştir. Görüldüğü üzere dört farklı dokuma yapısı ile dokunan dört kanallı tırtıklı kesite sahip PES iplikleri en yüksek parlaklık değerlerini vermiştir. En yüksek parlaklık değerleri tırtıklı yapıda iken, en düşük parlaklık değerleri içi boş oval yatay kesit yapıları kumaşlarda görülmüştür. Oval kesitten, dört kanallı tırtıklı kesit yapısına doğru parlaklık değerlerinde artış vardır, içi boş oval yapısının kullanılmasıyla parlaklık değerleri en düşük seviyeleri görmüştür. Parlaklığı yüksek tırtıklı yapıya, içi boş oval kesitin karıştırılmasıyla dokunan kumaşlarda

parlaklık değerlerindeki düşüş görülmektedir. *Oval kesit* ile *içi boş oval kesit* kıyaslandığında ise, *içi boş oval kesit*in daha mat olduğu belirtilmiştir.

4. SONUÇ

Yaptığımız çalışmalarda lif kesit şeklinin ve dokuma örgü yapısının parlaklığa olan etkisi ortaya koyulmuştur. Dokuma örgü yapılarındaki yüzme oranının yüksek ve bağlantı noktalarının az olduğu saten dokumalarda kumaş parlaklık değerlerinin yüksek olduğu; farklı lif kesitlere sahip PES liflerin dört kanallı tırtıklı yapı en yüksek parlaklık değerlerini göstermiş, içi boş oval kesit yapılı liflerin kullanılmasıyla parlaklık değerlerinin en düşük olduğu görülmüştür. Dört kanallı tırtıklı yapı ile içi boş oval yapının karışımıyla yapılan çalışmalarda parlaklık değerlerinde azalan bir eğim ortaya çıkmaktadır. Buradan ayrıca çıkaracağımız bir diğer sonuç; bize, kesitlerdeki yapıları hem şekil olarak hem de oransal olarak değiştirerek de parlaklık değerlerinde artırma veya azaltma yapabileceğimizi ortaya koymaktadır.

5. TEŞEKKÜRLER

Yapılan çalışmaların bir kısmı Kipaş Mensucat Arge Merkezi Laboratuvarlarında; bir kısmı ise Gaziantep Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde gerçekleştirilmiştir. Çalışmalarda emeği geçen Kipaş Mensucat Arge Merkezi Birimine ve Gaziantep Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümüne teşekkür ederiz.

6. KAYNAKLAR

- [1] Duran, K. (2001) Tekstilde Renk Ölçümü ve Reçete Çıkarma, 'E.Ü.Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma- Uygulama Merkezi Yayını , No : 17 (1.baskı) Bornova /İzmir
- [2] Field, G.G. (1999). Color and Its Reproduction (2nd Edition),. GAFT Press, Pitsburg.
- [3] Choo, S. ve Kim, Y. (2003). Effect of color on fashion fabric image, Color Res. Appl., 28(3), 221-226
- [4] Gabrijelčić, H. (2007). Colour and optical phenomena on fabric, Tekstilec, 50(4-6); 93-132.
- [5] Akgün M., Alpay H. R., Becerir B., (2012), Kumaş yapısal parametreleri ile reflektans değerleri arasındaki ilişkilerin değerlendirilmesi, Uludağ Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi, Cilt 17, Sayı 1, sayfa:93-106

Dynamic Process and Quality Control Approach for Textiles

GUNAY, Melih

Akdeniz Üniversitesi

mgunay@akdeniz.edu.tr

AIM

Develop a process control system for dry and wet textile processes that are either continuous or serially connected with time lags. This new process is called “dynamic process control system” and provides process averages and control limits that are relative to the conditions of the prior processes. By obtaining more accurate control limits, the root causes of the out of control situations may be determined precisely, and unnecessary corrective actions (false positives) that are detrimental to quality monitoring and improvement are minimized.

INTRODUCTION

Development of textile science and engineering during the last 100 years has been truly remarkable based on the published research reports and claims. However, as Prof. John W. S. Hearle (UMIST) once said in his farewell seminar at NC State University in 1999, it is quite troublesome to find only a small fraction of what has been discovered and reported by him and others is being applied in textile manufacturing operations today [1]. In particular, the structural models and prediction equations published to date are seldom used in quality and process control practices in the US or elsewhere. Why?

Textile quality control often involves keeping output of individual processes in control through the uses of Shewhart control charts. Although textile producers have invested in quality control systems through Shewhart control methods, manufacturers have yet to experience a significant cost reduction or increased benefits. This is mainly due to the use of control systems that are static and inflexible for accommodating the complex, dynamic and interactive nature of textile production environment. Frequent false alarms and unwarranted process calibrations based on the “single stage control algorithms,” often built in the manufacturing equipment, have resulted in loss of production time, materials and consequently profit.

In case of an out-of-control situation, the backtracking of the problem source naturally begins with the last machine where the problem is caught [1, 4]. This is known as feedback control often accompanies

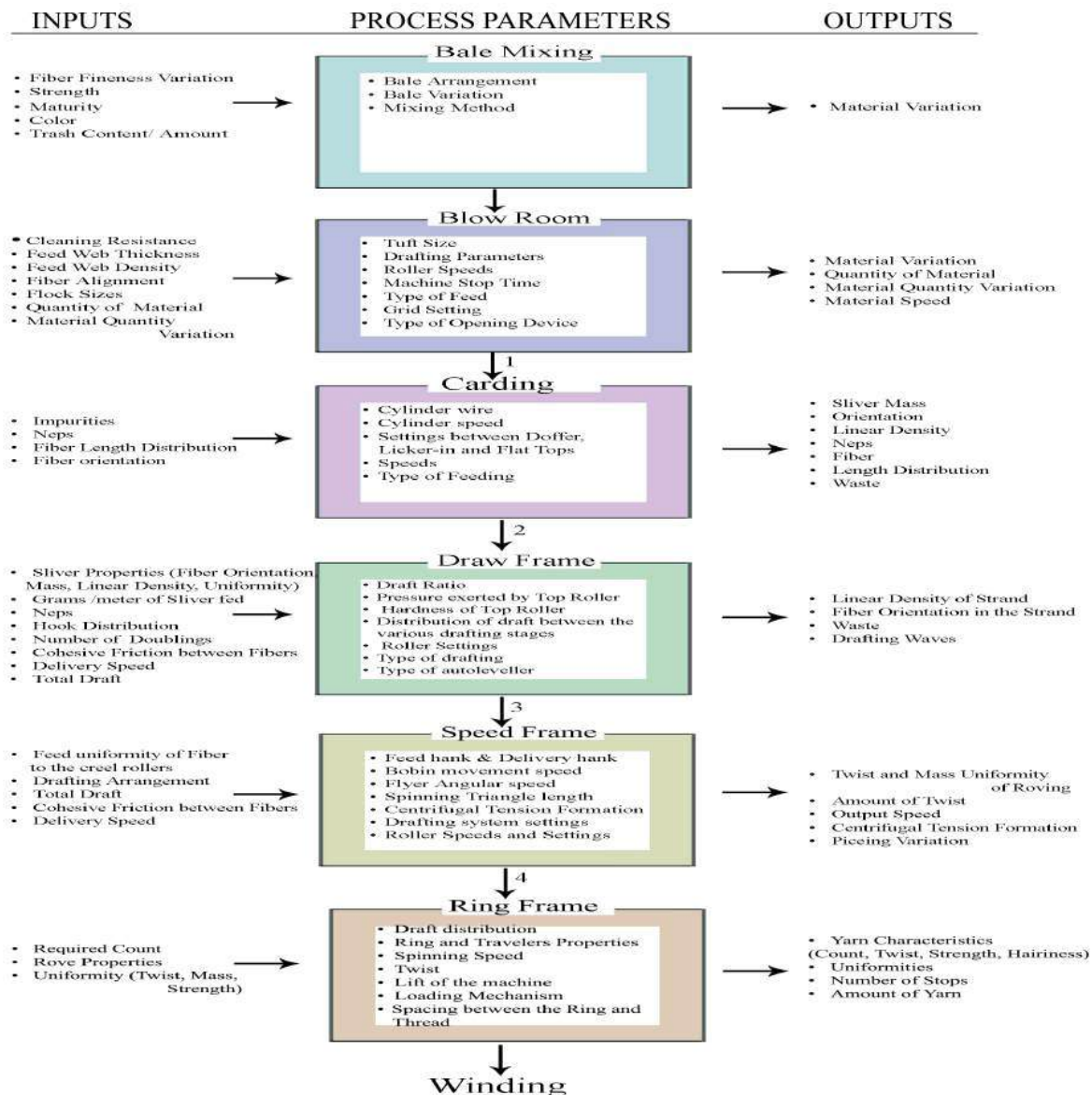
instability with a tendency for over-control or unwarranted calibration. In addition, a feedback control in textiles often leads to disappointing guesswork rather than an effective corrective action due to 1-to-N nature of manufacturing processes [4]. Thus, use of a static target reference in a continuous, dynamic textile process causes frequent false alarms when the changes in process averages originate from the prior process stages. To remedy this difficulty, a dynamic EWMA control chart procedure [3] can be employed. However, this procedure was somewhat effective only for short-run process control situations as it forces us to examine only the current process average against the target with no reference to the biases generated by the prior processes [5, 6, 7] indefinitely. This undoubtedly is a terribly inefficient control process completely void of structural relationships already known for the causes and effects.

APPROACH

This task however requires the development of general theories and a working model for “Dynamic Process and Quality Control System (DTPQCS)” by surveying the published papers or well-established scientific facts. Currently, we are in the process of developing the “functional and/or structural relationships” between the input and output variables of two contiguous process stages as a foundation for DTPQCS. Among the textile manufacturing processes, the staple yarn spinning is the current focus of this investigation. In the next stage, we plan to establish the “dynamic process average” and the “dynamic control limits” for each process stage based on the functional/structural relationships between the variables involved in the previous and present process stages. Finally, the DTPQCS developed may be implemented for an actual staple spinning process in order to verify the validity of the system and model. Upon successful testing, the scientific knowledge and experience gained allows us to apply this methodology into wet textile processes.

ACKNOWLEDGEMENT

Author thanks National Textile Center /USA for its financial support of this project.



RESOURCES

- Hearle, J., Grosberg, P. & Backer, S. 'Structural Mechanics of Fibers, Yarns, and Fabrics' Wiley-Interscience. New York, NY, 1969
- Martindale, J. G. 'A New Method of Measuring the Irregularity of Yarns with some Observations on the Origin of Irregularities in Worsted Slivers and Yarns' J. Text. Inst. 36, T35-47, 1945.
- Moyer, M.C. 'Using Variance Length Curve Analysis to Determine the Impact of Medium Term Yarn Variations on Fabric Appearance' Institute of Textile Technology, 1992.
- Olerup, H. 'Calculation of Variance-Length Curve for an Ideal Sliver' J. Tex. Int. 43, P290-293, 1952.
- Snyder, B. T. 'Development of a Yarn Quality Rating System for Visual Fabric Qualities' Master's Thesis, College of Textiles, North Carolina State University, Raleigh, 2000.
- Jasper, J., Gunay M. & Suh M. W. 'Measurement of Eccentricity and Twist in Spun Yarns' Textile Research Journal, 2004
- Merchant V.B., 'The Fundamentals of Roving Twist', Textile Institute Journal, V 53, T 58- 68, (Feb 1963).

Boron Nitrit Nanopartikül Katkılı Karbon Fiber/Epoksi Kompozit Boruların Kriyojenik Ortam Şartlarında Düşük Hızlı Darbe Davranışı

KARA Memduh¹, TATAR Ahmet Caner², KIRICI Muhammed³, AVCI Ahmet²

¹Mersin Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü

²Selçuk Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü

³Selçuk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, Metal. ve Mlz. Mühendisliği Bölümü

memduhkara@mersin.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı Boron Nitrit nanopartikül katkılı karbon fiber/epoksi kompozit boruların kriyojenik ortam şartlarında düşük hızlı darbe davranışlarının incelenmesidir. Düşük hızlı darbe testleri 23°C, -50°C ve -100°C sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir.

GİRİŞ

Dünyada meydana gelen enerji krizleri ve çevrenin korunmasına artan ilgi nedeniyle karbon fiber takviyeli plastik kompozit boruların (CFRP) kullanımı birçok mühendislik alanında gün geçtikçe artmaktadır. Bu boruların tercih edilmesinin nedenleri arasında hafiflik, yüksek mukavemet, yüksek korozyon direnci ve üretim kolaylığı gösterilebilir. Ancak bu kompozit malzemeler dinamik darbe yüklerine karşı hassastırlar. Darbe sonrası oluşan görünür hasarlar kompozitin rijitliğini ve mukavemetini ciddi derecede düşürebilmektedir. Kompozit yapıların servis uygulamalarındaki güvenliğinin sağlanmasında malzemenin hasar toleransı ve darbe sonrası kalıntı mekanik özellikler kritik öneme sahiptir (Liu ve ark.¹). CFRP borular kullanım esnasında darbeye veya farklı basınçlara maruz kalabilir; bu durumda numunelerin mekanik özelliklerindeki değişimi detaylı olarak incelenmelidir. Özellikle darbe hasarı, CFRP boruların patlama mukavemetini düşürdüğü için oldukça önemlidir (Zhu ve ark.²). Filaman sarım yöntemiyle üretilen boruların darbe davranışlarıyla alakalı birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmaların büyük bir çoğunluğu cam elyaf/epoxy boruların darbe davranışlarıyla alakalıdır (Hawa ve ark.³, Wakayama ve ark.⁴, Sabaey ve Mahdi⁵). Filaman sarım yöntemiyle üretilen CFRP kompozit basınçlı kapların düşük hızlı darbe davranışlarının araştırıldığı bir çalışmada matris hasarı, fiber hasarı ve delemasyonlar detaylı olarak incelenmiştir. Vurucu çapının artışıyla numunede meydana gelen hasarların arttığı ve numunelerin patlama mukavemetinde azalma meydana geldiği ortaya konmuştur (Matemilola ve Stronge⁶). Gelişmiş kompozit malzeme içeren süper iletken cihazlar, hidrojen depolama tankları ve enerji cihazları düşük sıcaklıklara maruz kalmaktadırlar (Takade ve

ark.⁷). Bu nedenle kompozit malzemelerin kriyojenik ortam şartlarındaki mekanik özelliklerinin belirlenmesi ile ilgili çeşitli çalışmalar yapılmaktadır.

Kompozit malzemelerin mekanik özelliklerinin artırılabilmesi için, Carbon nanotüp, Boron Nitride, silisyum dioksit gibi nano malzemelerin kullanımı akademik alanda ilgi görmeye başlamıştır (Ulus ve ark.⁸, Üstün ve ark.⁹, Ulus ve ark.¹⁰). Bu ilgi; tokluk, mukavemet ve elastite modülü gibi mekanik özelliklerin eş zamanlı olarak iyileştirilmesi, yanma dayanımı ve camsı geçiş sıcaklığının azalması gibi termal özelliklerin geliştirilmesi konularında da her geçen gün artmaktadır. Ulus ve ark.¹³ Boron Nitride (BN) ve MWCNT epoxy hibrit nanokompozitlerin mekanik özelliklerini araştırmışlardır. BNNP/epoksi kompozitlerde çekme mukavemetinin %0.5 ağırlık oranına kadar arttığını; fakat daha yüksek oranlarda yeniden düştüğünü ortaya koymuşlardır. Ayrıca sünekliğin ve tokluğun da bir miktar arttığını tespit etmişlerdir.

Bu çalışmada Boron Nitride nanopartikül ile güçlendirilmiş, filaman sarım yöntemi ile üretilen karbon fiber/epoksi kompozit boruların oda sıcaklığında ve düşük sıcaklıklardaki düşük hızlı darbe davranışları incelenmiştir. Kompozit boru numunelerin darbe cevabına nanopartikül takviyesinin ve düşük sıcaklıkların etkisi detaylı olarak incelenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Üretilen nanodolgu Kompozit numune ve boyutları Şekil-1 de görülmektedir.



Şekil 1. Kompozit Tüp

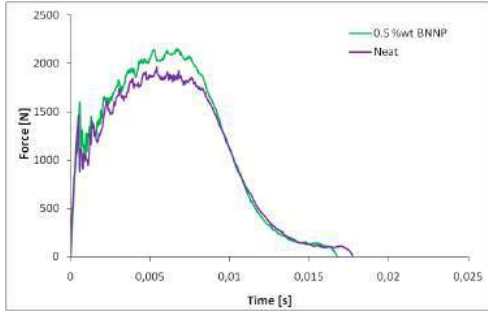
Yöntem

Bu çalışmada düşük hızlı darbe testleri 15 joule enerji seviyesinde 23°C, -50°C ve -100°C sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir.

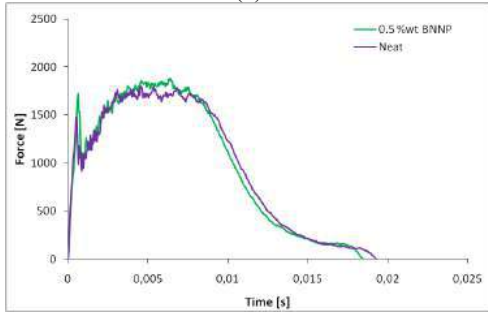
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

15 joule enerji seviyesinde gerçekleştirilen darbe testlerinin 23°C, -50°C ve -100°C sıcaklıklarındaki kuvvet-zaman grafikleri Şekil-2'de kuvvet yerdeğiştirme grafikleri Şekil-3'te gösterilmiştir. BNNP ilavesinin tüm sıcaklık değerlerinde kompozit borunun darbe cevabına etki ettiği görülmektedir. Tüm sıcaklık değerleri için nanopartikül takviye edilmiş numunelerden elde edilen en büyük temas kuvveti değerlerinin saf numuneye göre daha yüksek olduğu görülmektedir. En büyük temas kuvvetinin yüksek olması malzemenin rijitliğinin arttığını gösterir(Uyaner ve Kara¹¹). Oda sıcaklığındaki deneylerden elde edilen grafiklerde nanopartikül etkisinin daha fazla olduğu tespit edilmiştir.

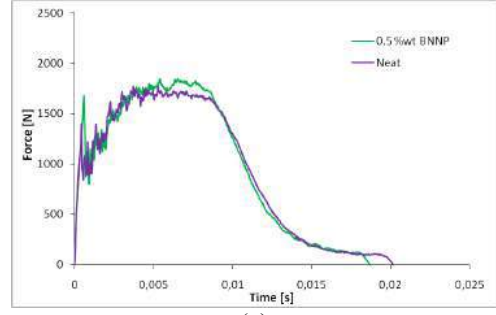
Nanopartikül takviyeli numuneler daha rijit olduğu için, aynı sıcaklık değerlerinde en büyük yer değiştirme değeri nanopartikül takviyeli numunelerde daha az olmuştur.



(a)

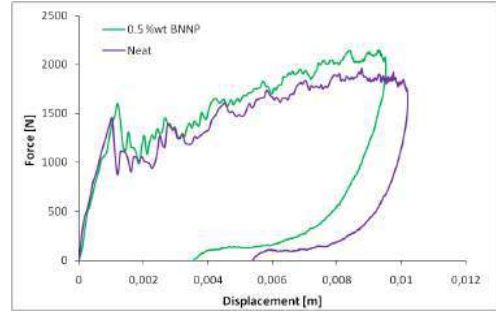


(b)

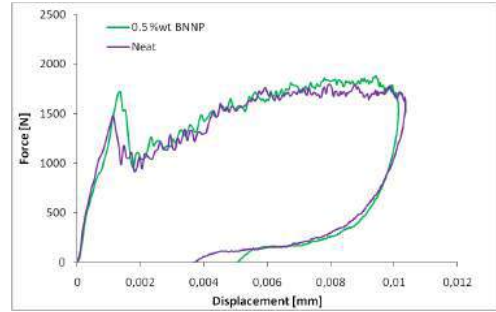


(c)

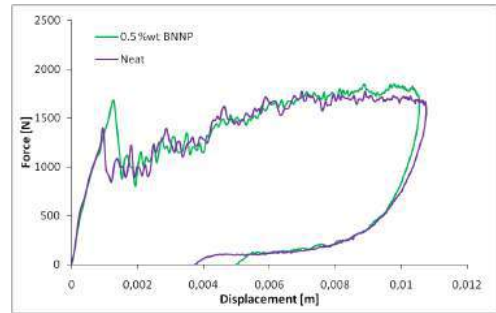
Şekil 2. a) 23°C, b) -50°C c) -100°C sıcaklık değerleri için Saf ve BNNP takviyeli numunelerin düşük hızlı darbe deneylerinden elde edilen kuvvet-zaman değişimleri



(a)



(b)



(c)

Şekil 3. a) 23°C, b) -50°C c) -100°C sıcaklık değerleri için Saf ve BNNP takviyeli numunelerin düşük hızlı darbe deneylerinden elde edilen kuvvet-deplasman değişimleri

GENEL SONUÇLAR

Tüm sıcaklık değerleri için nanopartikül takviye edilmiş numunelerden elde edilen en büyük temas kuvveti değerlerinin saf numuneye göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Sıcaklık düştükçe numunelerde meydana gelen hasar miktarı arttığı için en büyük temas kuvvetinde azalma meydana gelmiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sonraki dönem çalışmalarında, yüksek sıcaklık değerlerinde nanopartikül takviyeli numunelerin darbe cavaplarının araştırılması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışmada kullanılan kompozit borular TÜBİTAK tarafından desteklenmiş 112M145 nolu proje kapsamında üretilmiştir.

KAYNAKLAR

- Hawa, A., Majid, M. A., Afendi, M., Marzuki, H. F. A., Amin, N. A. M., Mat, F., & Gibson, A. G. (2016). Burst strength and impact behaviour of hydrothermally aged glass fibre/epoxy composite pipes. *Materials & Design*, 89, 455-464.
- Kara, M., Uyaner, M., Avci, A., & Akdemir, A. (2014). Effect of non-penetrating impact damages of pre-stressed GRP tubes at low velocities on the burst strength. *Composites Part B: Engineering*, 60, 507-514
- Liu, Q., Guo, O., Ju, Y., Lin, Y., & Li, Q. (2014). Impact responses and residual flexural properties of narrow CFRP laminates. *Composite Structures*, 111, 332-339.
- Matemilola, S. A., & Stronge, W. J. (1997). Low-Speed Impact Damage In Filament-Wound Cfrp Composite Pressure Vessels. *Transactions-American Society Of Mechanical Engineers Journal Of Pressure Vessel Technology*, 119, 435-443.
- Sebaey, T. A., & Mahdi, E. (2016). Crashworthiness of pre-impacted glass/epoxy composite tubes. *International Journal of Impact Engineering*, 92, 18-25.
- Takeda, T., Fan, W., Feng, Q. P., Fu, S. Y., Narita, F., & Shindo, Y. (2013). Cryogenic mechanical properties of woven glass/epoxy

composites modified with multi-walled carbon nanotube and n-butyl glycidyl ether under tensile static and cyclic loadings. *Cryogenics*, 58, 33-37.

- Ulus, H., Üstün, T., Şahin, Ö. S., Karabulut, S. E., Eskizeybek, V., & Avci, A. (2016). Low-velocity impact behavior of carbon fiber/epoxy multiscale hybrid nanocomposites reinforced with multiwalled carbon nanotubes and boron nitride nanoplates. *Journal of Composite Materials*, 50(6), 761-770.
- Ulus, H., Üstün, T., Eskizeybek, V., Şahin, Ö. S., Avci, A., & Ekrem, M. (2014). Boron nitride-MWCNT/epoxy hybrid nanocomposites: Preparation and mechanical properties. *Applied Surface Science*, 318, 37-42.
- Üstün, T., Ulus, H., Karabulut, S. E., Eskizeybek, V., Şahin, Ö. S., Avci, A., & Demir, O. (2016). Evaluating the effectiveness of nanofillers in filament wound carbon/epoxy multiscale composite pipes. *Composites Part B: Engineering*, 96, 1-6.
- Wakayama, S., Kobayashi, S., Imai, T., & Matsumoto, T. (2006). Evaluation of burst strength of FW-FRP composite pipes after impact using pitch-based low-modulus carbon fiber. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(11), 2002-2010.
- Zhu, J., Li, W., Yang, G., Jia, X., & Yang, X. (2015). Crushing characteristics of filament wound carbon fiber/epoxy tube under quasi-static compression condition. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 30(6), 1225-1228.

Ses Yalıtım Amaçlı Tekstil Esaslı Sandviç Yapıların Geliştirilmesi

PAŞAYEV Nazım¹, EROL Müslüm²

¹Erciyes Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kayseri, Türkiye

²Bingöl Üniversitesi, Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu Tekstil Tek. Prg., Bingöl, Türkiye
npasayev@erciyes.edu.tr

AMAÇLAR

Atık haldeki tavuk tüylerinden(TT) sandviç kompozit malzemelerin geliştirilmesi için TT rachis(sap) materyalinden farklı bağlayıcılar kullanarak plakalar üretilmiş ve geleneksel ses yalıtım malzemeleri ile kombine edilerek akustik özellikleri yüksek malzemeler geliştirilmiştir.

GİRİŞ

İnsan sağlığını hem fizyolojik, hem de psikolojik açıdan etkileyerek birçok sağlık problemine neden olan gürültü ile mücadele sağlıklı yaşam ve çalışma ortamının sağlanmasının en önemli konularından biri haline gelmiştir. Bu problemi çözmek için farklı özellikleri olan çok sayıda ses yalıtım malzemeleri üretilmiştir. Çok katmanlı sandviç malzemelerinin tamamı yapısında ses yutumu özelliği yüksek olan bir veya daha fazla ara katman malzemesi bulundurmaktadırlar.

Ses yalıtımı sağlayan malzemeler olarak doğal ve yapay lifler, ahşap yünü, cam yünü, taş yünü, poliüretan köpük, kauçuk gibi malzemeler kullanılmaktadır²⁰.

Kuş tüyleri üzerinde yapılan araştırmalarda birçok ilginç özelliklerini ortaya çıkmıştır¹¹. Söz konusu malzemenin mikro gözenekli içyapıya ve yüksek mekanik özelliklere sahip olması önemli bulunmuştur. Literatürde çok katmanlı, sandviç yapılı ses yalıtım malzemeleri ile ilgili var olan çalışmalarda çok katmanlı yapıların farklı karakteristiklerinin ses yalıtım özelliklerine etkileri incelenmiştir.

Davern üç katmanlı yapılar üzerindeki çalışmada; malzemenin akustik empedansı ve ses yutma katsayısının önemli derecede katmanların gözenekliliğine ve yoğunluğuna bağlı olduğunu belirtmiştir¹. Çok katmanlı yapıların ses yalıtım özellikleri önemli derecede onların konstrüksiyonuyla belirlenmektedir. Dunn ve Davern üç katmanlı gözenekli malzemeler üzerinde yaptığı çalışmada; dış katmanın ses dalgalarının yapıya girmesini sağlarken, iç katmanların ses enerjisinin azaltılmasını sağladığını belirtmiştir².

Çok katmanlı ses yalıtım malzemelerinin önemli bir bileşeni dokusuz yüzeylerdir. Dokusuz yüzeylerin ses yutma özellikleriyle ilgili Zwicker ve

Kosten'den²¹ başlayarak çok sayıda çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalara göre, gözenekli dokusuz yüzeyler genellikle geniş frekans aralığında ses absorpsiyon yeteneğine sahip olmayıp yüksek frekanslarda yüksek, düşük ve orta frekanslarda ise düşük yutuma sahiptirler⁷.

Buna göre de gözenekli malzemelerin orta ve düşük frekanslarda ses yutma özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla çok sayıda çalışmalar yapılmıştır ve yapılmaktadır. Bu çalışmaların bir kısmı gözenekli malzemelerin ses absorpsiyonunun modellenmesiyle ilgilidir^{15,16,19}. Bu çalışmalar sayesinde ses yutma açısından efektif malzemelerin geliştirilmesi mümkün olmuştur. Malzeme kalınlığı, yoğunluğu ve gözenekliyi, malzemedeki lif miktarı, liflerin karakteristikleri, yönlmesi, malzeme yüzeyinin şekli, malzemenin lif içeriği ile ilgili çalışmalar dokusuz yüzeylerin ses yutma özelliklerinin önemli derecede iyileştirilmesini sağlamıştır^{5,6,12,17}.

Farklı liflerin kullanımı ve üretim yöntemlerinin uygulanmasıyla lif içerikli gözenekli malzemelerin ses absorpsiyon özelliklerinin iyileştirilmesi yönünde de birçok çalışmalar yapılmıştır^{3,4,13,14,18}.

Dokusuz yüzeylerin farklı malzemelerle desteklenmesi sonucu orta ve düşük frekanslarda ses yutma özelliklerinin iyileştirilmesi daha iyi parametrelere sahip çok katmanlı ses yalıtım malzemelerinin geliştirilmesine yol açmıştır^{8,9,10}.

Sunulan çalışma tavuk eti üretiminde yan ürün olarak ortaya çıkan ve önemli kısmı atık durumunda olan tavuk tüylerinin işlenmesi sonucu elde edilen materyallerden ses yalıtımı sağlayan sandviç yapılar geliştirilmesiyle ilgilidir.

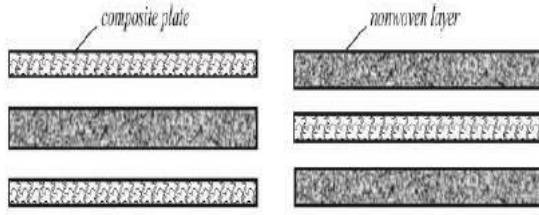
DENEYSEL

Malzeme

TT liflerinden üretilmiş dokusuz yüzey *Nonwoven* ve *NonwovenN2*, TT lif üretiminden yan ürün olarak ortaya çıkan saplardan üretilen *Composite* ve *CompositeC2* olarak isimlendirilen numuneler ile cam yünü, taş yünü ve tekstil atıklarından üretilen keçe kullanılmıştır.

Yöntem

Sandviç yapılar Şekil 1a ve 1b'de görüldüğü gibi çekirdeğinde nonwoven ve kompozit katman olacak şekilde hazırlanmış, geleneksel ses yalıtım malzemeleri ile farklı kombinasyonlarda üretilmiş yapıların akustik parametreleri Bswa Impedance Tube ile ölçülmüştür.



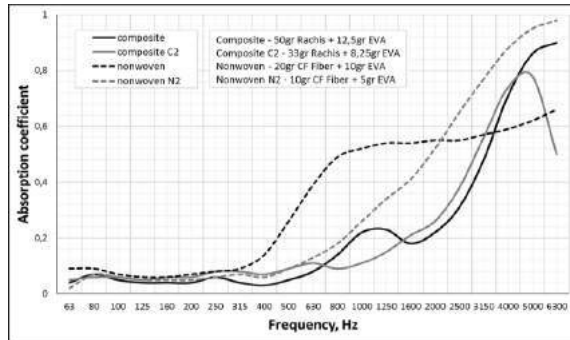
Şekil a: Çekirdeğinde nonwoven katman Şekil b: Çekirdeğinde kompozit katman

Şekil 1. Sandviç yapıların hazırlanma şekilleri.

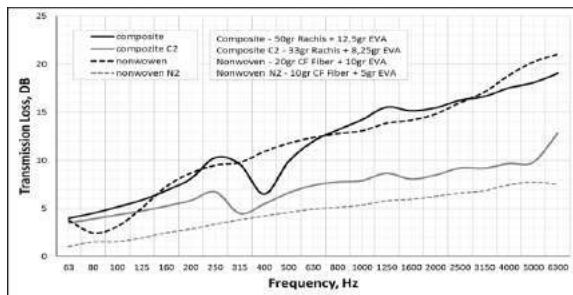
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil2 ve Şekil3'te kullanılan kompozit ve nonwoven; şekil4 ve şekil5'te ise geleneksel ses yalıtım malzemeleri ile üretilmiş yapıların ses yutumu ve ses iletim kaybı eğrilerine göre *composite* kod isimli malzeme *compositeC2*'ye, *nonwoven* kod isimli malzeme ise *nonwovenN2*'ye göre daha iyi akustik değerler göstermiştir.

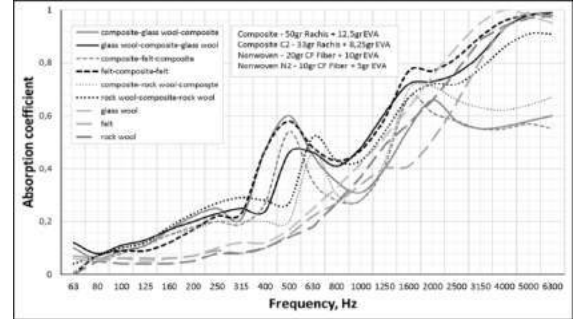
Geleneksel olarak ses yalıtımında kullanılan cam yünü, taş yünü ve keçe gibi materyallerin yüksek frekanslarda ses absorpsiyon katsayısı yüksek olsa da orta ve düşük frekanslarda düşüktür. Bu malzemelerin ses iletim kaybı ise çok daha düşük değerlerdedir. Bu malzemelerin TT sapından ürettiğimiz kompozit malzemelerle desteklenmesi sonucu elde edilen yapıların desteklenmemiş olana göre daha yüksek akustik değerler sergilediği görülmektedir. 3,5cm kalınlığındaki nonwoven-composite-nonwoven yapısı 63-6300Hz frekans aralığında 20-60DB ses yalıtımı sağlamamıştır.



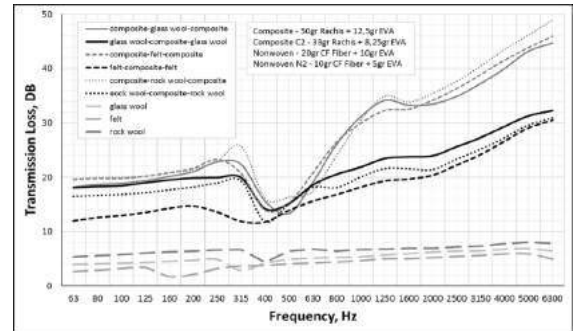
Şekil 2. Ses absorpsiyon katsayısı değerleri.



Şekil 3. Ses iletim kaybı değerleri.



Şekil 4. Geleneksel yalıtım malzemelerinden üretilmiş sandviç yapıların ses yutumu eğrileri.



Şekil 5. Geleneksel yalıtım malzemelerinden üretilmiş sandviç yapıların ses iletim kaybı eğrileri.

GENEL SONUÇLAR

İki katmanlı malzemelerde daha iyi ses yutumu için düşük yoğunluğa veya yüksek gözenekliye sahip katmanın önde olması gerekmektedir.

Çok katmanlı yapılarda katmanların kalınlık, ağırlık, yoğunluk ve gözeneklilik gibi değerleri yanında katmanın yapıdaki yeri de bazı akustik özellikleri etkilemektedir.

Üretilen kompozit, cam yünü, taş yünü, keçe gibi yapıların akustik parametrelerini yükseltmiştir. Veriler TT'den üretilmiş materyallerin, özellikle gözenekli kompozit yapıların ses yalıtım malzemesi olarak kullanımının iyi perspektifler vadettiğini göstermektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Düşük kalınlık ve yüksek ses yalıtım özelliklerine sahip malzeme üretmek amacıyla farklı yapısal özelliklerde tekstil esaslı malzemelerden ve kompozitlerden sandviç yapılar geliştirilecek ve elde edilen verilere dayalı teorik geliştirmeler yapılacaktır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışma T.C Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından FDK-2016-6847nolu proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Davern, W.A. (1977). Perforated facings backed with porous materials as sound absorbers-an experimental study. *Applied Acoustics* 10(2): 85-112
2. Dunn, I.P. & Davern, W.A. (1986). Calculation of acoustic impedance of multi-layer absorbers. *Applied Acoustics* 19(5): 321-334
3. Fatima, S. & Mohanty, A.R.. (2011). Acoustical and fire-retardant properties of jute composite materials. *Applied Acoustics* 72(2): 108-114
4. Koizumi, T.; Tsujiuchi, N.; Adachi, A. (2002). The development of sound absorbing materials using natural bamboo fibers. 2002 WIT Press, Ashurst Lodge, Southampton, SO40 7AA, UK
5. Kucuk, M. & Korkmaz, Y. (2012). The effect of physical parameters on sound absorption properties of natural fiber mixed nonwoven composites. *Textile Research Journal* 82(20): 2043-2053
6. Lee, E.Y. & Joo, C.W. (2004). Sound Absorption Properties of Thermally Bonded Nonwovens Based on Composing Fibers and Production Parameters. *Journal of Applied Polymer Science* 92(4): 2295-2302
7. Li, T.-T.; Wang, R.; Ching-Wen Lou; Jia-Horng Lin. (2012). Acoustic absorption evaluation of high-modulus puncture resistance composites made by recycled selvages. *Textile Research Journal* 82(6): 1597-1612
8. Lin, J.H.; Liao, Y.C.; Huang, C.C.; Lin, C.C.; Lin, C.M.; Lou, C.W. (2010). Manufacturing process of sound absorption composite plank. *Adv Mater Res* 97-101: 1801-1804
9. Lin, J.H.; Lin, C.C.; Huang, C.C.; Lou, C.W. (2011). Manufacturing technique of sound-absorbent PET/TPU composites. *Adv Mater Res* 239-242: 1968-1971
10. Liu, X.J.; Liu, J.L.; Xu, B.J.; Gao, W.D. (2012). Acoustic analysis of multi-layer porous material sound absorbing structure. *J Vibration and Shock* 31(5):106-110
11. Martínez-Hernández, A.L. & Velasco-Santos, C. (2012). Keratin Fibers From Chicken Feathers: Structure and Advances in Polymer Composites. In *Keratin: Structure, Properties and Applications*. Pp: 149-211, Edited by Dullaart, R. & Mousquès, J. Nova Science Publishers, Inc. New York.
12. Nazire, D.Y.; Pamela, B.L.; Nancy, B.P.; Michielsen S. (2011). Effects of porosity, fiber size, and layering sequence on sound absorption performance of needle-punched nonwovens. *J Applied Polymer Science* 121(5): 3056-3069
13. Shahani, F.; Soltani, P.; Zarrebini, M. (2013). Sound Absorption Characteristics Of Needled Nonwoven Fabrics. The International Istanbul Textile Congress 30 May-1 June 2013, Istanbul, Turkey.
14. Shahani, F.; Soltani, P.; Zarrebini, M. (2014). The Analysis of Acoustic Characteristics and Sound Absorption Coefficient of Needle Punched Nonwoven Fabrics. *J Engineered Fibers and Fabrics* 9(2): 84-92
15. Shoshani, Y. & Yakubov, Y. (1999). A model for calculating the noise absorption capacity of nonwovens. *Textile Research Journal* 69(7): 519-526
16. Shoshani, Y. & Yakubov, Y. (2000). Numerical assessment of maximal absorption coefficients for nonwovens. *Applied Acoustics* 59(1): 77-87
17. Tai, K.C.; Chen, P.; Lin, C.W.; Lou, C.W.; Tan, H.M.; Lin, J.H. (2010). Evaluation on the sound absorption and mechanical property of the multi-layer needle-punching nonwoven. *Advanced Materials Research* 123-125: 475-478
18. Thilagavathi, G.; Pradeep, E.; Kannaian, T.; Sasikala, L. (2010). Development of Natural Fiber Nonwovens for Application as Car Interiors for Noise Control. *J Industrial Textiles* 39(3): 267-278
19. Voronina, N. (1996). Improved empirical model of sound propagation through a fibrous material. *Applied Acoustics* 48(2): 121-132
20. Yang, S., Yu, W., D., 2011. Air permeability and acoustic absorbing behavior of nonwovens, *Journal of Fiber Bioengineering and Informatics*, 3(4), 203-207.
21. Zwicker, C. & Kosten, C.W. (1949). Sound absorbing materials. Oxford, UK: Elsevier, 1949

Akrilik İpliklerin Bobinde Boyanmasını Etkileyen Faktörlerin İncelenmesi

YILMAZ Enver¹, KAPLAN Müslüm², FETTAHOV Resul²

¹Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı

²Bartın Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü Sorumlu

yazar: enveryilmaz5454@gmail.com

AMAÇLAR

Bu çalışmada farklı boyama patronlarının akrilik elyafı içeren farklı ipliklerin boyanmasına etkisi incelenmiştir.

GİRİŞ

Tekstil aksesuarları olarak bilinen ve üretim aşamalarında elde edilen yarı mamul ve mamullerin sarılması için kullanılan sarım aracının teknolojik işlemlerinin kaliteli ve verimli biçimde yürütülmesinde önemli yeri vardır. Open End, bobinleme, dublaj makinelerinde kullanılan konik veya silindirik biçimli patronlar bu aksesuarların bir türüdür. Patron genelde sarım yapısının biçimini belirleyen sevkیات, sarılma ve çözülme operasyonlarının normal biçimde gerçekleştirilmesi koşullarını sağlayan bir sarım aracıdır. Bobin boyamada kullanılan patron ise bunun yanında boyama ve terbiye işlemlerinde ipliğe boya iletimini, boyama rejimini ve boyama kalitesini önemli derecede etkileyen bir araç sayılmaktadır. Boyama aracı gibi kullanılan bir tekstil aksesuarı olan boyama patronlarının yapısal özelliklerinin incelenmesi ve değerlendirilmesi üzerine yeterli kadar çalışma yapılmamıştır [1-4]. Bu çalışmada farklı patronların akrilik lifi içeren ipliklerin renk ve fiziksel özellikleri üzerindeki etkisi incelenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Bu çalışma kapsamında, boyama yapmak üç farklı tip iplik seçilmiştir (Tablo 1).

Tablo 1: Çalışmada kullanılan ipliklerin özellikleri

Kod	Elyaf oranı	Numara (Nm)
A	%100 Akrilik	34/2
B	%30 Polyester %70 Akrilik	2,6
C	%50 Pamuk %50 Akrilik	18/2

Akrilik ipliğin boyanmasında boyarmadde olarak katyonik boyama için kullanılan kimyasal maddeler ve yardımcı kimyasallar, polyester iplik kısmı için

dispers boyama için kullanılan kimyasal maddeler ve yardımcı kimyasallar ve pamuk kısmı için reaktif boyama için kullanılan kimyasal maddeler ve yardımcı kimyasallar kullanılmıştır.

Boyanacak iplikleri sarmak için işletmelerde kullanılan farklı yüzey yapıya sahip bir plastik patron ve yeni diskli patron uygulanmıştır. Bu patronlar I ve II şeklinde numaralandırılmıştır (Tablo 2).

Tablo 2: Çalışmada kullanılan boyama patronlarının özellikleri

Kod	Şekli	Yüzey delikli alanı	Patron dış çapı, cm	Yüzey delikli alanı	
				Yararlı yüzey alanı	% delikli alan oranı
I	Silindirik	daire	6,5	0,647	64,7
II	Diskli silindirik	dikdörtgen	7,7	0,813	81,3

Yöntem

I-A ve II-A bobinine %100 34/2 denye numaralı akrilik iplik, I-B ve II-B bobinine %30 polyester %70 akrilik Nm2,6 numaralı karışım iplik, I-C ve II-C %50 pamuk %50 akrilik Nm18/2 numaralı karışım iplik sarılmıştır.

Boyama işlemini gerçekleştirmek için bu patronlara gevşek sarım yapan bobinleme makinesinde %100 akrilik ipliklerden 17 cm çapında, 900-1000 gr ağırlığında ve 0,36 gr/cm³ yoğunluğunda, %30 polyester %70 akrilik karışım ipliklerden 18 cm çapında, 750-800 gr ağırlığında ve 0,24-0,25 gr/cm³ yoğunluğunda ve %50 pamuk %50 akrilik karışım ipliklerden 16 cm çapında, 950-1000 gr ağırlığında ve 0,44 gr/cm³ yoğunluğunda bobinler sarılmıştır. Bundan sonra boyama ve kurutma işlemleri yapılmıştır. Daha sonra ipliğin boyanma kalitesinin değerlendirilmesi için spektrometre cihazında renk değerlerinin ölçümü, sürtme haslığı (Kuru ve Yaş) ve sürtme haslığı ölçümü gerçekleştirilmiştir. Bunun için bobinin iç ve dış çapları da dâhil olmakla 4 farklı çaplarından iplik numuneleri alınarak kâğıt kartona uygun biçimde sarılmıştır. Her çaptan

3 er numune alınmış ve her numuneden 3 er ölçüm yapılarak her çap için ortalama renk, sürtme haslığı, sürtme haslığı (Kuru ve Yaş) değerleri hesaplanmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Daha önceki bölümlerde de belirtildiği gibi bobin boyama kalitesine etki eden en önemli parametrelerden biri patron yapısı olarak bilinmektedir. Bu sebeple farklı yapılarda çeşitli patronlar ile aynı parametreler kullanılarak boyama deneyleri yapılmış ve renk değerleri aralarındaki farklar sayısal sonuçlarla verilmiştir (Tablo 3).

Tablo 3: Farklı patronlardaki renk değişim değerleri ve patron parametreleri

Boyama Patronu		Sarımlı Yoğunluğu gr/cm ³	Bobin Ağırlığı, gr	Ortalama Renk Farklılıkları
Kod	Delikli alan % BO			
I-A	64,7	0,36	922	0,51
II-A	81,3	0,36	964	0,45
I-B	64,7	0,24	806	0,92
II-B	81,3	0,25	776	0,85
I-C	64,7	0,44	960	2,05
II-C	81,3	0,44	996	1,91



Şekil 1: Boyanmış iplikler

Farklı yapılarda çeşitli patronlar ile aynı parametreler kullanılarak boyama deneyleri yapılmış ve sürtme haslığı değerleri aralarındaki farklar sayısal sonuçlarla verilmiştir. Buna göre I ve II nolu patronların A ve B ipliklerinde kullanılması sonucu boyanan ipliklerde sürtme değeri ortalama 5 olurken, IC ve IIC bobinlerinde sürtme haslığı sonucu ortalama 4 olarak ölçülmüştür.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Devam eden çalışmalarda farklı boyama patronlarının sürtme haslığı ve yıkama haslığı üzerinde etkileri analiz edilerek uygun boyama patronu özellikleri belirlenecektir.

KAYNAKLAR

1. Yazır, Esra. Bobin boyama kalitesinin iyileştirilmesi yöntemleri. MS thesis. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2011.
2. Tomruk, Emine. Boyamaya hazırlanan bobinlerin sarım yapısının incelenmesi. MS thesis. Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008.
3. Fettahov, Resul, and İ. K. İ. Z. Yüksel. "Bobin Değiştirme Aparatlarının Çalışma Rejiminin Analizi." Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi 9.1 (2003): 95-101.
4. Brookstein, David S. "Factors associated with textile pattern dermatitis caused by contact allergy to dyes, finishes, foams, and preservatives." Dermatologic clinics 27.3 (2009): 309-322.

Geri Dönüşüm Doğal Liflerin İstiridye Mantarı Üretiminde Kullanımı

SARIHANOĞLU Zelfiye Ece¹, KAPLAN Müslüm², FETTAHOV Resul², UCUN ÖZEL Handan³

¹Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı

²Bartın Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Tekstil Mühendisliği Bölümü

³Bartın Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Çevre Mühendisliği Bölümü

Sorumlu yazar: ecesaruhanoglu57@hotmail.com

AMAÇLAR

Ülkemizde tekstil ürünlerinin tüketiminin çok büyük oranlarda olmasına rağmen, tekstilde geri dönüşüm çalışmaları yetersizdir. Bu çalışma, tekstil atıklarının geri dönüşümü için alternatif bir yöntem oluşturma amacıyla gerçekleştirilmiştir. Çalışmada içinde kimyasal madde bulunmayan pamuklu tekstil atıkları kompostlaştırılarak ıstiridye mantarı üretimi sağlanmıştır. Bu sayede hem tekstil atıklarının değerlendirilmesi hem de çalışmanın yapıldığı Bartın ili için yeni bir ticaret alanı oluşturulması hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Tekstil endüstrisi, hammadde üretimi (suni elyaf) yarı işlenmiş ürün üretimi (iplik, dokuma ve örme kumaşlar ile terbiye işlemleri) ve nihai ürünlerin üretiminde (halı, ev tekstili, giyim ve endüstriyel kullanım için tekstil) tüm üretim döngüsünü kapsayan geniş sayıda alt sektörlerden oluşmaktadır. [1] Tekstil atıkları, tekstil fabrikalarında üretim sürecinde ortaya çıkan atıklar veya tüketicilerin tüketim sonrası çıkan atıklardır. Bu bağlamda, tekstil atıkları, tüketim öncesi ya da tüketim sonrası olarak sınıflandırılır [2]. Ülkemizde bir milyon tondan fazla tekstil atığı ortaya çıkarken bunun önemli bir kısmı geri dönüşüme girmemektedir (Tablo 1). Değerlendirilmeyen 160.000 ton pamuklu tekstil malzemesini üretmek için 380.000 ton kütü pamuk gerekmektedir [3]. Geri kazanımın artırılmasıyla doğal kaynaklarımız korunurken enerji tasarrufu sağlanabilecektir. Ayrıca malzemelerin yaşam ömürlerinin artırılmasıyla ekonomiye katkı sağlanmış olur.

Tablo 1: Tekstil atık türleri ve miktarları [3-4]

Atık türü	Miktarı (ton/yıl)
Üretimden kaynaklanan endüstriyel tekstil atıkları	590.000
Evsel kullanım sonrası ortaya çıkan tekstil atıkları	564.657
Geri Kazanılabılır Nitelikte Tekstil Atığı	1.155.000
Değerlendirilemeyen pamuklu tekstil malzemeleri	160.000

DENEYSEL

Bu çalışma kapsamında mantar üretimi pamuk, saman ve talaş kompost içerisinde, aynı ortamda yetiştirilmiştir ve mantarların gelişimi takip edilmiştir. Mantarlar tohumla üretilmediğinden mantar üretimi değişik tahıl danelerine sardırılmış misellerle gerçekleştirilmiştir. Bu miseller +4 °C derecede saklanmıştır. Kompost pastörize ya da kimyasal yol ile dezenfekte edilmiş ve sıcaklık 20-25 °C düştüğünde misel ekim işlemi yapılmıştır. Öncelikle kompost daha önceden klordioksit ile dezenfekte edilen yere serilmiştir.



Şekil 1: Atık pamuk elyafı içerisinde yetişen mantarlar

Daha sonra kompost %70 nem bulundurana kadar bekletilmiştir. Bekleme işlemi sonrası torbalara 5 cm kompost üzeri misel olacak şekilde doldurulmuştur. Doldurma işlemi sonrası hazırlanan torbalar misel ön gelişme odasına alınır. Bu devre için oda sıcaklığı 20-24 °C, hava nemi ise %80-90 arasında olmalıdır. Oda sıcaklığını bu devre için 27-28 °C geçmemelidir çünkü torbaların iç sıcaklığı +2 derece daha fazladır. Misellerin 30 °C'de büyümesi çok yavaşlar 30 °C üzeri sıcaklıkta ise misellerin ölmesi söz konusudur. Yine aynı şekilde düşük sıcaklıklarda 13 °C'nin altında misel gelişimi yavaşlar ve 0 °C'de ise ölürler. Bu nedenle kompost iç sıcaklığı ve ortam sıcaklıkları devamlı olarak kontrol edilmelidir.

Kültür mantarının bütün yetiştirme periyodu boyunca istediği nemli ortam hastalık ve zararlıların gelişmesine uygundur. Bu yüzden herhangi bir hastalık ya da zararlı görülmeden bile ilaçlama yapılmalıdır. Misel ekimi gerçekleştirilmiş kompostlar karanlık odaya getirilmeden önce oda % 2'lik klor dioksit (ClO₂) ile temizlenerek 1 gün kapalı tutulur ve iyice havalandırılır. Oda girişine paspas veya kireç tozu konulur. Daha sonra kompostlar odaya yerleştirilir. Tüm koşullar yerine getirildiğinde miseller 16-18 gün içerisinde kompostun her tarafını sarar ve kompost renginde değişim gözlenir ve odada mantar kokusu hissedilir. Böylece misel ön gelişme dönemini tamamlamış olur.

Direkt olarak gelen güneş ışığı mantarın kalitesini bozar, yapraklarında çatlaklar ve lekeler oluşmasına sebep olur. Misel gelişimi tamamlanmış kompostlara 1 cm² büyüklüğünde delikler açılır. Daha sonra sıcaklığı 16-18 derece olan odaya alınarak beyaz ışık veren floresan lamba ile günde 8-10 saat arası mantar gelişmesi takip edilir (Şekil 1). 5-7 gün içerisinde ilk mantar taslakları görülmeye başlanır ve 5-6 gün sonra ilk ürünler hasat edilebilir.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Bu çalışmada saman, talaş ve pamuk kompost içerisinde yetiştirilen mantarlarının gelişimi incelenmiş ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Buna göre pamuk kompost içerisinde bulunan mantarların en kısa sürede yetiştiği gözlemlenmiştir. Saman kompost içerisinde yetişen mantarların azot-protein değerlerinin ihmal edilebilecek oranda daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca saman, talaş ve pamuk kompostların içerisinde yetişen mantarların tadında belirgin bir tat farklılığı tespit edilmemiştir. Böylece atık doğal liflerin istiridye mantarı üretiminde kullanılabileceği gösterilmiştir. Çalışmamızın konusu olan istiridye mantarı sağlık, ekonomi, lezzet açısından yetiştirilmesi ve tüketilmesi gereken, maliyeti düşük bir mantar türüdür. Gerekli ortam şartları sağlandığında hem tekstil atıklarının değerlendirilmiş hem de

ülkemizde yeni bir ticaret alanının oluşması beklenmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Devam eden çalışmalarda farklı kompostlarda yetiştirilen mantarların üretim takibi devam edecek ve analizlerin detaylandırılacaktır.

KAYNAKLAR

1. <http://www.csb.gov.tr/db/ippc/icerikbelge/icerikbelge1160.doc>, Son ulaşım tarihi:31.01.2018
2. Buket Turak, İbrahim Üçgöl. Tekstil Katı Atıklarının Geri Dönüşümü ve Yalıtım Malzemesi Olarak Değerlendirilmesi. . 2015; 3(3): 39-48
3. Caner Urhan, Uşak Ticaret Ve Sanayi Odası Tekstil Üretim Ve Kullanım Atıklarının Geri Kazanımı, Ekonomik Etkileri, 05.02.2015
4. Türkiye'de tekstil ve hazır giyim atık miktarı ve geri kazanım imkanları Prof. Dr. Şule Altun Bursa Teknik Üniversitesi Doğa Bilimleri Mimarlık Mühendislik Fakültesi

Kompozit Malzemelerin Üretiminde Kullanılan Sargı Yapısının İncelenmesi

MAHMUDOVA Nigar, FARZALİYEV Mazahir

Azerbaycan Devlet İktisat Üniversitesi, Teknoloji Makinalar ve Donanımlar

Bölümü Sorumlu yazar: maxmudova.nigar@mail.ru

AMAÇLAR

Bu çalışmanın amacı tekstil işletmelerinde ve kompozit malzeme üretiminde kullanılan çapraz sarımlı bobinlerin önemli sarım yapı parametrelerinin teorik incelenmesidir. Ayrıca bobinin sarım katlarında iplik dolanımlarının yerleşim durumu, kat kalınlığı, katta bulunan iplik uzunluğu, kat sıklığı ve diğer parametrelerin tespiti amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Kompozit malzemeler günümüzde sanayinin hemen hemen tüm alanlarında kullanılan en yaygın materyallerden biridir. Kompozit malzemeler farklı yöntemlerle üretilebilmektedir. Bu yöntemler arasında en yaygın olanı tabaka yapılı kompozitlerin üretimi yöntemidir [1]. Bunlardan biri de son zamanlarda gelişmekte olan farklı biçimli tüplere (konik, silindirik ve diğer karmaşık yüzeyli) iplik sarmakla istenen boyutlarda elde edilen sargılardan veya bu sargıların açılımından oluşturulan tabakalı matrislerin kullanımı yöntemidir [2].

Gerek kompozit materyallerin gerekse de tekstil işletmelerinde kullanılan bobin, masura gibi sargıların oluşumu genelde çapraz sarma yöntemiyle gerçekleştirilmektedir. Kullanım amacına göre bu sargıların önemli parametreleri sarım yoğunluğu, sarılan iplik uzunluğu, sarım katlarında ipliklerin yerleşim durumu ve katların kalınlığıdır. Bu konularda çok sayıda teorik ve deneysel çalışmalar yapılmış ve bobinin kalitesinin iyileştirilmesi doğrultusunda önemli pratik sonuçlar elde edilmiştir [3-5].

Bobinin sarım yapısında sarım katı kalınlığının uygun cihazlarla doğrudan ölçülebilmesi imkânsız olduğundan gerek kat kalınlığı gerekse de kat oluşumu üzerine birçok araştırmacılar teorik incelemelerine dayanarak farklı görüşler ortaya koymuşlardır [4]. Bu çalışmalarda sarım katının tanımlanması konusunda ve kalınlığının belirlenmesi için birbirinden farklı denklemler önerilmiştir [6,7]. Ancak bunlar teorik açıdan önemliyse de, pratik uygulamalarda istenen sonuca ulaşmakta yeterli bulunmamaktadır.

Bu çalışmada bobinde ipliğin sarılma koşulları dikkate alınarak sarım katında iplik uzunluğu, dolamlar arasındaki mesafe ve bir katta bulunan dolam sayılarını teorik olarak hesaplama yöntemi geliştirilmiştir.

SİLİNDİRİK BOBİNDE SARIM YAPI PARAMETRELERİNİN TESPİTİ

Belirtildiği gibi sarım yapısının en önemli parametresinden biri sarım katı ve onun özelliğidir. Bobinin sarım katı, iplik gezdiricinin gidiş gelişleri sırasında sarılan çapraz dolamlardan oluşan bir sarım parametresidir. Elementar ve dolgun olarak iki tür sarım katı tanımlanmaktadır [4]. Elementar kat, iplik gezdiricinin bir gidiş sırasında bobine sarılan dolamlardan ibaret seyrek bir sarım katıdır (Şekil 1a). Dolgun kat ise elementar katın dolamları arasındaki boşluğun sonradan sarılan dolamlarla doldurulmasından elde edilen kattır (Şekil 1b). Sarım katlarının ve onların açılımından elde edilen figürler Şekil 1 de gösterilmiştir.

Yapı teorik araştırmalar sonucu bobinin kullanım açısından aşağıda sunulmuş önemli sarım parametreleri tespit edilmiştir.

Bobinde sarım katı kalınlığı

$$\delta = (D - D_0) / 1,5d_i$$

Bobinde bulunan dolgun katlarının sayısı;

$$m_k = (D - D_0) / 2 \delta$$

Bobinin her hangi bir D_x çapında bir katın oluşumu için iplik gezdiricinin gereken gidiş gelişlerin sayısı;

$$\kappa_{or} = 2\delta L / [(D - D_0) l_i]$$

Bobinin her hangi bir D_x çapı için katta sarılan iplik uzunluğu

$$L_q = 10^5 \pi D_x \delta \rho l_i \sin \alpha / (2T)$$

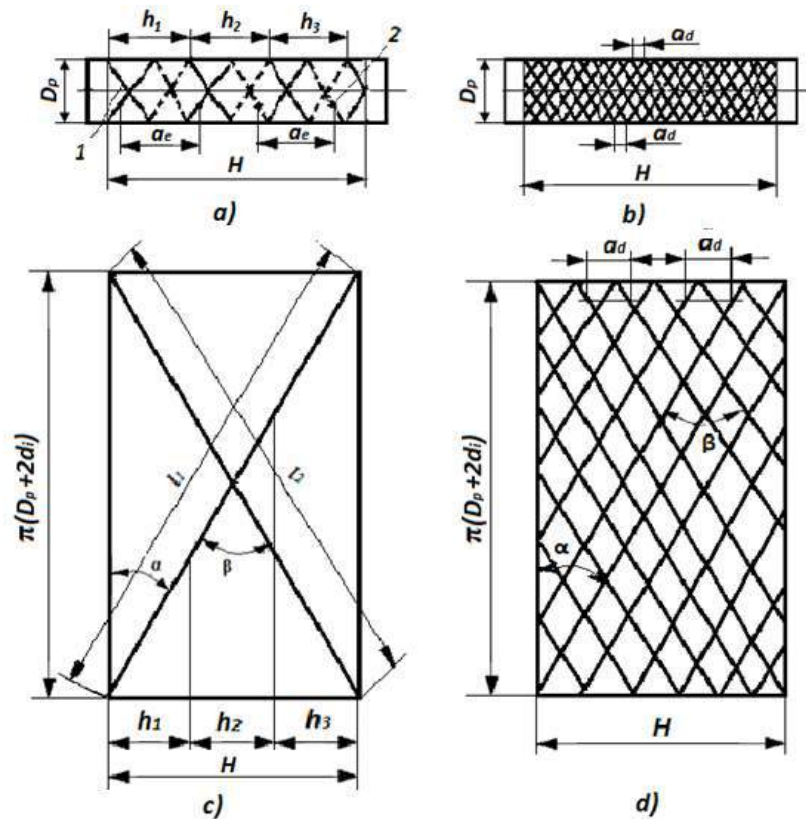
Dolgun katta dolamlar arasındaki mesafe

$$a = 10^{-4} \sqrt{T} / (C \rho \cos \alpha)$$

Bobinin genişliği boyunca bir dolgun katın sıklığı

$$k = H / (d_i + a)$$

Şekil de ve denklemlerde D -bobinin dış çapı, D_0 -bobinin iç çapı, d_i -sarılan ipliğin çapı, δ - sarım katının kalınlığı, l_i - iplik gezdiricinin bir gidiş geliş sırasında bobine sarılan ipliğin uzunluğu, ρ - sarım yoğunluğu, α - ipliğin sarılma açısı, T - ipliğin doğrusal sıklığı (tex cinsinden numarası), a - dolgun katın dolamları arasındaki mesafe, H - bobinin genişliğidir.



Şekil 1: Silindirik bobinde sarım katları *a*- elementar sarım katı, *b*- dolgun sarım katı, *c*- elementar katın açılımı, *d*-dolgun katın açılımı.

SONUÇLAR

Tekstil işletmelerinde ve kompozit malzemelerin yapımında kullanılan çapraz sarım yapısı teorik olarak incelenerek ilk defa dolgun sarım katı kavramı ortaya atılmış ve onun parametrelerinin tespiti metodu önerilmiştir. Bu metottan yararlanarak istenen parametrelerle kullanım amacına göre sarım yapısının tasarımı yapılabilmektedir.

KAYNAKLAR

1. Adem Onat. 2014 Kompozit Materyaller. Ders Notu. Sakarya
2. Панин И.Н. 1996 .«Разработка и исследование структур текстильных паковок специального назначения». Дисс. док. техн. Наук – М.МТИ им А.Н.Косыгина
3. Гордеев В. А. Волков П.В., 1974 Ткачество. Москва, Изд. ЛИ, , 620 ст.
4. Ефремов Е.Д 1982 Основы теории наматывания нити на паковку, Москва, «Легкая и пищевая промышленность»
5. Прошков А Ф. 1986 Механизмы раскладки нити. М. Легпромбытиздат, 248 с.
6. Лазаренко В.М, 1957 О толщине слоя и плотности намотки пряжи Труды ЛТИ им. С.М. Кирова, № 9, с.117.

COOH ile Fonksiyonelleştirilmiş Karbon Nanotüp Katkılı Termoplastik Tabanlı Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması

DEMİRCAN, Özgür

Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü,
Samsun

ozgur.demircan@omu.edu.tr

AMAÇLAR

Kompozit malzemeler düşük yoğunluklu ve çok fonksiyonlu özelliklerine sahip oldukları için havacılık, savunma sanayii, biyomedikal uygulamalar, elektronik iletişim antenleri, hava araçlarının dış yüzeyleri gibi parçalarda kullanılabilirler. Bu projenin amacı otomotiv endüstrisi için karışım fiberli takviye malzemeler kullanarak termoplastik kompozitleri baskılı kalıp yöntemiyle üretmek ve karboksille (COOH) ile fonksiyonelleştirilmiş Karbon Nanotüpleri (KNT)'leri kompozitlere takviye etmeden önce ve ettikten sonra termoplastik kompozitlerin mekanik özelliklerini araştırmaktır.

GİRİŞ

Nano malzemelerin kullanımı, kompozit malzemelerin özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir. Yüksek mukavemet, modül, yüzey hacim oranı ve hafifliği ile Karbon Nanotüpler (KNT)'ler kompozitler için ideal bir nano malzeme takviyesi olarak kullanılabilmektedir. Bu güçlü nano parçacıklar, otomotiv endüstrisi için yeni nesil termoplastik matriksli kompozit malzemeler için özellikle daha caziptir.

Literatürde bir araştırmada COOH ile fonksiyonelleştirilmiş Karbon Nanotüp (KNT) takviyeli poli trimetil teraftalat nanokompozitlerin hazırlanışı ve karakterizasyonu üzerine bir araştırma yapılmıştır¹. Buna göre ağırlıkça 0.3% oranında nano malzeme takviyesi nanokompozitin çekme dayanımı ve modülüsünü en fazla oranda arttırmıştır.

Çok Duvarlı Karbon Nano Tüplerle (ÇDKNT) takviye edilen Polipropilen (PP) nanokompozitlerin mekanik özellikleri literatürde araştırılmıştır. Literatürde PP matriksli termoplastik polimerlere değişik oranlarda KNT eklenmiş araştırmalar yapılmıştır.

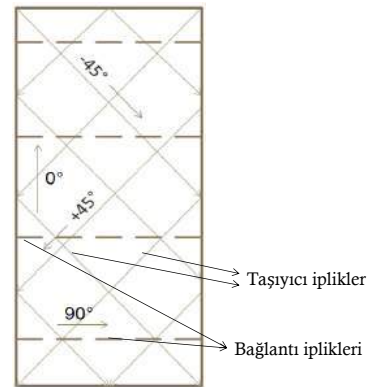
Değişik oranlarda (%0, 0.5, 1, 1.5 ve 2) hazırlanan ÇDKNT'lerin PP polimere eklenmesiyle üretilen polimer nanokompozitin mekanik özelliklerinin iyileştiği görülmüştür. En iyi iyileşme %1.5 oranında ÇDKNT eklenmesiyle ortaya çıkmış ve çekme dayanımı, tokluk ve Young modülüsü değerlerinin sırasıyla %141, 287 ve 108 oranlarında artması sağlanmıştır².

Literatürde PP matriksli termoplastik polimerlere değişik oranlarda KNT eklenmiş araştırmalar olmasına rağmen Düşük Erime Noktalı Polietilen Tereftalat (LPET) matriksli termoplastik polimerlere katılmış COOH ile fonksiyonelleştirilmiş KNT'lerle ilgili araştırmalara rastlanmaması seçilen konunun özgünlüğünü oluşturmaktadır.

DENEYSEL

Malzeme

ÇDKNT'ler Ege Nanotek Kimya Sanayi Ltd. Şti., İzmir firmasından tedarik edilmiştir. E cam fiberlerinden ve LPET matriks fiberlerinden oluşan karışım fiberleri içeren takviye kumaşları $\pm 45^\circ$ açılarda çift eksenli fiberler içeren kıvrımsız kumaşlardır.



Şekil 1. LPET matriksli ve E camlı $\pm 45^\circ$ açılarda çift eksenli fiberler içeren kıvrımsız kumaş yapısı

Ve Metyx, İstanbul firmasından tedarik edilmiştir (Şekil 1).

ÇDKNT'ler karboksille modifiye edilmiş (COOH-ÇDKNT) ve daha sonra COOH-ÇDKNT etanolle karıştırılarak çözelti oluşturmuştur. Yüzeylerine COOH-ÇDKNT püskürtülmüş LPET matriksli ve E camlı takviye malzemeleri MSE, Kocaeli firmasından tedarik ettiğimiz 50 ton kapasiteli sıcak baskı makinasında termoplastik kompozit olarak üretilmişlerdir.

Yöntem

KNT'nin COOH ile modifiye edilmesi:

KNT'nin polimerlere daha sıkı bağlanabilmesi için COOH ile modifiye edilmiş KNT'nin kullanılması bu araştırmamızda planlanmıştır. Modifiye edilme prosesinde izlenmiş aşamalar şu şekildedir:

110 (ağırlıkça %0,09) mg ham ÇDKNT + konsantre H₂SO₄ ve HNO₃ ultrasonik bir banyoda 40°C 3 saat sonike edilmiştir. Karışım oda sıcaklığında soğutulduktan sonra, karboksilli ÇDKNT'lere (COOH-ÇDKNT), 300 ml soğuk deiyonize (DI) su ilave edilerek 0,05 µm gözenek boyutuna sahip filtre kağıdı yardımı ile süzölmüştür. Süzöntü nötr (pH 7.0) olana kadar DI su ile yıkanmıştır. Filtre kağıdı üzerinde elde edilen numune 8 saat 80°C'de numune içerisinde kurutulmuştur³. Vukovic'in çalışmasından farklı olarak yaptığımız araştırmada 110 mg ham ÇDKNT kullanmak yerine, 1000 mg ham ÇDKNT kullanılmıştır. Çünkü çok az miktarda kullanılan ham ÇDKNT ile yapılan ön fonksiyonelleştirme çalışmalarında filtre kağıdının üzerinde yeterince fonksiyonelleştirilmiş ÇDKNT olmadığı görülmüştür.

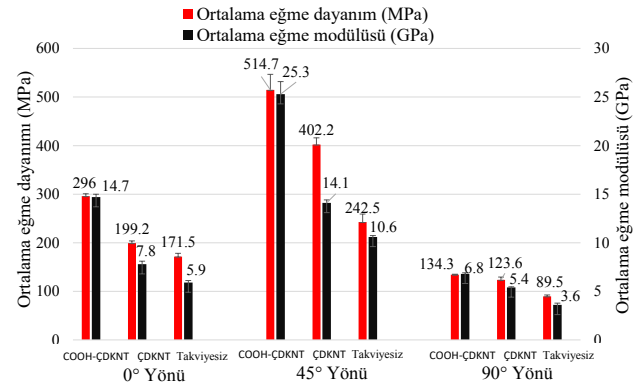
Deneyin ilk aşamasında, cam fiberlerinden ve Düşük Erime Noktalı Polietilen Tereftalattan (LPET) oluşan karışım fiberleri içeren takviye kumaşları içeren kompozitler sıcak baskı makinesi ile belirlenen sıcaklık ve basınç ile imal edildi. Daha sonra, karışım fiberleri ihtiva eden takviye kumaşlar, püskürtme yöntemi kullanılarak COOH-ÇDKNT'ler ile kaplanmıştır. COOH-ÇDKNT'ler ağırlıkça %0.9 yüzdesinde kullanılmıştır. Daha sonra, aynı çeşit karıştırılmış fiberleri kullanarak, fakat bu sefer üzerlerine püskürtme ile COOH-ÇDKNT'ler entegre edilmiş takviye kumaşları içeren kompozitlerin üretildiği bir deney yapıldı. Elde edilen kompozit malzemelerin mekanik özellikleri (üç-nokta eğme testleri) Ondokuz Mayıs Üniversitesi (OMÜ) Merkezi Laboratuvarında (KİTAM) bünyesinde bulunan INSTRON 5982

100KN Eğme Testi ile tayin edilmiştir. Eğme testleri için kompozit malzeme numuneleri Şekil 1'de gösterildiği gibi üç farklı yönde (0°, 45° ve 90°) hazırlandı ve test edildi.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Tablo 1'de ÇDKNT⁴, COOH-ÇDKNT takviyeli ve nano malzeme takviyesiz termoplastik kompozit malzemelerin eğme testi sonuçları (eğme dayanımı-eğme modülüsü) gösterilmektedir. Tüm numunelerde 45° yönündeki test sonuçları (eğme dayanımı ve eğme modülüsü) en yüksek çıkmış, 0° ve 90° yönündeki sonuçlar 45° yönündeki sonuçları takip etmektedir.

Tablo 1. ÇDKNT⁴, COOH-ÇDKNT takviyeli ve nano malzeme takviyesiz termoplastik kompozit malzemelerin eğme testi sonuçları/eğme dayanımı-eğme modülüsü



45° yönündeki ağırlıkça %0.9 oranında COOH-ÇDKNT eklenmiş numunelerin eğme modülüsü ve eğme dayanımı değerleri (25.3 GPa ve 514.7 MPa) ağırlıkça %0.9 oranında ÇDKNT içeren (14.1 GPa ve 402.2 MPa) ve KNT takviyesiz (10.6 GPa ve 242.5 MPa) numunelere göre daha yüksek çıkmıştır.

COOH-ÇDKNT eklenmiş numunelerin eğme modülüsü ve eğme dayanımı değerleri nano malzeme takviyesiz numunelere göre %58 ve %53 oranlarında yüksek çıkmıştır. COOH-ÇDKNT eklenmiş numunelerin eğme modülüsü ve eğme dayanımı değerleri ÇDKNT eklenmiş numunelere göre %44 ve %22 oranlarında yüksek çıkmıştır.

45° numuneleri 0° ve 90° numunelerine göre daha yüksek mekanik özellik göstermiştir. 45° numunelerinde eğme testi numunesinin boyuna kesiti yönünde taşıyıcı elyaflar olduğu için (Şekil 1), 45°

numuneleri diğer yönlerdeki numunelere (0° ve 90°) göre yüksek mekanik özellik göstermiştir. 0° ve 90° numunelerinde taşıyıcı elyaflar eğme testi numunesinin boyuna kesitinde $\pm 45^\circ$ açılarda kompozit numunesinde yerleşmiş olduklarından dolayı mekanik özellikleri 45° numunelerine göre daha düşük çıkmıştır. 90° numunelerinde bağlantı elyafları eğme testi numunesinin boyuna kesiti yönünde yönlenmiş ve 0° numunelerinde ise bağlantı iplikleri eğme testi numunesinin boyuna kesiti yönüne dik yönde yönlenmişlerdir. 0°'nin 90°'ye göre yüksek mekanik özellik göstermesi 0° numunelerindeki bağlantı ipliklerinin taşıyıcı elyafları 90°'ye göre daha fazla farklı noktalardan bir arada tutmasıyla açıklanmıştır.

COOH-ÇDKNT eklenmesiyle en iyi sonuçların elde edilmesinin nedeni COOH-ÇDKNT'lerin solüsyonda en optimum olarak karışmasından ve kumaşa püskürtülmesiyle polimer ile reçine arasındaki yük transferini iyileştirmesinden kaynaklanmaktadır. Literatürde de pek çok araştırmada az oranında ÇDKNT'nin polimerlere eklenmesiyle en optimum mekanik özelliklerin elde edilmesi nedeniyle elde ettiğimiz sonuçların literatürdeki diğer araştırmalarla da uyumlu olduğunu göstermiştir.

GENEL SONUÇLAR

Tüm numuneler arasında 45° yönünde eğme testi yapılan numunelerde test sonuçları (eğme dayanımı ve eğme modülüsü) 0° ve 90° numunelerine göre daha yüksek çıkmıştır. Ayrıca, COOH-ÇDKNT eklenmiş numunelerin eğme modülüsü ve eğme dayanımı değerleri diğer COOH takviyeli ve nano malzeme takviyesiz numunelere göre daha yüksek oranlarda çıkmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Sonraki dönemde üretilecek termoplastik kompozitlere düşük hızlı çarpma testleri yapılması planlanmıştır.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma OMÜ BAP ofisi tarafından PYO.MUH.1901.16.001 numaralı proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

[1] Szymczyk, A., Roslaniec, Z., Zenker, M., García-Gutiérrez, M.C., Hernández, J.J., Rueda, D.R., Nogales, A. ve Ezquerro, T.A. 2011. "Preparation and characterization of nanocomposites based on COOH functionalized multi-walled carbon nanotubes and on

poly(trimethylene terephthalate)", EXPRESS Polymer Letters Vol.5, No.11, 977–995.

[2] Yang, B.X., Shi J.H., Pramoda, K.P. ve Goh, S.H. 2008. "Enhancement of the mechanical properties of polypropylene using polypropylene-grafted multiwalled carbon nanotubes", Composites Science and Technology, 68, 2490-2497.

[3] Vuković, G., Marinković, A., Obradović, M., Radmilović, V., Čolić, M., Aleksić, R. and Uskoković, P. 2009. "Synthesis, characterization and cytotoxicity of surface amino-functionalized water-dispersible multi-walled carbon nanotubes", Applied Surface Science, 255, 8067-8075.

[4] Al-darkazali, A., Inanc, I. and Demircan O. 2017. "Effect of Integration of Carbon Nanotubes (CNTs) on the Mechanical Properties of Thermoplastic Composites", 3rd Joint Turkey-Japan Workshop on Polymeric Composite Materials (<http://tjc3.sabanciuniv.edu/home>), Kyoto/Japan.

Bazalt ve Cam Fiber Takviyeli PA 6.6 Matriksli Termoplastik Kompozit Malzemelerin Mekanik ve Termal Özelliklerinin Araştırılması

ÇELİK, Uğur, KADIOĞLU, Kemal¹, DEMİRCAN, Özgür^{1,2}

^{1,2}Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Samsun

²Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Samsun
ozgur.demircan@omu.edu.tr

AMAÇLAR

Kompozit malzemeler, düşük yoğunluklu ve çok fonksiyonlu özelliklere sahip oldukları için havacılık, savunma sanayii, biyomedikal uygulamalar, otomotiv sanayii, elektronik iletişim antenleri, hava araçlarının dış yüzeyleri gibi parçalarda kullanılabilirler. Bu araştırmayla motorlu araçlarda hava emme manifoldunda kullanılabilecek bazalt ve cam fiber takviyeli PA 6.6 matriksli termoplastik kompozit malzemelerin geliştirilmesi, mekanik performansının belirlenmesi ve kıyaslanması hedeflenmiştir.

GİRİŞ

Kompozit malzemelerde elyaf kullanımı sertlik, mukavemet, E- modülüsü, ısı iletkenlik gibi yapısal özelliklerin iyileştirilmesini sağlar. Bazalt elyaflar kompozit malzemelerde yüksek mukavemet, yüksek elastisite modülüsü, yüksek ısı dayanımı ve düşük yoğunluk özelliklerini sağlar. Bu güçlü özelliklere sahip bazalt elyaflar ısı dayanımının istendiği kompozit malzemelerde avantaj sağlar¹. Bazalt elyaf E-cam elyafı üretimi ile karşılaştırıldığında borik asit gibi katkıları kullanılmadan sadece ufalanmış bazalt kayaları ile üretim yapıldığından daha temiz ve çevreci bir imalat söz konusudur. Otomotiv sanayinde motorların hava giriş manifoldlarında kullanılan termoplastik kompozit malzemelerde yüksek yalıtımı ve hava tutma özelliği istendiğinden PA 6,6 matriksli bazalt ve cam elyaf katkılı termoplastik kompozit malzemelerin üretimi ve geliştirilmesi yaptığımız bu araştırmayla hedeflenmiştir.

Cam ve bazalt elyaf katkılı termoplastik ve termoset kompozit malzemelerin özellikleri literatürde araştırılmıştır. Literatürde termoset bir malzeme olan izoftalik polyester reçine, iki çeşit sürekli elyaf E-camı ve iki çeşit sürekli bazalt elyafla takviye edilmiştir².

Üretilen kompozit malzemelere fiziksel ve mekanik testler uygulanarak özellikleri saptanmış ve elyaf türlerinin birbirine göre üstünlükleri tespit edilmiştir. Sonuç olarak bazalt elyaf çeşitlerinin E-camı elyaf çeşitlerine göre daha iyi özellikler gösterdiği görülmüştür. Bu sonuca ulaşmada kullanılan elyafların çap ve yoğunluğu da önemli olmuştur. Başka bir yapılan araştırmada da bazalt fiberlerin beton yapıların dayanıklılığını arttırdığı gösterilmiştir³.

Literatürde belki çok az sayıda bazalt ve cam fiber takviyeli PA 6.6 matriksli termoplastik kompozit malzemelerle ilgili araştırmalar yapıldığı ve bu malzemelerin araçlarda motor manifoldu olarak kullanılabileceği bir araştırmaya hemen hemen pek rastlanmadığı görülmüştür. Bu araştırmayla motorlu araçlarda hava emme manifoldunda kullanılabilecek bazalt ve cam fiber takviyeli PA 6.6 matriksli termoplastik kompozit malzemelerin geliştirilmesi, mekanik ve termal performansının belirlenmesi ve kıyaslanması hedeflenmiştir.

DENEYSEL

Malzeme

Kırılmış bazalt elyaf (12 mm boyunda) ve kırılmış cam elyaf (12 mm boyunda) Dost Kimya Hammaddeler Sanayi ve Tic. Ltd. Şti/ İstanbul'dan tedarik edilmiştir. Poliamid 6.6 (granül) reçine Hazar Plastik Sanayi ve Tic. Ltd. Şti/ İstanbul'dan tedarik edilmiştir.

Kırılmış bazalt elyaf ve cam elyaf ayrı ayrı PA 6.6 granül reçine ile harman edilerek 50 ton basınç uygulama kapasitesine sahip manuel sıcak presleme cihazı ile kompozit plakalar halinde üretilmiştir (Şekil 1).



Şekil 1. Kırılmış bazalt elyaf (resimde sol alt) ve cam elyaf (resimde sağ alt) takviye edilmiş PA matriksli kompozit plakalar.

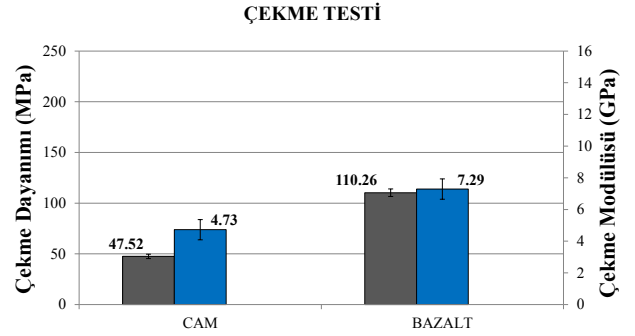
Yöntem

Deneyin ilk aşamasında bazalt elyaf takviyeli ve cam elyaf takviyeli kompozit plakalar sıcak baskı makinası ile belirlenen sıcaklık ve basınçta imal edildi. Bazalt elyaf ve cam elyaf takviyeli kompozit plakalarda birbirine yakın elyaf hacim oranı elde edebilmek için 100 gr PA 6.6 içine 200 gr cam elyaf ve 100 gr PA 6.6 içine 170 gr bazalt elyaf eklenmiştir. Ve üretilen kompozitlerin elyaf hacim oranları yakma testiyle yaklaşık olarak %50 hesaplanmıştır. Elde edilen kompozit malzemelerin mekanik özellikleri (çekme testleri ve üç-nokta eğme testleri) Ondokuz Mayıs Üniversitesi (OMÜ) Merkezi Laboratuvarında (KİTAM) bünyesinde bulunan INSTRON 5982 100KN ile tayin edilmiştir. Isıl analiz özellikleri Ondokuzmayıs Üniversitesi (KİTAM) Bünyesinde bulunan Termogravimetrik analiz (TGA) cihazında test edilmiştir. Çekme testi numuneleri üretilen plakalardan kesme makinesi ile 20mm x 190mm boyutlarında kesilmiştir. Üç-nokta eğme testi numuneleri üretilen plakalardan kesme makinesi ile 80mm x 15mm boyutlarında kesilmiştir. Her bir plakadan 3 adet çekme ve eğme testleri için numuneler alınmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

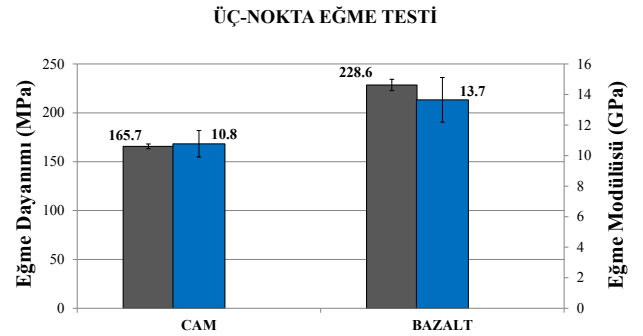
PA 6,6 matriksli cam elyaf ve bazalt elyaf takviyeli termoplastik kompozit plakalardan alınan çekme numuneleri test edilmiştir. Şekil 2’de görüldüğü gibi cam elyaf katkılı kompozit plakanın çekme modülüsü ve mukavemeti değerleri 4,7 GPa ve 47,5 MPa, bazalt elyaf katkılı plakanın çekme modülüsü ve mukavemeti

değerleri 7,3 GPa ve 110,3 MPa hesaplanmıştır. Elde edilen değerlere göre bazalt elyaf katkılı kompozit plakanın çekme modülüsü ve dayanımı, cam elyaf katkılı kompozit plakaya göre daha yüksektir.



Şekil 2. PA 6,6 matriksli bazalt elyaf ve cam elyaf takviyeli kompozit malzemelerin çekme testi sonuçları

Üretilmiş olan bu plakalardan alınan numunelere üç-nokta eğme testi yapılmıştır. Şekil 3’de görüldüğü gibi bazalt elyaf takviyeli kompozit plakanın üç-nokta eğme testi sonucunda eğme modülüsü ve mukavemeti değerleri 13,7 GPa ve 228,6 MPa, cam elyaf takviyeli kompozit plakanın eğme modülüsü ve mukavemeti değerleri 10,8 GPa ve 165,7 MPa hesaplanmıştır. Bazalt elyaf takviyeli kompozit plakanın eğme modülüsü ve mukavemeti, cam elyaf katkılı kompozit plakaya göre daha yüksektir.

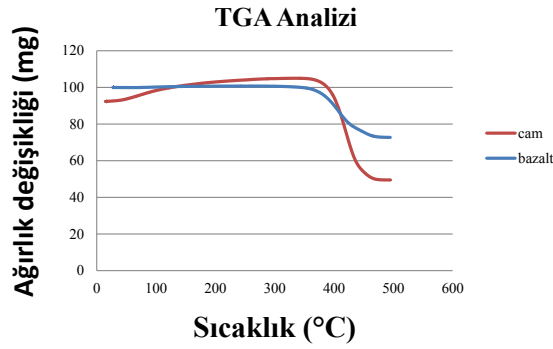


Şekil 3: PA 6,6 matriksli bazalt elyaf ve cam elyaf takviyeli kompozit malzemelerin üç-nokta eğme testi sonuçları

Cam elyafın çekme mukavemet değeri 3400 MPa, bazalt elyafın ise çekme mukavemet değeri 4840 MPa dır. Bu nedenle, aynı elyaf hacim oranında üretilen bazalt elyaf ve cam elyaf takviyeli kompozit malzemelerde bazalt elyaf takviyeli kompozit malzeme içinde bulunan bazalt elyaflar cam elyaflara göre daha

mukavemetli oldukları için yapılan çekme ve üç-nokta eğme testlerinde bazalt elyaf takviyeli kompozit malzemeler cam elyaf takviyelilere göre daha mukavemetli çıkmışlardır.

Yine bu plakalardan alınan numunelere Termo gravimetrik Analiz (TGA) yapılmıştır (Şekil 4). Bu analiz sonucunda bazalt elyaf takviyeli kompozit numunenin ağırlığı belli bir süre sabit kalmış sonrasında sıcaklıkla birlikte azalma göstermiştir. Cam elyaf takviyeli kompozit numune başlangıçta ağırlığı artmış, sonrasında sıcaklık etkisiyle azalma göstermiştir. Sıcaklık değeri arttıkça bazalt elyaf takviyeli kompozit numunesinin ağırlığı, cam elyaf takviyeli kompozit numunenin ağırlığından daha yüksek olduğu saptanmıştır. Bu grafik sonucunda sıcaklık etkisine karşı bazalt elyaf takviyeli kompozit numunenin dayanımının, cam elyaf takviyeli kompozit numunesine göre daha yüksek olduğu görülmüştür.



Şekil 4: Bazalt elyaf takviyeli ve cam elyaf takviyeli kompozit malzemenin termogravimetrik analizi sonucu sıcaklıkla birlikte ağırlık değişimi

GENEL SONUÇLAR

Bazalt elyaf takviyeli kompozit malzemenin cam elyaf takviyeli kompozit malzemeye göre mekanik özellikleri ve ısıl dayanımı daha yüksektir. Uzun süreli sıcaklık etkisi altında çalışan hava emme manifoldlarının motora ilettiği hava içerisindeki oksijenin sıcaklıktan etkilenmemesi gerekir. Isıl dayanımı yüksek olması sebebiyle bazalt elyaf takviyesinin kompozit malzemelerde tercih sebebi olabilir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Bu çalışma TÜBİTAK 2209-A Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programları tarafından 1919B011603621 numaralı proje ve OMÜ BAP ofisi

tarafından PYO.MUH.1901.16.001 numaralı proje ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Czigany, T. 2005. "Special manufacturing and characteristics of basalt fiber reinforced hybrid polypropylene composites: Mechanical properties and acoustic emission study", Composites Science and Technology sayı:66
- [2] Baydar, D.G., Bekem, A., Boğu, M., Gemici, Z., Ünal, A. 2012. "Production and characterization of continuous e-glass fiber reinforced polypropylene composites" ,Journal of Engineering and Natural Sciences Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi, 120-132.
- [3] Sim, J., Park, C., Moon, D.Y. 2005. "Characteristics of basalt fiber as a strengthening material for concrete structures", Composites: Part B 36, 504–512.

Yenilikçi Liflerden Elde Edilen Tekstil Yapılarının Sanal Giysi Simülasyonlarındaki Termal Konfor Modellemesi

Güney, Sertaç¹, Keşkekçi, Burak², Üçgül, İbrahim¹

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

²Süleyman Demirel Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Mekatronik Mühendisliği Bölümü
sertacguney@sdu.edu.tr

AMAÇLAR

Birçok araştırmacı yaptığı teorik ve uygulamalı araştırmalarla, lif ve iplik özelliklerinin termal konforu belirleyen kumaş ve giysi özelliklerine etkilerini incelemişlerdir [1]. Yenilikçi lif ve polimer yapıları ile termal konfor iyileştirilebilmektedir. Bu çalışmada, bu tür yapıların sanal giysi simülasyonlarındaki termal konfor modellemesinde kullanılabilecek ve yazılıma adapte edilebilecek bir termal direnç ölçüm cihazı tasarlanmış ve laboratuvar şartları altındaki objektif ölçümler ile karşılaştırarak uygulanabilirliği ve geçerliliği incelenmiştir.

GİRİŞ

Üç boyutlu giysi simülasyon programları, hızla gelişen teknoloji ile birlikte, kişisel kullanımdan profesyonel tasarımlara kadar tekstil tasarımının ve pazarlamasının bir parça halini almıştır. Bu programlar müşteriler tarafından satın alma kararı vermeden önce, üreticiler tarafından çok sayıda tasarımın değerlendirilerek ürünlerin pazara hızlı bir şekilde sunulmasında, müşteri memnuniyetini geliştirmede, hedef müşterileri hakkında daha fazla bilgi edinmede ve müşterinin vücuduna uygun tasarlanmış giysilerin sağlanmasında bir pazarlama aracı olarak kullanılırlar [2-3]. Yazılımların büyük bir kısmı görsel tasarıma odaklanırken, bazı büyük yazılım şirketleri (Lectra, Optitex, Gerber vb.) görsel modellemenin yanı sıra kumaş davranışlarını da doğru bir şekilde simüle etmek adına programlarını geliştirmeye çalışmaktadırlar. Kumaşın mekaniksel ve fiziksel özellikleri, programların giysi davranışını yansıtabilmesinde büyük önem taşımaktadır. Yazılım üreticileri, kumaşın mekanik özelliklerini test eden özel ölçüm sistemlerinin (KESF, FAST vb.) maliyetli olmasından dolayı, kendi ölçüm cihazlarını geliştirmeye başlamışlardır. V-Stitcher ve Optitex yazılım programları gerekli kumaş verilerinin elde edilmesi için kendi ölçüm aletlerini geliştirmişlerdir [4].

Jess (2013), çalışmasında iki farklı test sisteminden elde edilen kumaş objektif ölçüm sonuçlarının 3D sanal giysi simülasyonuna etkisini incelemiştir. Giysi simülasyon programı olarak V-Stitcher (Browzwear) programı, kumaş özelliklerinin test edilmesinde V-Stitcher test kiti ve FAST sistemi olmak üzere iki farklı sistem kullanılmıştır. Sonuç olarak her iki test sisteminin 3D giysi simülasyon programında uyum

gösterdiği sonucuna ulaşılmıştır. Ayrıca FAST sisteminin streç kumaşların ölçümünde bazı sınırlamalar gösterdiğini belirtmiştir [4].

Gürsoy ve arkadaşları (2016), çalışmalarında prototip ürün dikilerek ölçüleri alınan manken üzerinde gerçek provası yapılmış ve 3 boyutlu sanal giysi programı olan Browzwear V-Stitcher'da oluşturulan manken üzerine giydirilerek sanal provası gerçekleştirmişlerdir. Sanal prova ve gerçek provanın birbiri ile uyumluluğu uzman görüşlerine dayalı olarak değerlendirmişlerdir. Araştırma sonuçlarında, üretilen giysinin sanal prova sonuçlarının gerçek prova sonuçları ile çok uyumlu olduğu tespit edilmiş, sanal provanın giyim üretim süreçlerinde kullanılabileceği vurgulanmıştır [5].

Güney ve Üçgül (2017), çalışmasında streç kumaşların hem sanal giysi simülasyonuna ait Browzwear Kumaş Test Seti (Browzwear Fabric Test Kit) hem de laboratuvar şartlarında ölçüm cihazları ile (Mukavemet cihazı ve eğilme direnç test cihazı) esneme dayanımlarını ve eğilme dirençlerini test etmişlerdir. Sonuçların karşılaştırmasında, test kiti ile objektif kumaş ölçüm değerleri arasında istatistiksel bir uyumun olduğunu belirtmişlerdir [6].

Literatür çalışmaları incelendiğinde kumaş mekanik ve fiziksel özelliklerinin yazılıma tanımlanarak yapılan simülasyonların büyük oranda sanal gerçekçilik sağladığı görülmüştür. Ancak giysi konforunun en önemli parçalarından birisi olan termal konfor modellenmesi şüna kadar yazılımlara adapte edilmemiş ve kullanılmamıştır. Çalışmamız, vücudu saran sportif giysilerin (compression sports wear) sanal giysi simülasyonlarındaki termal konforunun tahminlenmesinde kullanılması üzerine bir araştırmayı ve hızlı, kullanım dostu ölçüm sağlayacak bir ölçüm cihazının tasarlanmasını içermektedir.

DENEYSEL

Malzeme

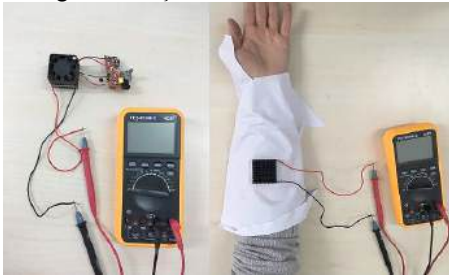
Bu çalışmada farklı elastan oranlarına sahip on iki streç kumaş, tasarlanan ölçüm cihazı ile termal direnç karşılaştırması için kullanılmış olup, kumaşların fiziksel ve yapısal özellikleri Tablo 1' de gösterilmiştir.

Tablo 1. Kumaşları fiziksel ve yapısal özellikleri

No	Kompozisyon	Kumaş Yapısı	Ağırlık (g/m ²)	Kalınlık (mm)
1	%82 PES %18 Elastan	Atkılı Örne	155	0,41
2	%80 PES %20 Elastan	Çözümlü Örne	250	0,46
3	%80 PA %20 Elastan	Çözümlü Örne	210	0,64
4	%85 PA %15 Elastan	Çözümlü Örne	240	1,33
5	%83 PES %17 Elastan	Çözümlü Örne	280	1,23
6	%75 Pamuk %25 Elastan	Atkılı Örne	200	0,49
7	%80 PES %18 Elastan	Atkılı Örne	300	0,59
8	%82 PA %18 Elastan	Çözümlü Örne	180	0,57
9	%80 PA %20 Elastan	Çözümlü Örne	240	0,78
10	%84 PA %16 Elastan	Çözümlü Örne	180	0,49
11	%80 PA %20 Elastan	Çözümlü Örne	240	0,65
12	%85 PES %15 Elastan	Çözümlü Örne	230	0,48

Yöntem

Kumaşların, laboratuvar şartları altında kondisyonlanarak Alambeta test cihazı ile termal direnç ölçümleri yapılmıştır. Aynı kumaşlar laboratuvar şartları altında ön kol üzerine konarak test cihazı ile ısı akışına bağlı olarak elektriksel voltaj değişimi gözlemlenerek termal direnç ve çıkış voltajı arasındaki ilişki incelenmiştir. Ölçüm ünitesi, oda sıcaklığına soğutma ünitesi ve ön kol ölçüm prensibi Şekil 1' de gösterilmiştir.



Şekil 1. Ölçüm kiti ve ön kol termal direnç ölçüm prensibi

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

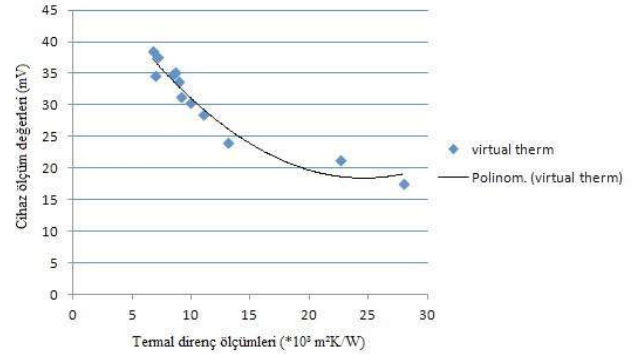
Kumaşları laboratuvar şartları altındaki termal direnç ölçümleri Tablo 2' de gösterilmiştir.

Tablo 2. Kumaşların termal direnç ölçümleri (*10³ m²K/W)

Kumaş No	1	2	3	4	5	6
Termal Direnç	8,4 (0,07)	6,74 (0,20)	9,04 (0,20)	27,88 (0,55)	22,56 (0,56)	10,96 (0,25)

Kumaş No	7	8	9	10	11	12
Termal Direnç	9,84 (0,48)	8,9 (0,14)	13,02 (0,21)	7,1 (0,23)	8,54 (0,19)	6,92 (0,17)

Kumaşların tasarlanan cihazdan alınan ölçüm sonuçları ile termal direnç arasındaki ilişki aşağıdaki grafikte gösterilmiştir.



Şekil 2. Termal direnç ve ölçüm cihazı sonuçları arasındaki ilişki

GENEL SONUÇLAR

Kumaş ısı geçişinin pratik bir şekilde önkol testi ile elektriksel değerlere dönüştürülerek ölçümlendirmesi sonucu elde edilen veriler ile Alambeta test cihazı ile ölçülen termal direnç ölçüm sonuçları arasında anlamlı bir ilişkinin olduğu tespit edilmiştir. Ancak cihazın geliştirilerek standart bir ölçüm protokolu kazandırılması gerekmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Ölçüm cihazı sonuçlarının sanal giysi simülasyonuna entegrasyonu , termal kamera analizleri ve subjektif giyim denemeleri ile desteklenerek sağlanması planlanmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] Öner, E. ve Okur, A., (2017), Materyal, üretim teknolojisi ve kumaş yapısının termal konfora etkileri, Tekstil ve Mühendis, Sayı:80, 20-29.
- [2] Bond, T., (2008), Computerised Pattern Making in Garment Production. Advances in Apparel Production, Woodhead Publishing Ltd. Cambridge, England, 140- 153s.
- [3] Istook, C. L., (2008), Three Dimensional Body Scanning to Improve Fit. Advances in Apparel Production, Woodhead Publishing Ltd. Cambridge, England, 94- 116s.
- [4] Power, J., (2013), Fabric objective measurements for commercial 3D virtual garment simulation, International Journal of Clothing Science and Technology, Cilt. 25, No. 6, 423-439s.
- [5] Gürsoy, F., Doğan, S. ve Kılınc, N., (2016), Comparison of the try-ons of a garment produced from Rize Fabric (Feretiko) in actual and virtual environments. 7. Uluslararası İstanbul Tekstil Konferansı (BEZCE 2016), 21- 23 Mart 2016, İstanbul.
- [6] Güney, S. ve Üçgül, İ., (2017), Sanal giysi simülasyonunda kumaş mekanik özelliklerini ölçen cihazların ölçüm değerlerinin istatistiksel kıyaslanması, Tekstil ve Mühendis, 24 (107), 213-219.

İplikte Splays (Splice)Düğüm Performansı Üzerine Farklı Lif Cinslerinin ve Farklı Düğümleme Metotlarının Etkisinin Araştırılması

UYANIK, Seval¹, MERKEPÇİ Mehmet², Asuman KANBER³

¹Gaziantep Üniversitesi, ²Gaziantep Üniversitesi, ³Bursa Teknik Üniversitesi

uyanik@gantep.edu.tr

AMAÇLAR

Çalışma kapsamında çeşitli liflerle %100 ve karışım olarak elde edilen ring ipliklerinin havalı splays, sulu splays ve twin disk olarak 3 farklı düğümleyicide düğüm performanslarının incelenmesi ve lif cinsi açısından optimum düğümleme metodunun ortaya konulması amaçlanmıştır.

GİRİŞ

İplik üretiminde bobinleme işlemi sırasında çok sayıda iplik kopuşu meydana gelmektedir. Bu kopuşların haricinde istenilen iplik kalitesine ulaşabilmek için belirlenen değerlerin dışına çıkıldığında iplik temizleyiciler tarafından kesmeler yapılmaktadır. Her iki durumda da kopan veya kesilen ipliğin düğümlenerek bobinleme işlemine devam edilmesi gerekmektedir. Ancak iplikte yapılan düğümün kalitesi iplik performansı açısından çok önemlidir. Kopan iplik uçlarının iyi bir şekilde düğümlenmediği durumlarda iplik kopma mukavemeti ve uzaması düşmekte ve bu da kumaş üretimi sırasında makinelerde çok fazla kopuşa ve sonuçta randıman düşüklüğüne sebep olmaktadır. Ayrıca düğüm yerlerinin görünümü de iplik kalitesine tesir eden diğer bir husus olarak ortaya çıkmaktadır. Düğüm yerlerinde meydana gelen tüylenmeler, kumaş üretiminde kopuş artışı ve randıman kaybının yanı sıra kumaşta tüylülüğün artarak görünümün bozulmasına neden olmaktadır. Söz konusu problemler farklı düğümleme metodlarının geliştirilmesini sağlamıştır.

Günümüz bobin makinelerinde havalı splays (splice), sulu splays ve twin disk olarak adlandırılan üç farklı düğümleme sistemi mevcuttur. Halen en çok kullanılan düğümleme sistemi ilk geliştirilen sistemlerden biri olan havalı splays düğümlemesidir. Diğer sistemler ise uygulamada henüz yeterince bilinmemekte ve dolayısıyla az kullanılmaktadır.

Splays düğüm, bobin makinelerinde splays düğüm aparatı kullanılarak yapılan düğümdür. Kesik iki ucun hava yardımı ile açılması ve uçlar 3-4 cm üst üste konularak ve hava, su veya ısı yardımı ile birbiri üstüne dolandırılarak birleştirilmesi ile gerçekleştirilir¹.

Twin disk düğümleme sisteminde, dişliler vasıtasıyla zıt yönde döndürülen metal diskler üzerine giydirilen halka şeklindeki kauçuk büküm yüzeyleri kullanılarak düğümleme yapılır. Kopan iplik uçlarının önce bükümü açılır, daha sonra lif sakalı şeklindeki iplik uçları üst üste bindirilir ve tekrar bükülürler. Bu yöntemin avantajları, havanın veya herhangi bir başka malzemenin bulunmaması ve sonuçların tekrarlanabilir olmasıdır².

Konu ile ilgili bazı çalışmalar ise kısaca özetlenmiştir. Yıldırım¹ yüksek lisans tezinde, işletmede büyük kalite kayıplarına neden olan splays düğüm görüntüsünün iyileştirilmesi üzerine çalışmıştır. Çalışma ile yün ipliklerine özel havalı splays düğüm değerlendirme kartı oluşturulmuştur. Gürkan Ünal³ ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, farklı lif özelliklerinde, farklı numara ve büküm değerlerindeki ipliklerin hava ile düğümleme sonrasında, maksimum mukavemet ve uzama sağlanabilmesi için uygun düğüm ayarlarının tespit edilmesine çalışılmıştır. Nawaz⁴ ve arkadaşları, doğal ve sentetik karışumlu ipliklerde düğüm bölgesinin mukavemet özelliklerinin sentetik lif oranı arttıkça iyileştiğini tespit etmişlerdir. Hassen² ve arkadaşları ile Taşkın⁵ ve arkadaşları yapılan çalışmalarda düğümleme mekanizması tipinin düğüm bölgesinin özelliklerini değiştirdiği, su püskürtmeli düğüm yapan mekanizmanın düğüm bölgesinin mukavemet ve görünüm özelliklerini iyileştirdiği bulunmuştur.

DENEYSEL

Malzeme

Ne 30 numara %100 penye pamuk, %100 viskon, %50-50 penye pamuk-modal, %50-50 penye pamuk-polyester, %65-35 penye pamuk-polyester hammaddeli olarak üretilen örme ve dokuma ring iplikler kullanılmıştır.

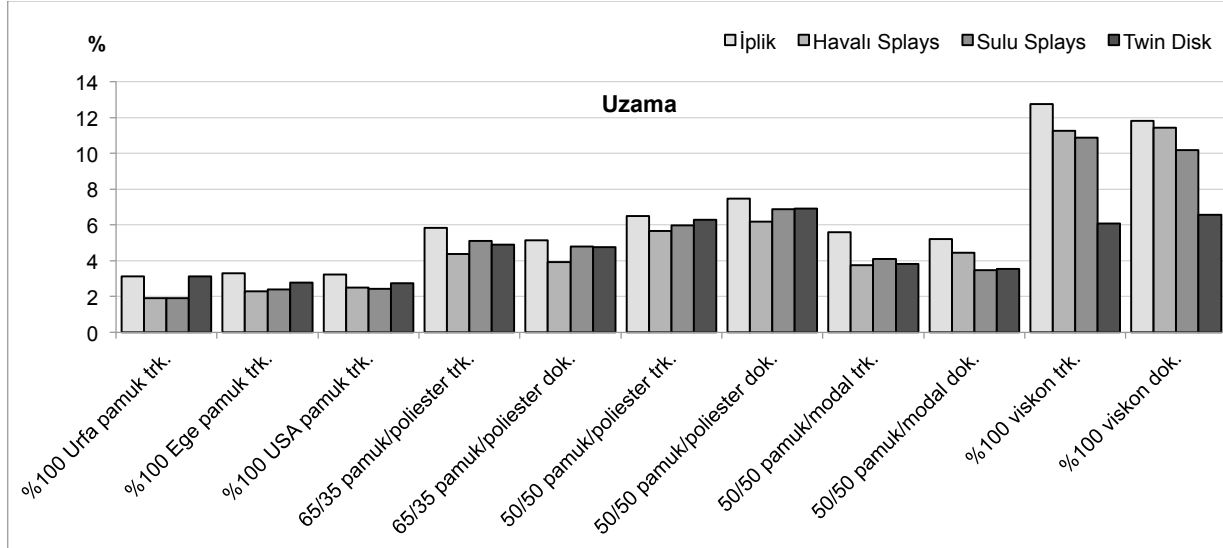
Yöntem

Belirlenen ipliklerin MESDAN Splice Scanner test cihazında ilk aşamada iplik kopma mukavemeti ve uzaması ölçülmüştür. İkinci aşamada ise SAVIO bobin makinesinde 1'er göz havalı splays, sulu splays ve twin disk düğümleyiciler takılarak söz konusu

ipliklere belirli aralıklarla düğüm yaptırılmış ve yapılan her bir düğümün anında mukavemet ve uzaması test cihazı ile ölçülmüştür. Her bir iplik için iplik kopma mukavemeti ve uzaması ile farklı düğümleyicilerde yapılan düğümlerin mukavemet ve uzamasının tespitinde 10'ar ölçüm yapılmıştır.

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1 ve 2'de sırasıyla ipliklerin düğüm öncesi ve her bir düğümleyici sonrası kopma uzaması ve mukavemeti değerleriyle oluşturulan düğüm performans grafikleri verilmiştir.



Şekil 1. İpliklerin düğüm öncesi (iplik) ve düğüm sonrası kopma uzaması

Şekil 1'de verilen grafikten %100 pamuk ipliklerde genel olarak düğüm öncesi kopma uzamasına göre tüm düğümleyiciler için düğüm sonrası kopma uzaması değerlerinin düştüğü görülmektedir. Ancak söz konusu düşmeler havalı ve sulu splays düğümlene tekniklerinde belirgin şekilde fazla ve birbirine oldukça yakın değerlerde iken twin disk düğümlene tekniğinde ise daha düşük değerlerdedir. Pamuk/poliester karışımı ipliklerde, düğüm öncesine göre düğümlene sonrası kopma uzaması değerlerinin düştüğü; en fazla düşmenin havalı splays düğümlenmede olduğu; sulu splays ile twin disk arasındaki düğüm sonrası kopma uzaması farkının az olduğu; ipliklerdeki poliester lif oranının artmasıyla düğümlene öncesi ve sonrası kopma uzaması değerlerinin arttığı gözlenmektedir.

Pamuk/modal karışımı ipliklerde de diğer ipliklerde olduğu gibi tüm düğüm tipleri için düğümlene öncesine göre kopma uzaması değerlerinin düştüğü; ancak örme ipliği için düğümlene tipleri arasında belirgin bir değer farkı olmadığı; dokuma ipliği için ise sulu splays ve twin disk düğüm kopma uzaması değerlerinin birbirine yakın ve havalı splays düğüm kopma uzaması değerinden daha düşük olduğu izlenmektedir.

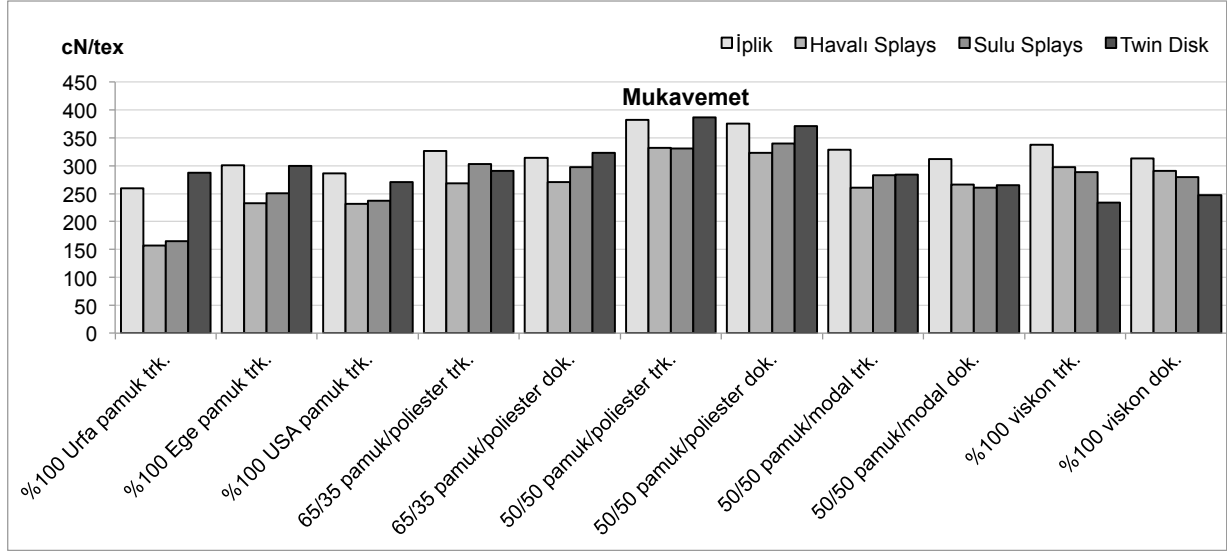
%100 viskon ipliklerde ise diğer ipliklerden farklı olarak düğüm öncesine göre tüm düğümlene tiplerinde düğüm kopma uzaması değerleri düşmesine

rağmen twin disk düğüm uzama değerlerinin diğer düğüm tiplerinden oldukça düşük olduğu; ayrıca havalı splays düğüm uzama değerlerinin sulu splays düğüm uzama değerlerinden daha yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Düğüm öncesi (iplik) ve sonrası kopma mukavemeti değerlerinin gösterildiği grafikten (Şekil 2) %100 pamuk ipliklerde havalı ve sulu splays düğümleyiciler için düğüm sonrası kopma mukavemeti değerlerinin oldukça düştüğü; değerlerin birbirine yakın olmasına rağmen genel olarak sulu splays düğümlenmenin biraz daha yüksek olduğu; twin disk düğümleyicide ise mukavemetin pek düşmediği hatta düğüm öncesi kopma mukavemetinden yüksek olduğu görülmektedir.

Pamuk/poliester karışımı iplikler için %100 pamuk ipliklerinde olduğu gibi havalı ve sulu splays düğümleyicilerde belirgin düşme olduğu ve sulu splaysın havalı splaysa göre daha iyi olduğu, twin disk düğümleyicide ise düğüm öncesine göre daha yüksek kopma mukavemeti olduğu gözlenmiştir.

Pamuk/modal karışımı ipliklerde ise düğüm sonrası kopma mukavemeti değerlerinin tüm düğümleyicilerde düştüğü; örme ipliği için havalı splays değerinin sulu splays ve twin diske göre daha düşük olduğu, dokuma ipliği içinse kopma mukavemeti değerlerinin hemen hemen aynı olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 2. İpliklerin düğüm öncesi (iplik) ve düğüm sonrası kopma mukavemeti

Kopma uzamasında olduğu gibi diğer ipliklerden farklı olarak %100 viskon ipliklerde tüm düğümleyici tipleri için düğüm sonrası kopma mukavemeti değerlerinin düştüğü, söz konusu kopma mukavemeti değerlerinin yüksekten düşüğe sırasıyla havalı, sulu ve twin disk şeklinde gerçekleştiği görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR

%100 pamuk ve pamuk içeren karışım ipliklerde twin disk düğümleyiciler en iyi düğüm performansını gösterirken %100 viskon ipliklerde en kötü performansı sergilemiştir.

%100 pamuk ve pamuk/poliester karışımı ipliklerde düğüm öncesi ile kıyaslandığında düğüm sonrası kopma mukavemeti ve uzaması, havalı ve sulu splays düğümleyicilerde düşerken twin disk düğümleyicide düşmeyip aksine bir miktar artmıştır.

Pamuk/modal karışımı ipliklerde düğüm sonrası kopma mukavemeti ve uzaması açısından sulu splays ve twin disk düğümleyicilerde birbirine yakın değerler gözlenirken havalı splays ile aralarında farklar ortaya çıkmıştır.

%100 viskon ipliklerde düğüm performansı iyiden kötüye doğru sırasıyla havalı splays, sulu splays ve twin disk şeklinde gerçekleşmiştir. Özellikle havalı splays ve sulu splays düğüm performansları birbirine daha yakın iken twin diskte yapılan düğümlerin performansı söz konusu düğümleyicilere göre oldukça düşük çıkmıştır.

İpliklerin örme veya dokuma ipliği olmalarının ise düğüm performansı üzerine net bir etkisi tespit edilmemiştir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleriki çalışmalarda aynı liflerle farklı iplik numaralarında veya farklı liflerle çalışmanın

tekrarlanması faydalıdır.

TEŞEKKÜR

Çalışma kapsamındaki ring ipliklerin üretimini yapan SELÇUK İPLİK İŞLETMELERİ ve düğüm performans testlerinin gerçekleştirilmesini sağlayan ŞİRECİ TEKSTİL İŞLETMELERİ'ne teşekkür ederim.

KAYNAKLAR

1. Yıldırım, M., 2016. "Splays Düğüm Kalitesinin İyileştirilmesi" Yüksek Lisans Tezi, Namık Kemal Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, 91 sayfa.
2. Hassen, M.B., Jaouachi, B., Sahnoun, M., Sakli F., 2008. "Mechanical Properties and Appearance of Wet-Spliced Cotton/Elastane Yarns", Journal of Textile Institute 99(2):119-123pp. En
3. Gürkan Ünal, P., Özdi, N., Taşkın, C., Şenol, M.F., 2010. "Farklı Harmanlardan Üretilen Pamuk İpliklerinde Uç Birleştirme Bölgesinin Mukavemet ve Uzama Özelliklerinin Tahminlenmesi", Tekstil ve Konfeksiyon, (2): 109-114.
4. Nawaz M., Farooq A., Tosief M., Shahbaz B., 2005, "Effect of Some Splicing Variables upon Strength Characteristics of Polyester/Cotton Blended Yarns", Journal of Agriculture & Social Sciences, 1(1):35-37pp.
5. Taşkın, C., Baykaldı, B., Gürkan P., 2004. "Elastan Karışımlı İpliklerin Bobinlenmesinde İplik Uç Birleştirme (Splicing) İşlemini Etkileyen Parametrelerin İncelenmesi", TÜBİTAK TAM Projesi:2004-04.

Gizli Isı Depolama Özellikli Yağ Alkollerinin Mikrokapsülasyonu

ÖZKAYALAR, Simge¹, ALAY AKSOY, Sennur¹

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta

sennuralay@sdu.edu.tr

AMAÇLAR

Çalışmada, n-dodekanol tekstil materyallerine aplike edilebilecek gizli ısı depolama maddesi olarak mikrokapsüllenmiştir. Amaç mikrokapsül duvar yapısında amin grupları olan, yüksek ısı depolama özellikli katı-sıvı faz değişim maddesi üretmektir.

GİRİŞ

Faz değiştiren maddeler (FDMler), ortam sıcaklığı maddenin erime sıcaklığına ulaştığında, erime prosesleri boyunca ortamdaki gizli ısı soğurken, tam tersi durumda ise katılaşma süreci boyunca depoladığı bu ısıyı ortama geri verirler. FDMler yüksek ısı depolama kapasiteleri nedeniyle termal enerji depolama malzemesi olarak kullanılırlar.

Literatürde faz değişim maddesi olarak genellikle parafinlerin, nadiren de yağ alkollerinin mikrokapsüllendiği görülmektedir. Yağ alkolü olarak n-dodekanol yağ alkolünün in situ ve miniemülsiyon polimerizasyonu ile mikrokapsülasyonu ile ilgili çalışmalar dikkat çekmektedir (Yu vd., 2009; Chen vd., 2012a,b). Bu çalışmada ise n-dodekanol emülsiyon polimerizasyonu metodu ile (poli(metil metakrilat-ko-metakrilamid) duvar içerisine mikrokapsüllenmiştir.

DENEYSEL

MALZEME

Çekirdek madde olarak n-dodekanol, duvar polimer sentezi için metil metakrilat ve metakrilamid monomerleri, yüzey aktif madde olarak triton X 100, başlatıcı olarak amonyum persülfat, tersiyerbütill hidroperoksit, demirsülfat, sodyumtiyosülfat reaktif maddesi ve çapraz bağlayıcı olarak etilenglikol dimetakrilat kullanılmıştır.

YÖNTEM

Mikrokapsül üretimi emülsiyon polimerizasyonu metodu ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmada mikrokapsül üretim süreci tek aşamalı ve iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiş ve süreçte yapılan modifikasyonun mikrokapsül özelliklerine etkisi araştırılmıştır. İki aşamalı üretiminin ilk aşamasında sadece metil metakrilat monomer ile duvar yapı oluşturulurken ikinci aşamada metil metakrilat metakrilamid monomeri ile kopolimerleştirilmiştir. Üretilen mikrokapsüllerin kimyasal yapıları FT-IR, morfolojileri TEM, ısı depolama/yayma özellikleri DSC ve ısıl kararlılıkları TGA analizi ile belirlenmiştir.

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Mikrokapsüllerin yapılarındaki n-dodekanol varlığı ve sentezlenen polimer/kopolimer duvar yapısı FT-IR analizi, küresel mikrokapsül morfolojisi ve mikrokapsül duvar/çekirdek yapısı TEM analizi ile tespit edilmiştir. DSC analizine göre, mikrokapsüller tek aşamalı ve iki aşamalı üretim için sırasıyla 19 °C'de 159 J/g ve 155 J/g ısı depolarken, 18 °C'de 157 J/g ve 150 J/g ısı yaymaktadır. TGA analiz sonuçlarına göre mikrokapsüllerde ilk bozunmanın 130 °C'de başladığı ve iki aşamalı bozunmanın gerçekleştiği belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Bu çalışma Süleyman Demirel Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü 4958-YL2-17 nolu Projesi ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- Chen, C., Chen, Z., Zeng, X., Fang, X., Zhang, Z. 2012. Colloid Polymer Science, 290:307–314.
Chen, Z.H., Yu, F., Zeng, X.R., Zhang, Z.G. 2012. Applied Energy, 91, 7-12.
Yu, F., Chen, Z.H., Zeng, X.R. 2009. Colloid Polymer Science, 287:549–560.

PLA Crosslinking via E-Beam Irradiation

SPINELLI, D¹, GIUSTI, L¹, VAN DER SCHUEREN, L², BUYLE, G², BARATTO, MC³, POGNI, R³

¹Next Technology Tecnotessile, Via del Gelso, Prato, Italy– Email: chemtech@tecnotex.it

²Centexbel Textile Research Center, Technologiepark-Zwijnaarde 7, 9052 Gent, Belgium

³Department of Biotechnology, Chemistry and Pharmacy, University of Siena, Via A. Moro 2, 53100 Siena, Italy

AIM

This study examines the effect of electron beam irradiation on mechanical properties of PLA fibers for self-reinforced composites. This challenge is being tackled within the H2020 project BIO4SELF which aims at fully biobased SRPCs.

INTRODUCTION

PLA finds interesting industrial applications and different researchers have investigated diverse strategies to increase its mechanical properties. In order to solve PLA common drawbacks (low maximum utilization temperature and its relative large brittleness), it is possible to design self-reinforced PLA composites¹. These are composites with PLA reinforcement fibers in a PLA matrix.

Electron beam processing effectively and efficiently creates useful changes in material properties and performance², such as polymer crosslinking and chain scission.

EXPERIMENTAL

Material and Method

Based on literature, three compounds were selected as crosslinking agents to be added to high T_m PLA during the extrusion process in order to promote radical reactions under E-Beam irradiation. Different PLA filaments were produced adding 3% of crosslinking agent and exposed to electron beam irradiation dose range 10–100 kGy.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

For all the treated samples a significant increase of elastic modulus and decrease in tenacity and strain starting from 20 kGy were observed. The maximum irradiation dose was defined at 100 kGy according to the increased fragility of the material reached at this value. The effectiveness of the crosslinking process has been proven by the modulus increase from 8 GPa to 13 GPa.

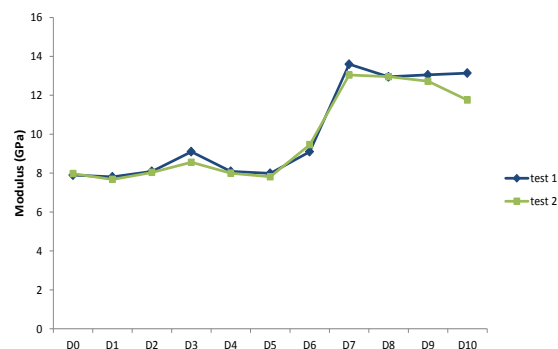


Figure 1. Modulus of PLA filaments containing TMPTA as with crosslinking agent as a function of dose range.

Electron paramagnetic resonance (EPR) has been applied to characterize the radicals formation after the irradiation treatment for PLA monofilaments with and without crosslinkers (Figure 2). Analyzing these EPR spectra showed that among the various crosslinkers tested TMPTA is the most effective.

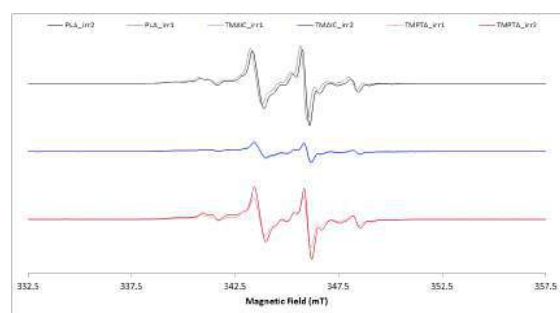


Figure 2. EPR spectra of PLA monofilaments with and without crosslinkers (treated with a dose of 30 kGy; spectra have been recorded in duplicate).

CONCLUSIONS

Radiation treatment to increase the stiffness of PLA filaments was successful: with the aid of a selected crosslinking additive, the modulus could be elevated from ca 8-9 GPa to ca. 13-14 GPa.

SUGGESTIONF FOR FURTHER WORK

In the next months, focus will be given to approaches how to make the yarn less brittle after the radiation treatment (e.g. via the introduction of plasticisers).

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

This project has received funding by the H2020 Seventh Framework Programme of the European Union under grant agreement n° 685614 (BIO4SELF).

LITERATURE

¹Kmetty Á, Bárány T, Karger-Kocsis J. 2010. “Self-reinforced polymeric materials: A review”, Progress in Polymer Science, Vol 35, 1288-1310.

²Mansouri, M et al. 2016. “Effects of electron beam irradiation on thermal and mechanical properties of poly(lactic acid) films”, Polymer Degradation and Stability, Vol. 133, 293-302.

Farklı Tiplerde Politetrafloretillen Membranlarla Lamine Edilmiş Kumaşların Özellikleri

KARA, Şükran, YEŞİLPINAR, Sevil

Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Buca, İzmir
sukran.kara@deu.edu.tr

AMAÇLAR

Politetrafloretillen (PTFE) membranlar, lamine edildikleri kumaşlara su geçirmez-nefes alabilir özellik kazandırmakta ve klasik kumaşların katma değerini artırmaktadır. Bu çalışmanın amacı, ticari olarak kullanılan farklı tiplerde PTFE membranlarla lamine edilmiş kumaşların mekanik ve geçirgenlik özelliklerinin karşılaştırılmasıdır.

GİRİŞ

PTFE; kimyasallara ve ısıya karşı yüksek dayanımı, inertliği, stabilitesi ve hidrofobik yapısı ile bilinen bir polimerdir. PTFE polimeri, tekstil alanında lif, kaplama polimeri ve laminasyon filmi formunda kullanım alanı bulmaktadır^{1,2}. PTFE membranlara; iki yönlü germe çekme işlemi yapılarak gözenekli mikroyapı kazandırılmaktadır^{1,3}.

PTFE membranlar, zayıf yapılarından dolayı destekleyici bir zemin kumaşa lamine edilerek kullanılmaktadır. PTFE-kumaş kompozit yapıları; askeri giysilerden spor giysilerine kadar çok çeşitli koruyucu giysilerde kullanım alanı bulmaktadır. PTFE membranlar ile laminasyon işlemi, bu giysilere su ve zararlı kimyasallara karşı bariyer özelliği kazandırırken, membranın mikrogözenekli yapısı sayesinde konfor ile ilgili su buharı geçirgenliğinin de devam ettirilmesini sağlamaktadır^{1,3}.

PTFE membranların temel yapısı aynı olmakla birlikte, farklı alanlardaki gereksinimleri karşılamak üzere PTFE membranlar zamanla çeşitlenmiştir. Bu konuda geliştirilen PTFE membranlara bikomponent membranlar ve bitim işlemi görmüş PTFE membranlar örnek verilebilir. Bu tür membranlar son kullanım alanlarına göre özel etkiler sağlarken; rijitliğin artması, nefes alabilirliğin azalması ve maliyetin katlanması gibi dezavantajlara da sebep olabilmektedir⁴.

Bu çalışmada, ticari olarak kullanılan üç farklı PTFE membran temin edilmiş ve üç farklı zemin kumaşa lamine edilerek, kumaşların fiziksel, mekanik ve geçirgenlik özelliklerinde meydana gelen değişimler incelenmiştir. PTFE membran olarak; tek katmanlı monokomponent PTFE, poliüretan (PU) ile kombine edilmiş iki katmanlı bikomponent PTFE ve plazma işlemi yapılarak yağ itici özelliği geliştirilmiş tek katmanlı PTFE membran kullanılmıştır.

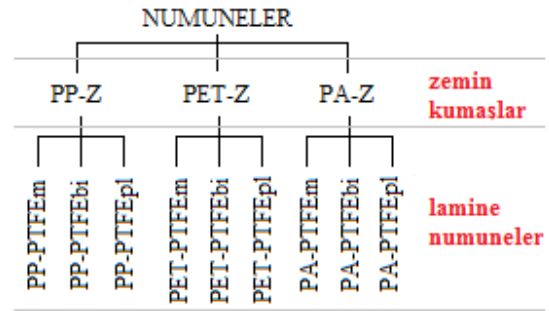
DENEYSEL

Malzeme

Çalışmanın materyalini polipropilen (PP), poliamid (PA) ve poliester (PET) zemin kumaşlar ile monokomponent (PTFE_m), bikomponent (PTFE_{bi}) ve plazma ile işlem görmüş oleofob PTFE (PTFE_{pl}) membranlar oluşturmuştur.

Yöntem

Zemin kumaşlar ile PTFE membranların laminasyonu; işletme tipi sıcak eriyik laminasyon cihazında (Zappa, İtalya) yapılmıştır. Şekil 1’ de deney numunelerinin (3 adet zemin, 9 adet lamine kumaş) kodları verilmiştir.



Şekil 1. Deney numuneleri

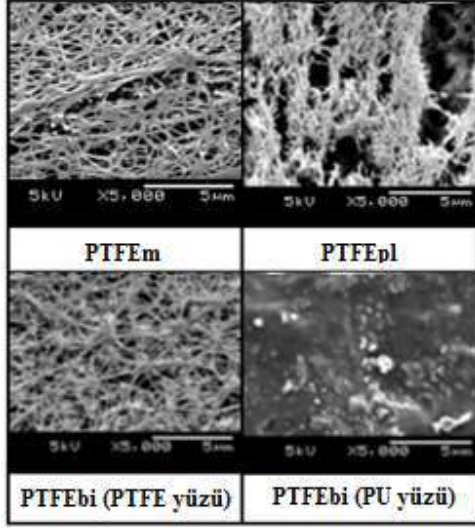
Numunelerin fiziksel, geçirgenlik ve mekanik özellikleri Tablo 1’de verilen standart yöntemlerden yararlanılarak tespit edilmiştir. Ayrıca membran yüzeyleri Jeol 6060 marka taramalı elektron mikroskobu (Japonya) kullanılarak incelenmiştir.

Tablo 1. Numunelere uygulanan testler

Test edilen özellik	Yararlanılan standart
Gramaj	TS 251 ⁵
Kalınlık	TS 7128 EN ISO 5084 ⁶
Hava geçirgenliği	TS 391 EN ISO 9237 ⁷
Su buharı geçirgenliği	BS 3424-Bölüm 34 ⁸
Su geçirmezlik	TSE 257 EN 20811 ⁹
Kopma muk./ uzama	TS EN ISO 13934-1 ¹⁰
Yırtılma mukavemeti	TS EN ISO 13937-2 ¹¹
Eğilme direnci	ASTM D1388 B yöntemi ¹²

DENEYSEL SONUÇLAR VE TARTIŞMA

PTFE membranların yüzey görüntüleri Şekil 2’de verilmiştir. Buna göre PTFEm ile PTFEbi membranlarının PTFE yüzey görüntüleri aynıdır. Plazma ile işlem görmüş PTFEpl membranının yüzeyindeki fibriller parçalanmıştır. PTFEbi membranının ters yüzü PU ile katı film formunda kaplanmıştır.



Şekil 2. Membranlara ait SEM görüntüleri

Tablo 2’de numunelere ait ortalama gramaj ve kalınlık sonuçları verilmiştir. Buna göre laminasyon işlemi PP ve PA numunelerde %35-53, PET numunelerde ise %24-40 arasında ağırlık artışına sebep olmuştur. Gramajı daha yüksek olan PTFEbi membranı daha yüksek lamine numune gramajı vermiştir. Benzer şekilde en yüksek kumaş kalınlıkları PTFEbi ile lamine edilmiş numunelerde tespit edilmiştir.

Tablo 2. Numunelere ait fiziksel özellikler

Kumaş kodu	Gramaj (g/m ²)	Kalınlık (mm)
PP-Z	71	0,26
PP-PTFEm	96	0,22
PP-PTFEbi	111	0,27
PP-PTFEpl	96	0,21
PET-Z	93	0,20
PET-PTFEm	114	0,21
PET-PTFEbi	130	0,22
PET-PTFEpl	115	0,20
PA-Z	69	0,13
PA-PTFEm	91	0,15
PA-PTFEbi	106	0,16
PA-PTFEpl	91	0,14

Tablo 3’te numunelere ait geçirgenlik özellikleri verilmiştir. Zemin kumaşlar, lamine numunelerle karşılaştırıldığında oldukça yüksek hava

geçirgenliğine sahiptir. PTFE membranlar ile laminasyondan sonra, zemin kumaş tipi ve PTFE membran tipinden bağımsız olarak tüm numunelerin hava geçirgenliklerinde önemli derecede azalmalar meydana gelmiştir. Lamine olan tüm numuneler rüzgar geçirmez kumaş sınıfına girmektedir³.

Laminasyon sonrası PTFEm dışındaki tüm numunelerin su buharı geçirgenliklerinde azalmalar meydana gelmiştir. En düşük su buharı geçirgenliği değerleri PTFEbi ile lamine edilmiş numunelerden elde edilmiştir. Bunun sebebi, Şekil 2’de de görüldüğü üzere membranın ters yüzünde mikrogözenekli olmayan bir katmanın bulunması ve bunun da su buharı geçişini yavaşlatmasıdır.

Zemin kumaşların su geçirmezlik değerleri oldukça düşük tespit edilmiştir. Laminasyon işlemi sonrasında tüm PP ve PA numunelerin su geçirmezlik değerleri 1000 cm su sütunu (s.s.) civarına yükselmiştir. Genel olarak lamine edilmiş PET numuneler daha düşük su geçirmezlik değerleri vermiştir. Tüm numunelerin su geçirmezlik değerleri çok yüksek elde edilmiştir ve koruyucu giysilerde kullanıma uygundur³.

Tablo 3. Numunelerin geçirgenlik özellikleri

Kumaş kodu	Hava geçir. (mm/s)	Su buharı geçir. (g/m ² /gün)	Su geçirmezlik (cm s.s.)
PP-Z	128,6	658	19
PP-PTFEm	1,4	737	986
PP-PTFEbi	10,4	648	1100
PP-PTFEpl	0,8	640	1100
PET-Z	38,2	654	5
PET-PTFEm	1,5	701	760
PET-PTFEbi	14	652	593
PET-PTFEpl	0,8	664	1004
PA-Z	82,5	621	28
PA-PTFEm	1,3	703	1100
PA-PTFEbi	7,6	610	1067
PA-PTFEpl	0,8	646	1100

Numunelere ait mekanik özellikler Tablo 4’te verilmiştir. Zemin kumaş özelliklerine bağlı olarak en yüksek kopma mukavemeti değerleri PET numunelerden elde edilmiştir ve bunu PP ve PA numuneler takip etmiştir. Laminasyon işlemi tüm numunelerin kopma mukavemeti değerlerinde artış sağlamıştır. Daha yüksek kalınlığa ve gramaja sahip olmasına rağmen, PTFEbi ile lamine edilmiş numunelerin kopma mukavemetleri PTFEm ve PTFEpl ile lamine edilen numunelere yakın elde edilmiştir.

En yüksek yırtılma mukavemeti değerleri lamine PA numunelerden elde edilmiştir ve bunu PET ve PP numuneler takip etmiştir. Kopma mukavemeti sonuçlarına benzer olarak, PTFEbi ile lamine edilmiş

numunelerin yırtılma mukavemetlerinde de diğer numunelere kıyasla yüksek değerler elde edilmemiştir. Numunelerin eğilme dirençleri incelendiğinde, tüm lamine numunelerin eğilme dirençlerinin, zemin kumaşlara göre oldukça yüksek olduğu tespit edilmiştir. PP numunelerde membran tipi, lamine numunelerin eğilme direncini önemli şekilde etkilememişken, PET ve PA numunelerde en yüksek eğilme direnci değerleri PTFEbi ile lamine edilmiş numunelerden elde edilmiştir.

Tablo 4. Numunelerin mekanik özellikleri

Kumaş kodu	Kopma mukavemeti (N)		Yırtılma Mukavemeti (N)		Eğilme direnci (mg.cm)
	çözücü	atkı	çözücü	atkı	
PP-Z	593	428	16,9	14,5	21
PP-PTFEm	704	494	18,0	15,3	113
PP-PTFEbi	702	486	17,6	14,6	112
PP-PTFEpl	706	485	20,2	16,1	112
PET-Z	954	503	21,3	17,0	41
PET-PTFEm	1052	551	19,4	16,2	96
PET-PTFEbi	996	457	21,1	17,5	129
PET-PTFEpl	1011	561	21,5	19,6	106
PA-Z	578	384	35,0	31,5	31
PA-PTFEm	698	489	26,8	23,6	83
PA-PTFEbi	648	463	30,6	28,1	111
PA-PTFEpl	684	536	27,2	26,5	64

GENEL SONUÇLAR

Elde edilen sonuçlar genel olarak incelendiğinde, zemin kumaş tipinin PTFE ile lamine edilmiş numunelerin geçirgenlik özelliklerine az miktarda etkide bulunduğu tespit edilmiştir. Ayrıca temin edilen PTFEm, PTFEbi ve PTFEpl membranları ile lamine edilmiş numunelerin geçirgenlik performanslarının birbirine kısmen benzer olduğu gözlenmiştir.

Geçirgenlik sonuçlarının aksine, lamine numunelerin mekanik özelliklerinin zemin kumaşların mekanik özelliklerinden etkilendiği tespit edilmiştir. PTFE membranların tipinin değişmesi özellikle numunelerin eğilme direnci sonuçlarını etkilemiştir. En yüksek eğilme direncini veren PTFEbi membranlarının, kumaşların eğilme ve şekil alabilirliğini olumsuz yönde etkileyebileceği sonucuna varılmıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Numunelerin ıslanma/kuruma özellikleri ve yıkama sonrası geçirgenlik özelliklerinin test edilmesi ve farklı PTFE membranların kullanım sırasındaki performanslarının karşılaştırılması planlanmaktadır.

TEŞEKKÜR

Çalışmayı destekleyen D.E.Ü. BAP Koordinasyon Birimine ve Liteks Plastik İmperteks Tekstil San. ve Tic. Ltd. Şti.'ne (İstanbul) teşekkürlerimizi sunarız.

KAYNAKLAR

- [1] Carr, C. (Ed.). (2012). *Chemistry of the textiles industry*. Springer Science & Business Media.
- [2] Fung, W. (2002). *Coated and laminated textiles*. Boca Raton: CRC Press.
- [3] Sen, A. K. ve Damewood, J. (2005). *Coated textiles: Principles and applications*. Boca Raton: CRC Press.
- [4] Mukhopadhyay, A ve Midha, V. K. (2008). A review on designing the waterproof breathable fabrics part I: fundamental principles and designing aspects of breathable fabrics. *Journal of Industrial Textiles*, 37(3), 225-262.
- [5] TS 251. (1991). Dokunmuş kumaşlar - Birim uzunluk ve birim alan kütlelerinin tayini. Ankara: Türk Standartları Enstitüsü (TSE).
- [6] TS 7128 EN ISO 5084. (1998). Tekstil ve tekstil mamullerinin kalınlık tayini. Ankara: TSE.
- [7] TS 391 EN ISO 9237. (1999). Kumaşlarda hava geçirgenliğinin tayini. Ankara: TSE.
- [8] BS 3424-Bölüm 34. (1992). Kaplama kumaşların test edilmesi. Metot 37: Su buharı geçirgenliği indeksinin belirlenmesi metodu standardı. Londra: British Standards Institution.
- [9] TSE 257 EN 20811. (1996). Tekstil kumaşları. Su geçirmezlik tayini. Ankara: TSE.
- [10] TS EN ISO 13934-1. (2013). Kumaşların gerilme özellikleri - Bölüm 1: En büyük kuvvetin ve en büyük kuvvet altında boyca uzamanın şerit yöntemiyle tayini. Ankara: TSE.
- [11] TS EN ISO 13937-2. (2002). Kumaşların yırtılma özellikleri- Bölüm 2: Pantolon biçimindeki deney numunelerinin yırtılma kuvvetinin tayini. Ankara: TSE.
- [12] ASTM D1388. (2014). Standard test method for stiffness of fabrics. Option B, Heartloop test. West Conshohocken: ASTM International.

Tavuk Tüylerinin Lif Üretimi Açısından Yapısal Özelliklerinin Analizi

KOCATEPE, Süreyya, PAŞAYEV Nazım

Erciyes Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü

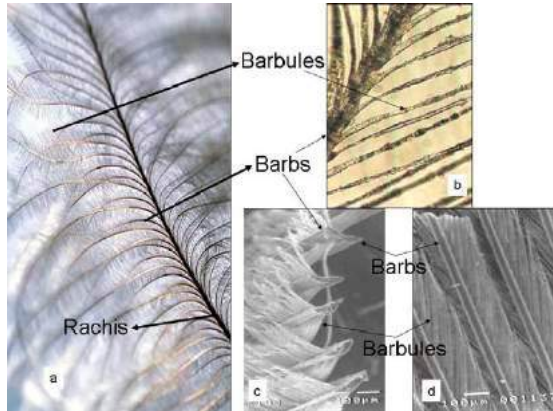
sureyya.kocatepe@hotmail.com

AMAÇLAR

Son yıllar doğal protein lifi olarak tavuk tüylerinden elde edilen lifler dikkat çekmektedir. Bu liflerden yüksek katma değerli malzemeler üretilmesi açısından tavuk tüylerinin yapısının incelenmeye ihtiyacı vardır. Bu çalışma tavuk tüylerinin yapısal özelliklerinin analizi üzerinedir.

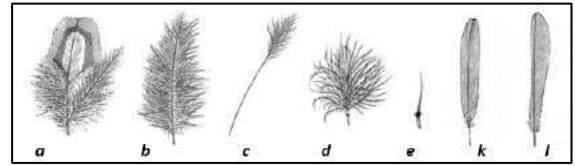
GİRİŞ

Tavuk tüylerinin yapısı diğer kuş tüylerine benzemektedir. Tüyün omurgasını teşkil eden sapından (rachis) lifsi yapıya sahip “sakal” kısmı (barbs) dallanmaktadır ve onlar birlikte tüyün telek olarak adlanan birincil yapısını oluşturmaktadır. “Sakal” kısmını teşkil eden lifsi yapı üzerinde küçük çengeller (barbules) bulunmaktadır ki, bu da tüylerin ikincil yapısını oluşturur (Şekil 1).



Şekil 1. Tavuk tüylerinin yapısı [1]

Kuş tüyleri kendi aralarında dış görünümüne ve tüy yapısına göre farklılık gösterir. Bu farklılık, onların yerine getirdikleri fonksiyonlara bağlıdır. Örneğin uçmak için kanat tüyleri kullanılırken, yalıtım amacıyla alt tüyler kullanılır. Farklı fonksiyonları gerçekleştiren tüyler doğal olarak birbirinden farklı özellikler göstermektedir. Kuş tüyleri birkaç kategoride sınıflandırılır; kontur tüyler, hav tüyleri, yönlendirici tüyler, kıl tüyleri, kuyruk tüyleri, kanat tüyleri.



Şekil 2. Kuş tüylerinin türleri ve yapısı [2]

a - kontur tüyleri (contourfeathers), b - yalıtım tüyleri (semiplumes), c - yönlendirici tüyler (filoplumes), d - hav tüyleri (downfeathers), e - kıl tüyler, k - kuyruk tüyleri, l - kanat tüyleri

Tüylerin sakal kısmını oluşturan çengelli tüycükler birbirine çok yakın yerleşmek suretiyle ucu eğri çengelleriyle birbirine bağlanırlar. Neticede telek hava ve su geçirmez bir özellik kazanır [3, 4, 5].

Tüy sapının çapı 3 mm kadar olabilir, uzunluğu ise tüy yerleşimine bağlıdır. Sakal kısmını oluşturan tüycüklerin uzunluğu 10...35 mm ve çapı merkezden uzaklık ve yakınlığa bağlı olarak 10...50 µm arasındadır [6]. Sakalları ayrıca gözden geçirdiğimizde onların her birinin bir teleğe benzediğini görmek mümkündür.

Tavuk tüyleri kaz ve ördek tüylerinden daha kırılkan olması, ağırlığı, kabalığı, düşük elastikiyeti, hav tüylerinin olmaması veya daha az olmasıyla seçilmektedir. Bu nedenden dolayı tavuk tüylerinin mevcut haliyle kullanım imkânları geniş değildir.

Tavuk tüylerinin “sakal” kısmının mekanik usulle kesilerek omurgadan ayrılması yoluyla tavuk tüyü lifleri elde edilmektedir. Erciyes Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde böyle bir teknoloji geliştirilmiştir [7].

Son yıllarda tavuk tüyünden elde edilen liflerin çok sayıda önemli özelliklere sahip olduğu ortaya çıkarılmıştır. 0,8g/cm³ özgül ağırlığı ile doğal ve yapay lifler arasında bilinen en hafif lif olan [3] tavuk tüyü liflerinin uzunluğunun 3-13mm olduğu belirtilse de [8], bu değer 4,5cm'e kadar olabildiğini ifade eden kaynaklar da mevcuttur [9, 10]. Tavuk tüyü liflerinin uzunluğunun geniş bir aralıkta değişmesinin farklı nedenleri olabilir. Bu, ilk sırada tüy tipinin yapısına, taşıdığı fonksiyonlara, vücut üzerindeki yerleşimine, tavuğun yaşına, türüne, çevre şartlarına vs. bağ

olmalıdır. Literatürde bu konuda fazla bilgi bulunmamaktadır.

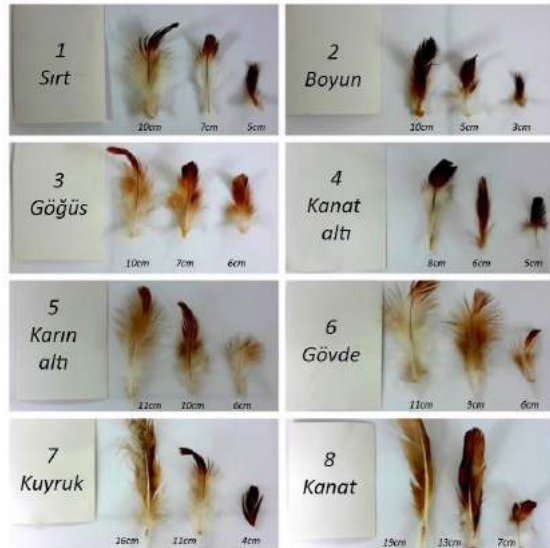
DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Malzeme

Çalışmada kullanılan tüyler Türkiye'nin farklı bölgelerinde yetiştirilen 3 farklı tavuktan elle yolma işlemi ile elde edilmiş olup, 30°C sıcaklıkta saf suyla yıkanıp, oda sıcaklığında çeker ocakta kurutulmuştur.

Yöntem

Tavuğun farklı beden bölgelerinden elde edilen tüylerinin uzunlukları, çapları ve bölgelere göre % oranları incelenecektir. Çalışmada bir tavuk şematik olarak 8 bölgeye ayrılmıştır: sırt, boyun, göğüs, kanat altı, karın altı, gövde, kuyruk ve kanat. Şekil 3'den bu bölgeler görülebilir.



Şekil 3. Kesilen tavuğun 8 ayrı bölgesinden elde edilen tüyler

DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Tavuk tüyünün vücut bölgeleri üzere tipolojisini analiz etmek amacıyla tavuk vücudu şartı olarak 8 bölgeye ayrılmış, her bölgeden alınan tüyler 3 uzunluk açısından 3 gruba ayrılmıştır (şekil 3).

Bir tavuğun vücudunun 8 ayrı bölgesinden alınan tüylerin bölge farkına göre ağırlık olarak ne kadar farklılık gösterdiği analiz edilmiş ve değerler Tablo 1'de sunulmuştur. Bu değerlere bakıldığında diri ağırlığı yaklaşık olarak 1,4kg olan ve ebatları birbirine yakın olan 3 farklı tavuğun aynı bölgelerinden elde edilen tüy miktarlarının yakın olduğu görülmektedir. Tablo 1'deki değerlere göre bir tavuğun ağırlık açısından en çok tüy alınan bölgesi kanat ve sırt bölgesidir.

Bir tavuktan alınan ortalama tüy miktarı ortalama 0,34gr standart sapma ile 73gr'dır. Bu, tavuğun diri ağırlığının yaklaşık olarak %5'ni oluşturmaktadır.

Tablo 1. Tavuk bedeninin farklı bölgelerinden çıkan tüy miktarı

Tavuk bedenini şartı olarak ayırıldığımız bölgeleri	Toplam telek ağırlığı (gr)					Toplam telek miktarı (%)
	1.Tavuk	2.Tavuk	3.Tavuk	Ortalama	St. Sapma	
Sırt	11,94	11,75	12,97	12,22	0,46	16,73
Boyun	7,08	6,59	7,42	7,03	0,30	9,63
Göğüs	9,74	9,48	10,66	9,96	0,44	13,63
Kanat Altı	4,68	4,51	5,54	4,91	0,40	6,73
Karın Altı	7,89	7,67	8,32	7,96	0,23	10,91
Gövde	7,91	7,41	8,35	7,89	0,33	10,81
Kuyruk	9,26	9,05	10,04	9,45	0,37	12,93
Kanat	13,32	13,88	13,42	13,54	0,21	18,56
Toplam miktar	71,61	70,34	76,93	72,96	0,34	100

Şekil 3'te verilmiş bölgelerden alınmış ve 3 gruba ayrılmış tüylerin uzunluk açısından analizi yapılmış ve tablo 2'de verilmiştir. Bu tabloya göre, kontur tüylerinin uzunluklarının 8...19cm, yalıtım tüylerinin 5...13cm, hav tüylerinin ise 3...7cm arasında değiştiğini görebiliriz. Tavuklar uçan kuş olmadıkları için yönlendirici tüyler bulunmamaktadır. Kıl tüyler ise miktarca azınlık teşkil ettiklerinden dolayı dikkate alınmamışlardır.

Daha sonra elde edilen tüyler sap kısmından elle kesilerek life dönüştürülmüş ve bir tüyün uç, orta ve kök kısımlarından elde edilen liflerin uzunluk analizi yapılmıştır (Tablo 2).

Tablo 2. Bir tavuğun 8 ayrı bölgesinden alınan tüy liflerinin uzunluk analizi

Tavuğun 8 farklı bölümünden alınan tüy çeşitleri	Telek uzunluğu, cm	Lif uzunluğu, cm		
		Uç	Orta	Kök
Sırt	5...10	2,1	2,2	1
Boyun	3...7	1,3	2,8	2
Göğüs	6...10	2,4	2,5	1,2
Kanat Altı	5...8	1,5	2,2	1,5
Karın Altı	6...11	1,4	2,3	1,8
Gövde	6...11	2,4	3,5	1,2
Kuyruk	4...16	1,5	2,8	1,2
Kanat	7...19	1,3	2,2	1,8

Tablo 2'deki değerlere bakıldığında bir tüyden elde edilen en büyük uzunluk değerinin genellikle teleğin orta kısımda bulunan liflere ait olduğu söylenebilir. Bu açıdan gövde tüylerinin orta bölgesinden alınan lifler en uzun liflerdir.

Ayrıca bir tavuktan elde edilen tüy liflerinin uzunluk dağılımı analiz edilmiştir. Bu amaçla rastgele seçilen 100 adet lifin uzunlukları ölçülmüş ve gruplandırılarak sonuçlar Tablo 3'e aktarılmıştır. Tablodaki değerlere göre sayıca en fazla olan liflerin uzunlukları 1,2...2,0cm arasında değişmektedir. En uzun liflerin sayısı çok daha azdır.

Bir tavuktan alınan lifler uzunluk açısından 3 önemli grupta toplandığından ve diğer iki gruptaki lif miktarı çok az olduğundan her üç gruptan da 5 lif örneği alınarak 5 farklı noktada çapları ölçülmüş ve ortalama değerleri Tablo 4'e aktarılmıştır. Tablo 4'ten görüldüğü gibi liflerin uzunluğunun artmasıyla çap değeri azalmaktadır.

Tablo 3. Rastgele seçilmiş 100 adet lifin uzunluğa bağlı dağılımı

	Lif Uzunlukları(cm)	Lif sayısı (adet)
1	1,2cm'in altın olan lifler	4
2	1,2-1,6cm arası olan lifler	35
3	1,6- 2cm arası olan lifler	32
4	2-2,4cm arası olan lifler	26
5	2,4cm'in üzerinde olan lifler	3

Tablo 4. Farklı uzunluk gruplarına ait liflerin çap analizleri

Numuneler üzere farklı noktalarda lif çapı ölçümleri (µm)	Ortalama	Std. Sapma
1,2...1,6cm arası lifler	65,54	3,51
1,6...2cm arası lifler	59,09	2,16
2...2,4cm arası lifler	2,16	1,05

GENEL SONUÇLAR

Bir tavuktan alınan tüy miktarı tavuğun ağırlığının yaklaşık %5'ni oluşturmaktadır. Tüyün sap ve lif kısmının ağırlık açısından oranının yaklaşık 50:50 olduğu, liflerin uzunluğunun 1,0...3,5cm arasında, değiştiği ortaya çıkmıştır. Liflerin çapının 30...60µm arasında değiştiği, uzunluğu ile çapı arasında ters orantı olduğu gözlemlenmiştir. Bu değerlerin tavukların cinsine ve beslenme şartlarına bağlı değişebildiği tahmin edilmektedir. Tavuk tüylerinden elde edilen en ince liflerin kanat ve kuyruk, en kaba liflerin ise göğüs ve boyun kısımlarından alındığı tespit edilmiştir.

FON KAYNAĞI

Sunulan çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) tarafından 115M725 kodlu araştırma projesi ile desteklenmektedir.

KAYNAKLAR

- Martinez-Hernandez, A.L., Santos, C-V. 2012. "Keratin fibers from chicken-feathers: Structure and advances in polymer composites", "In: R. Dullaart, *et al.*, Eds., Keratin structure, properties and applications, Nova Science Publishers, 149-211
- Yu, M., Yue, Z., Wu, D.-Y., Mayerl, J-A., Medinal, M., Wideltz R.B., Jang T.-X. and Chuong C.-M. 2004. "The developmental biology of feather follicles", International Journal of Developmental Biology, 48, 181-91.

- Schmidt, W.F., Line, M.J. 1996 "Physical and chemical structures of poultry feather fiber fractions in fiber process development", Nonwovens Conference TAPPI Proceedings: 135-141.
- Reddy, N., Yang, Y. 2007. "Structure and properties of chicken feather barbs as natural", Journal of Polymers and the Enviroment (15), 81-87.
- Belarmino, D.D., Ladchumananandasivam, R., Belarmino, L.D., Pimentel, J.R., Rocha, B.G., Galvao, A.O., Andrade, S.M.B. 2012. "Physical and morphological structure of chicken feathers (keratin biofiber) in natural, chemically and thermally modified forms", Materials Sciences and Applications (3), 887-893.
- McKittrickJ., Chen P.-Y., Bodde S.G., Yang W.,Novitskaya E.E., Meyers M.A. 2012. "The Structure, Functions, and Mechanical Properties of Keratin", JOM, Vol. 64, No. 4, 449-468.
- Paşayev, 2017. "Fiber Production From Chicken Feather With Industrial Method". Bulletin of the Kyiv National University of Technologies and Design, 3(110), pp. 107-113.
- Zhan, M., Wool, R.P. 2011. "Mechanical properties of chicken feather fibers Polymer Composites", Volume 32, Issue 6, 937-944.
- Wells,H.G. 1992. A Short History of the World, New York
- Kocatepe S. 2015. "Tavuk Tüylerinden Alınan Tekstil Amaçlı Liflerin Mekanik, Fiziksel Ve Fizikokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi", YL tezi. Erciyes Üniversitesi, Kayseri

Savaş Yaralanmalarında Kullanılmak Üzere Hemoostatik Faktör VII/VIIa Yüklü İpek Fibroin Bazlı Kompozit Fiber Antibakteriyel Mikropartiküller Üretilmesi

Tuğba Özdemir¹

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Genetik ve Biyomühendislik Bölümü,
TOKAT

tugba.ozdemir@gop.edu.tr

AMAÇ

Önerilen projede özellikle savaş yaralanmalarında yaşanan şok dolayısıyla yaşanan kan kaybını önlemek amacıyla ipek fibroin ve polietilenimin molekülünün oluşturduğu mikropartiküller vasıtasıyla kontrollü pıhtılaşmayı tetikleyici Faktör VII/VIIa salımı yapabilen yapılar üretilerek farklı tekstil liflerine entegre edilecektir. Bu lifler kullanılabileceği gibi yara örtüsü olarak da kullanılabileceği gibi, teknik askeri üniformalarda da kullanılabilecektir.

GİRİŞ

İnsan vücudunun kanamaya verdiği ilk reaksiyon hemostatik reaksiyondur. Bu süreçte kanda yer alan pıhtılaşma faktörleri birbirleri ile iletişime geçerek pıhtılaşma reaksiyonunu aktifleştirerek pıhtı ağını oluşturup kanamayı durdururlar. Vücudumuzun bu çok iyi işleyen mekanizması maalesef savaş yaralanmaları gibi büyük kanamalarda vücutta yaşanan stres ve şok nedeniyle olabildiğince yavaşlamaktadır. Savaş yaralanmalarında yaşanan ve hemoraj adı verilen kan kaybı (yaklaşık toplam kan hacminin %15-60'ı arasında), hastaneye ulaşmadan hayatını kaybeden askerlerin yaklaşık %90'ının ölüm sebebi olarak verilmektedir. Yakın zamanda yaralanmalarda kullanılan örtü liflerinde çok farklı malzemeler denenmiştir. Özellikle hemostatik özellikteki liflere bitkisel kaynaklı (selüloz bazlı), jelatin bazlı, kolajen bazlı, fibrin bazlı, thrombin bazlı ve kitin bazlı olarak örnekler verilebilir. Buna karşılık literatürde başka birçok alanda kullanımına karşın hemostatik lif yapımında ipek fibroin uygulamalarına rastlanılmamaktadır. İpek fibroin proteini işlenebilirliği, esneme ve germe dayanımı bakımından oldukça kullanışlı bir malzemedir. İpek fibroini aynı zamanda biyomalzeme olarak doku mühendisliği ve rejeneratif tıp alanında oldukça yoğun kullanılmıştır.⁽¹⁾ İpek fibrilleri tarihte uzun bir süre ameliyat dikişlerinde kullanılmış olsa da yakın zamanda fibroin proteininin farklı biçimlerde proses edilmesi ile partikül, hidrojel yada elektroëgirilmiş liflere dönüştürülerek bir çok farklı

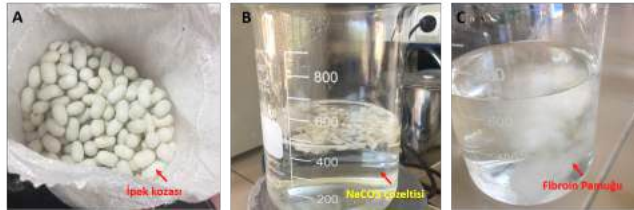
dokunun yenilenmesinde kaide olarak kullanılmıştır.⁽²⁾ İpekden üretilen nanopartiküller hem biyoaktif kimyasalları taşıyıcı olması hem de üstün mekanik özellikler bulundurması sebebiyle multifonksiyonel özellikler taşımaktadır. Buna karşılık ipeği işlemek ve kullanılabılır hale getirmek uzun ve meşakkatlidir. Örneğin, fibroin proteininden üretilen nanopartiküller moleküler yapısındaki amorf bölümlerin stabilizasyonunda sorunlar yaşanmasından dolayı kolloidal bir stabilite göstermemektedir ve partikül boyutu, şekli ve homojen dağılımında sorunlar yaratmaktadır. 2015 yılında Wang ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada üretilen fibroin nanopartiküllerinin iki saat gibi kısa bir sürede yarıçaplarının yaklaşık 25 katı boyuta gelerek homojen partiküler yapısını kaybettiği saptamışlardır.⁽³⁾ Buna karşılık partiküllerin etrafını düşük moleküler ağırlıklı kitozan, polietilenglikol-polietilenimin (PEG-PEI) yada sadece PEI gibi katyonik polimerler ile kapladıklarında hem partikül çapının korunduğu hem de partikül şeklinin stabilize olduğunu göstermişlerdir. Oluşturulan partiküller hem fibroinin mekanik özelliklerini hem de kabuğu oluşturan molekülün (örn. PEI antibakteriyeldir) özelliğini içermektedir. Biz bu çalışmada PEI polimeri kullanılarak stabilize edilmiş ipek fibroini mikropartiküllerini kullanarak hemostatik Faktör VII/VIIa salınımı yapacak partiküller oluşturarak bunların askeri tekstillerde savaş yaralanmalarında kullanılmak üzere katkı maddesi oluşturmayı hedeflemektedir.

DENEYSEL

Yöntem

Fibroin doğal haldeyken suda çözünemeyen bir proteindir. İpek fibrilinin dış kabuğundaki serisin proteini ayrıldıktan sonra fibroini çözünür hale getirmek için genellikle yüksek konsantrasyonlarda tuz kullanılır. Kullanılan tuz amorf halde bulunan fibroinin sekonder yapısını açarak proteinin moleküler yapısını rahatlatır. İpek çözücüsü olarak literatürde karşımıza lityum bromür (LiBr)⁽⁴⁾ çıkmaktadır. Fakat ön çalışmalarımızda LiBr'un

pahalı olması sebebiyle alternatif bir yöntem olan Ajisawa çözeltisini kullandık. Ajisawa çözeltisi ipek ilk aşamada çözelti haline geçmesinde gayet başarılı olsa da sonrasında CaCl_2 'ü uzaklaştırmak için yapılan diyaliz işleminde çözünen proteinin bir kısmının aggrege olmasına sebep olmaktadır. Protein aggregasyonunu önlemek amacıyla diyaliz işleminde aşamalı konsantrasyonlarda üre (4 M, 2M, 1M, 0 M) kullandık. Literatürde protein izolasyonunda sıklıkla kullanılan üre gradiyenti proteinlerin yüksek üre varlığında denature olup aşamalı olarak üre konsantrasyonu azaltılarak tekrar geri dönmesi amacıyla kullanılır. Ajisawa çözeltisinde CaCl_2 ortamdan uzaklaştırılırken fibroin moleküllerinin aggregasyonu önlenir. Partikül elde etmek için istenen yüksek konsantrasyona ulaşmak için ise başlangıç ipek miktarlarını optimize etmemiz gerekti. Kozabilirlik A.Ş. den alınan ipek kozaları (Şekil 1.A.) ilk olarak makasla küçük parçalara ayrılarak kurtçuklardan temizlendi. Daha sonra 1 g, 5 g, 10g olmak üzere 3 grup halinde tartıldıktan sonra cam petri kaplarında daha sonraki işlemler için saklandı. İlk olarak iki katmanlı olan ipek kozası liflerinden serisin proteininin ayrılması işlemi gerçekleştirildi. Tartılan kuru ipek kozaları 100°C 'de kaynamakta olan %0.5 w/vol Na_2CO_3 içerisine eklendi (Şekil 1.B). 60 dakika süresince kaynatılan ipek liflerinden serisin proteini ayrıldığında pamuksu bir lif elde edildi (Şekil 1C).



Şekil 1. İpek kozalarından fibroin proteinin ayrılması işlemi.

Daha sonra elde edilen fibroin pamuğu deiyonize su ile 5 defa dikkatlice yıkanarak diğer safsızlıklardan ayrıştırıldı. Temiz fibroin pamuğu daha sonra kaynamakta olan Ajisawa'nın terneri sisteminde ($\text{CaCl}_2:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}:\text{H}_2\text{O}$ 1:2:8 molar oranda) eklenerek fibroin pamuğunun Ajisawa sisteminde çözülmesi gerçekleşene kadar kaynatıldı (90°C de yaklaşık 1 saat). Çözülme işlemi tamamlandıktan sonra fibroin çözeltisi 5 kDa alt sınırlı diyaliz torbasına aktarılarak 2L 4M üre çözeltisinde 3 saat, 2 M üre çözeltisinde 3 saat, 1 M üre çözeltisinde 3 saat ve 0M üre çözeltisinde 30 saat olmak üzere diyaliz edildi.

Elde edilen fibroin çözeltisi konsantrasyonu 10 mg/ml'e ayarlandıktan sonra partikül yapısını oluşturmak üzere hacimce %90 oranında aseton ile karıştırıldıktan sonra asetonun tamamı uzaklaştıncaya kadar çeker ocakta manyetik

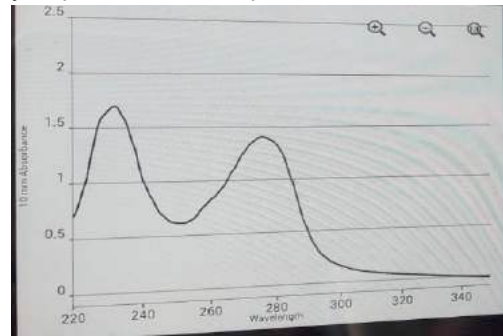
karıştırıcıda karıştırıldıktan sonra homojenizatörde 10.000 devir/dk'da 30 dakika boyunca karıştırıldı. Takiben partikül boyut analizi işlemi cihazında parçacık boyutları ve dağılımı incelendi. PEI-fibroin partikülleri ise, 10 mg/ml başlangıç fibroin konsantrasyonu ile üretilmiş partikül çözeltisi hacimce 1:1 oranında 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ PEI ile homojenizatörde 40 dakika karıştırılarak PEI ile kaplı partiküller elde edildi. Pozitif yüklü PEI negatif yüklü fibroin partiküllerinin etrafını sararak çekirdek kabuk şeklinde yapılar oluşturacaktır. Elde edilen yapıların parçacık büyüklüğü ve parçacıkların boyut dağılımlarını incelemek üzere parçacık boyut analizi yapıldı.

DENEYSEL SONUÇLAR

Elde edilen fibroin çözeltisinin saf bir protein çözeltisi olması dolayısıyla içerisindeki protein konsantrasyonu aşağıda verilen formül kullanılarak spektrofotometre yardımıyla saptandı;

$$[\text{Fibroin}] = \frac{\text{Absorbance at } 280 \text{ nm} \times \text{MA}_{\text{fibroin}}}{\text{Molar Extinction katsayısı}_{\text{fibroin}}}$$

Kısaca fibroin konsantrasyonu spektrofotometrede okunan değer ile fibroinin kDa cinsinden moleküler ağırlığının çarpımının fibroin proteininin extinction katsayısına eşittir. İpek proteini için literatürde verilen extinction katsayısı değeri $473,480 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ dir. Diyaliz işleminden sonra deiyonize su içerisinde 20 defa seyreltilmiş fibroin çözeltisinin spektrofotometrede gözlenen sinyali Şekil 2 de verilmiştir.



Şekil 2. Fibroin çözeltisinin 280 nm deki absorbans spektrası.

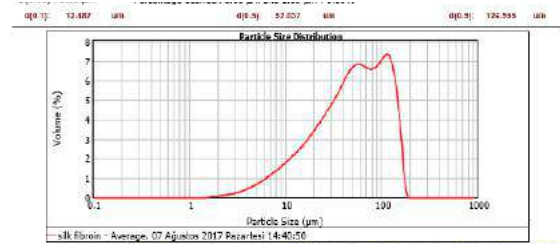
Bu sinyaldeki değer kullanılarak konsantrasyon hesaplandığında 1g başlangıç ipek konsantrasyonunun 2.33 mg/ml konsantrasyonda bir çözelti verdiği saptanmıştır. Çalışmamızda en az 10 mg/ml fibroin konsantrasyonu gerektiği için 10 g ve 5 g başlangıç ipek kozası ile de işlem tekrar edilmiştir. 5 g başlangıç ipek çözeltisi protokol işlemlerin bir sorun yaratmadan istenilen konsantrasyonda fibroin çözeltisi verirken 10 g

başlangıç ipek kozasında yaşanan yüksek protein agregasyonu ve çökmeden ötürü ölçüm yapılamadı. Tablo 1 her bir başlangıç ipek kozası miktarı için elde edilen final konsantrasyonları özetlemektedir. Buna dayanarak 5 g başlangıç ipek kozası miktarını çalışmamızın ileriki aşamalarında kullanmaya karar verilmiştir.

	İpek Kozası Miktarı		
	1 g	5 g	10 g
Fibroin Konsantrasyonu (mg/ml)	2.33	21.48	Ölçülemedi
Çözelti tübiditesi	Az	Az	Çökme yaşandı

Tablo 1. Başlangıç İpek konsantrasyonlarına tekabül eden fibroin protein miktarları ve çözelti tübiditesi..

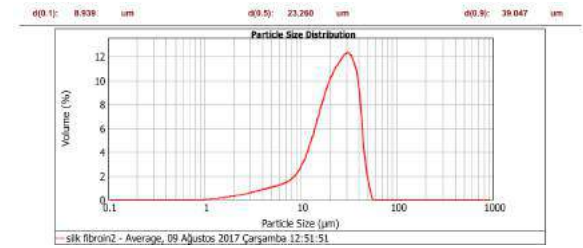
Şekil 3'te gösterilen parçacık boyut dağılımı diyagramı parçacıkların %50'sinin 52.03 µm boyutlarında olduğunu ve işlemimiz sırasında nano boyutta partiküllere ulaşamadığımızı göstermektedir. Bunun yanısıra parçacık boyutu histogramının iki tepesinin olması ise genel olarak iki farklı parçacık grubunun olmasına takabül etmektedir. Bu sonuçlar literatürde de belirtildiği üzere sadece ipekten aseton presipitasyonu yoluyla elde edilen parçacıkların ipeğin colloidal stabilitesinin olmaması sebebiyle homojen bir dağılım göstermediği ve elde edilen parçacıkların zamanla tekrar agregasyona uğrayarak çok daha büyük parçacıklara dönüştüğünü göstermiştir.



Şekil 3. Fibroin partiküllerinin parçacık dağılım analizi sonuçları.

Üç defa tekrarlanan ölçümlerde parçacık boyutlarının sadece fibroin partiküllerine oranla %50 daha küçük olduğu belirlenmiştir. Bunun yanısıra parçacık boyut dağılımı histogramının tek bir tepelikten oluşması ise eklenen PEI in parçacık homojenitesine olumlu etki gösterdiği belirlenmiştir. İleriki aşamada parçacık şekli

taramalı elektron mikroskobu kullanılarak belirlenecektir.



Şekil 4. PEI-Fibroin partiküllerinin parçacık dağılım analizi sonuçları.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

İleriki aşamada elde edilen partiküllere Faktör VII/VIIa molekülü yüklenerek hemostatik ve antibakteriyel etkisi gözlemlenecektir.

TEŞEKKÜR/BİLGİLENDİRME/FON KAYNAĞI

Çalışmamızın gerçekleşmesinde laboratuvarını bana açan Prof. Dr. Cemil Alkan a teşekkür ve şükranlarımızı sunarım.

KAYNAKLAR

- Hardy JG, Römer LM, Scheibel TR. Polymeric materials based on silk proteins. Polymer. 2008 2008/09/23;49(20):4309-27.
- Ebrahimi D, Tokareva O, Rim NG, Wong JY, Kaplan DL, Buehler MJ. Silk-Its Mysteries, How It Is Made, and How It Is Used. ACS Biomater Sci Eng. 2015 Oct 12;1(10):864-76. PubMed PMID: 27398402. Pubmed Central PMCID: PMC4936833.
- Wang S, Xu T, Yang Y, Shao Z. Colloidal Stability of Silk Fibroin Nanoparticles Coated with Cationic Polymer for Effective Drug Delivery. ACS Appl Mater Interfaces. 2015 Sep 30;7(38):21254-62. PubMed PMID: 26331584.
- Rockwood DN, Preda RC, Yucel T, Wang X, Lovett ML, Kaplan DL. Materials fabrication from Bombyx mori silk fibroin. Nat Protocols. 2011 09//print;6(10):1612-31.

Gamma Işınları ile Işınlanmış Polimer Liflerin Yarıiletken Polimerlerle Kaplanması

ÖZCAN, Fatih¹, SEVİL, Uğur Adnan²

¹Selçuk Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü, Konya

²Hitit Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Polimer Mühendisliği Bölümü, Çorum

uguradnansevil@hitit.edu.tr

AMAÇLAR

Bu çalışmada amaç: çeşitli dozlarda gamma radyasyonu ile ışınlanan selüloz esaslı tekstillere, bizim geliştirdiğimiz buhar fazı polimerizasyonu yöntemiyle polianilin, polipirol ve politiyofen kaplamak ve iletkenlik, spektroskopik ve SEM incelemeleri gerçekleştirmektir. Gamma radyasyonu ile ışınlamadaki amaç; polimer lif yüzeyinde daha çok fonksiyonel grup yaratarak yüzeye tutunacak monomer miktarını artırmaktır. Monomer daha sonra buhar fazı polimerizasyonu ile polimerine dönüştürülmekte ve kaplama ya da aşılama işlemi tamamlanmaktadır. Bu yöntem hızlı ucuz ve temiz olup, kaplama homojenliği iyi kalitededir.

Giriş

Bilindiği gibi tekstil üretiminde kullanılan polimer liflerin, polianilin, polipirol ve politiyofen gibi elektronik iletkenlik gösteren polimerlerle kaplanması çok talep almaktadır. Bu polimerlerin çözünürlüklerinin kötü olması, ürün oluşturmada en büyük sorundur; bununla birlikte elektron sağlayan donör yüzeylere ince film olarak kaplanabilmeleri nedeniyle son derece kullanışlıdır. İster mekanik özellik geliştirme, ister fiziki ve kimyasal özelliklendirme amacı ile olsun, kaplama, aşılama, kompozit ya da hibrit ürünler bu amaçlarla sürekli geliştirilmektedir.

Son yıllarda iletken polimerler, elektronik aygıtların yapımında oldukça başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Radyasyon doz ölçümü, antistatik metal ve tekstil kaplamalar, güneş pili, oled, transistör, kapasitör, gaz ve biyolojik sensör, esnek ekranlar ve akıllı malzemeler gibi birçok ürünün yapımında, metallere meydan okuma konumuna hızla gelmiş bulunmaktadır. [1,2].

İletken polimerler iyi iletkenlik özellikleri, çevre ve atmosferik koşullara dayanıklı oluşları ve iyi film olma özelliklerine sahip oldukları için özellikle tekstil alanında antibakteriyel kumaşlar ve manyetik zırhlanmış kumaşlar gibi bir çok amaçla kullanım olanağı bulabilmektedir.

Çeşitli yayınlardan bilindiği gibi İletken polimerlerin polimerizasyonu için birçok yöntem önerilmektedir. Bunlardan yaygın olanları: ıslak kimyasal oksidasyon, elektrokimyasal polimerizasyon ve buhar fazı polimerizasyonu olmak üzere üç tanedir. Buhar fazı polimerizasyon yöntemi temiz, hızlı ve maliyetinin düşük olması sebebiyle diğerlerinden ayrılır. Temel olarak oksitleyici / başlatıcı kaplanmış bir yüzeyde, monomer buharının polimerleştirilmesi esasına dayanır. Kimyasal buhar fazı polimerizasyonu, çözücü kullanılmadan farklı yüzeylerde homojen ve yüksek iletkenliğe sahip ince polimer tabakaları üretmede başarılı bir yöntemdir.

Stussi'nin buhar fazı polimerizasyonu yöntemi³; bir yalıtkan yüzey üzerinde istenilen yapıda, kalınlıkta ve tek düzelikte, iletken polimerlerin tabakalar halinde yapılandırılmasına imkan veren yenilikçi bir yöntem olarak tarif eder. [3]. Buhar fazı polimerizasyonunda, monomerin çözeltide değil de buhar fazında oluşu başka bir deyişle sıvı içermeyişi, diğer polimerleşme yöntemlerine olan en önemli üstünlüğüdür. Yine bu yöntemle oldukça homojen tabakalar üretilmesi mümkündür. BFP yöntemi çok temiz ince film ve çok pürüzsüz homojen yüzeyler üretilmesinde bir tanecik yoldur. [4,5].

Bu yöntemin avantajları ile ilgili yukarıda ifade edilen durumların yanında; başlatıcının kaplanacak yüzeye sabitlenmesi ve başlatıcının buhar basıncının çok düşük olması (katı olması nedeniyle) buhar fazı polimerizasyonunun

dezavantajlarıdır[6,7]. Bizim önerdiğimiz yöntemde: başlatıcının dahi buhar fazında olması, buhar fazı polimerizasyonun çehresini, reaksiyon hızını ve mekanizmasını ve sürecini başkalaştırmış ve sorunlar yok edilmiştir. Bu çalışmada, polimer liflerini yarıiletken polimerlerle kaplanmasında kullandığımız yeni bir yöntem açıklanmıştır. Biz bu çalışmada değişen dozlarda gamma radyasyonu ile ışınladığımız selüloz esaslı tekstilleri buhar fazı polimerizasyonu yöntemiyle kapladık iletkenlik, spektroskopik ve sem incelemelerini gerçekleştirdik.

DENEYSEL

Malzeme

Anilin monomer, distile edilmiştir. Amonyum persülfat derişik HCl çözeltisi hazırlanmıştır. Selüloz kumaşlar piyasadan satın alındığı şekliyle kullanılmıştır.

Yöntem

Kumaşların ışınlanması, buhar fazı polimerizasyon (BFP) yöntemiyle PANİ kaplanması:

Candu tipi gamma kaynağında, havada, 15 ve 30 kGy dozlarda ışınlanmış kumaşlar, 3 saat anilin buharında bekletilmiştir (30°C). Polimerleşme, kumaşların APS buharına maruz bırakılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Polimerleşme 20 dakika da tamamlanmıştır.

Kumaş yüzeyine kaplanan PANİ'nin gravimetrik yöntemle tayini:

İşinlanan kumaşlar üç saat boyunca aniline buharında bekletilmiştir. Kumaşa tutulan monomer miktarı gravimetrik yöntemle belirlenmiştir. Daha sonra anilinin tamamı BFP yöntemiyle polimerleştirilmiştir. Gravimetrik ölçümler sonucunda ışınlanmamış selüloz kumaşın adsorbsiyon kapasitesi çok yüksek bulunmuştur. Bunun nedeni, kumaş yüzeyinde bulunan ve anilin monomeri ile kovalent bağ yapan elektrofilik merkezlerin sayısının çok olmasıdır. Işınlama etkisi ile gözlenen artış ise; kumaşta meydana gelen radyoliz ürünlerinden (karbonil ve türevleri) kaynaklanmaktadır. Işınlamayla oluşan çok sayıda karbonil ve türevleri, anilin monomeri ile kimyasal bağlar yaparak monomerin tutunmasını arttırmaktadır. Tutunan anilin miktarının artması PANİ miktarının artmasını sağlamıştır. Sonuç

olarak, kumaş için, tutulan anilin miktarı ve dolayısı ile kaplanan PANİ miktarı artan dozla artış göstermiştir.

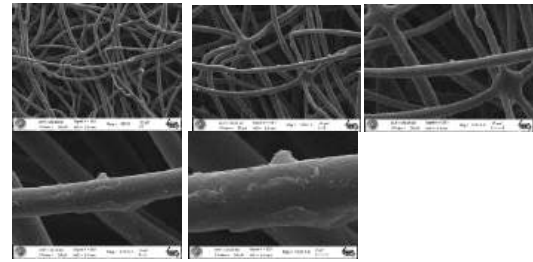
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

İletkenlik incelemeleri

Buhar fazı polimerizasyonu yöntemiyle polianilin kaplanmış yüzeylerin iletkenlik değerleri ortalama olarak 2 S/cm⁻¹ dir.

SEM resimleri

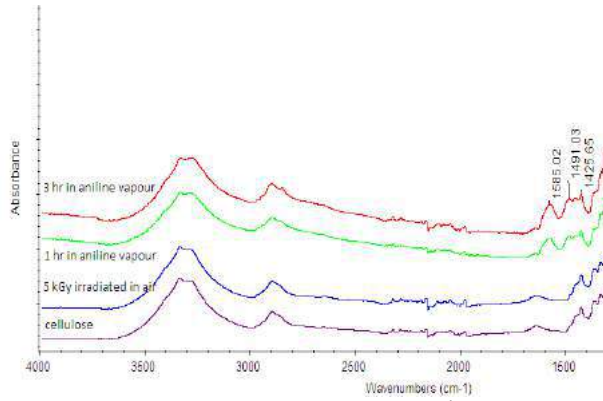
Resimlerden PANİ kaplamalarının son derece homojen olduğu görülmektedir.



Resim PANİ kaplanmış selüloz kumaşların SEM görüntüsü

FTIR incelemeleri

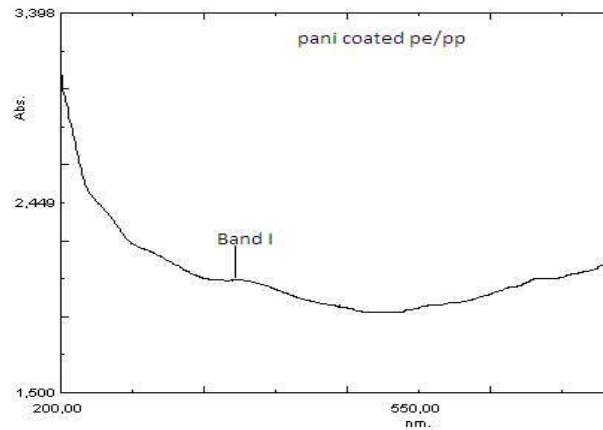
İşinlanmamış ve işinlanmış kumaşların FTIR spektrumlarına bakıldığında, ışınlama neticesinde yeni grupların titreşim pikleri görülmektedir. Havada işinlanan örneklerin FTIR spektrumlarında karbonil, HCOO- ve R-O-R gruplara ait piklerin şiddeti yüksek çıkmıştır. Kumaş örneklerine anilin tutunması kovalent bağlarla gerçekleşmektedir. Polimerizasyondan sonra PANİ kaplanmış kumaş örneklerin spektrumlarında yalnızca emraldine-tuz yapısının titreşim pikleri görülmektedir.



Şekil 1. Işınlanmış, ışınlanmamış ve PANİ kaplanmış selüloz kumaşların FTIR spektrumları görülmektedir.

UV incelemeleri

Son ürün olan PANİ kaplanmış kumaşların UV spektrumu şekilde görüldüğü gibidir. 350 nm civarında $\pi - \pi^*$ geçişlerine ait band; 850nm civarında ise bipolaron yapıyı gösteren (iletkenliği temsil eden band oluşumu görülmektedir.



Şekil 2. PANİ kaplanmış selüloz kumaşın UV spektrumu

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma sonucunda elde edilen veriler son derece olumludur. Polimer liflerinin homojen kaplanması, liflerin bağlanma yerlerinde PANİ birikmesinin olmayışı çok önemlidir. Sürecin hızlı temiz ve ucuz olması da diğer bir avantajdır. Kaplama ile liflerin kimyasal ve fiziksel etkilere

karşı korunması en iyi şekilde sağlanmaktadır. Radyasyon yüzeyde tutulan anilin miktarını ve dolayısı ile PANİ miktarını arttırmada son derece olumlu bir rol oynamıştır.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Biz bu çalışmaların ardından, bu tür kaplama kullanarak hazırladığımız kumaşların radyasyon koruması ve antibakteriyel koruması çalışmalarında kullanılabilirliği planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

- 1- Mohammadi, A., Lundström, I., Salaneck, W. R., Inganäs, O. 1986. Polypyrrole prepared by chemical vapour deposition using hydrogen peroxide and hydrochloric acid, Synth. Met. 211, 69–173.
- 2- Lawal, T.A., Wallace, G. G. 2014. Vapour phase polymerisation of conducting and non-conducting polymers: A review; Talanta 119, 133–143
- 3-Stussi, E., Stella R., De Rossi, D. 1997. Chemo resistive conducting polymer-based odour sensors: influence of thickness changes on their sensing properties, Sensors Actuators B 43, 180–185.
- 4-Winther-Jensen, B., West, K., 2004. Vapor-Phase Polymerization of 3,4-Ethylenedioxythiophene: a Route to Highly Conducting Polymer Surface Layer, Macromolecules 37, 4538.
- 5-Shin, J.S., Song, M.K., Oh, S.Y., Rhee, H.W., Kim, J., Char, K., 1996. Effect of alkyl chain length of dopant on properties of polyanilin, Polymer (Korea) 20, 932–938.
- 6-Geetha, S., Rao, C.R.K., Vijayan, M., Trivedi, D.C., 2006. Biosensing and drug delivery by polypyrrole, Anal. Chim. Acta 568, 119–125.
- 7-Ferreira, V.C., Melato, A.I., Silva, A.F., Abrantes, L.M., 2011. Conducting polymers with attached platinum nanoparticles towards the development of DNA biosensors, Electrochem. Commun. 13 (9), 993–996.

Kompozit Malzeme Üretiminde Kullanılan Hindistan Cevizi Liflerinin Sodyum Perborat Tetrahidrat ile Modifikasyonu ve Karakterizasyonu

Yasemin SEKİ^{1*}, Ahmet Çağrı KILINÇ², Ramazan DALMIŞ², Serhan KÖKTAŞ²

¹Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Tınaztepe Kampüs, Buca, İzmir, Türkiye

²Dokuz Eylül Üniversitesi, Malzeme ve Metalurji Mühendisliği Bölümü, Tınaztepe Kampüs, Buca, İzmir, Türkiye

*yasemin.seki@deu.edu.tr (Yasemin SEKİ)

AMAÇLAR

Son yıllarda özellikle sürdürülebilirlik ve ekolojik sorunlarla ilgili bilincin artması ile birlikte kompozit malzeme üretiminde destek materyali olarak bitkisel liflerin kullanımı dikkat çekmektedir. Hafiflik, iyi özgül mukavemet, doğa dostu ve sürdürülebilirlik gibi üstün özelliklerine rağmen yapısında bulunan kimyasal bileşenler ve yüksek hidrofillik yapısı nedeni ile kompozit üretiminde selülozik liflerin modifiye edilmesi gerekmektedir. Bu çalışmada kompozit malzeme üretiminde destek materyali olarak yaygın olarak kullanılan Hindistan cevizi liflerinin alternatif bir modifikasyon işlemi olan sodyum perborat tetrahidrat ile modifiye edilmesi ve karakterize edilmesi amaçlanmıştır.

GİRİŞ

Günümüzde pek çok farklı alanda kullanım potansiyeline sahip olan polimer esaslı kompozit malzemeler, liflerin özellikle mekanik özellikleri ile polimer maddelerin bağlanma ve fiziksel özelliklerini birleştiren hibrid materyallerdir. Son yıllarda özellikle biyobozunurluk, doğa dostu üretim ve sürdürülebilirlik kavramlarının önem kazanması ile birlikte selüloz esaslı lifler kompozit malzeme üretiminde kullanımı artış göstermektedir. Bu amaçla özellikle keten¹, kenevir², jüt³, sisal⁴, Hindistan cevizi⁵ ve benzeri lifler yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bitkisel lifler başta selüloz olmak üzere hemiselüloz lignin, pektin, vaks, yağlı-mumlu maddeler ve inorganik maddeler olmak üzere farklı kimyasal içeriğe sahip bileşenlerden oluşmaktadır. Ayrıca yapısında yüksek miktarlarda hidroksil grubu bulunmaktadır. Lif yüzeyinde bulunan selülozik olmayan bileşenler, yüzey safsızlıkları ve yüksek polar karakteri nedeni ile kompozit malzeme üretiminde polimer ile arayüzeyi zayıflatmakta ve mekanik dayanımı düşürmektedir. Bu nedenle destek lifleri ve/veya matris polimerleri fiziksel ve kimyasal yöntemler ile modifiye edilmektedir⁶⁻⁹. Literatürde konu ile ilgili yapılan çalışmalara alternatif olarak

selüloz esaslı lifler yükseltgen maddelerle de modifiye edilebilmektedir. Bu amaçla kullanılan potasyum dikromat ve potasyum permanganat gibi yaygın olarak kullanılan maddelerin yanısıra sodyum perborat esaslı oksidasyon maddeleri de alternatif olarak karşımıza çıkmaktadır. İlgili literatür incelendiğinde konu ile ilgili sınırlı sayıda çalışma olduğu belirlenmiştir. Bulut ve Akşit (2013)⁶'ın yaptığı çalışmada sodyum perborat trihidrat jüt liflerinin yüzey hidrofobluğunu ve yüzey pürüzlülüğünü arttırarak polipropilen ile olan arayüzey dayanımını arttırmıştır. Seki ve ark. (2017)⁷'de yaptığı çalışmada ise sodyum perborat trihidrat farklı konsantrasyonlarda çalışılmış ve yüzey hidrofobluğunun artırılması için belirli bir optimum konsantrasyon değerinin olduğu belirlenmiştir.

Bu çalışma kapsamında kompozit malzeme üretiminde destek materyali olarak yaygın olarak kullanılan Hindistan cevizi liflerinin alternatif bir modifikasyon işlemi olan sodyum perborat tetrahidrat ile modifiye edilmesi ve karakterize edilmesi amaçlanmıştır.

DENEYSEL

Malzeme

Çalışma kapsamında kullanılan Hindistan cevizi lifleri yaklaşık %35 oranında selüloza sahiptir. Liflerin modifikasyonu için sodyum perborat tetrahidrat kimyasalları kullanılmıştır.

Yöntem

Liflerin modifikasyonu

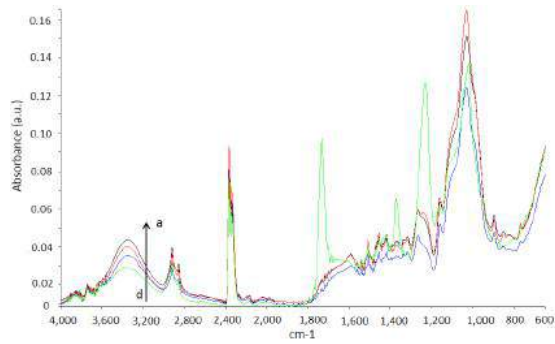
Hindistan cevizi lifleri sodyum perborat tetrahidratın %2, 5, 10'luk sulu çözeltisi ile 75°C sıcaklıkta 30 dakika süre ile modifiye edilmiş ve sonrasında saf su ile yıkanarak 105°C sıcaklıktaki etüvde kurumaya bırakılmıştır.

Modifiye liflerin karakterizasyonu

Modifikasyon işlemi sonrası Hindistan cevizi lifleri fourier dönüşümlü infrared spektrofotometre (FT-IR), taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterize edilmiştir. FT-IR analizi, Perkin Elmer Spectrum BX cihazında $600-400\text{ cm}^{-1}$ absorpsiyon bantlarında yapılmıştır. Liflerin topografisi ise JEOL-JM 6060 taramalı elektron mikroskobunda incelenmiştir. Ayrıca liflerin ThermoScientific ile XPS analizi yapılmıştır.

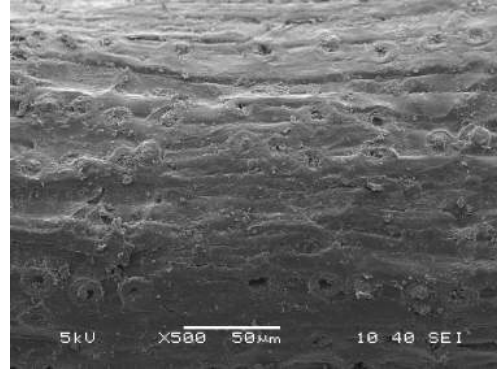
DENEYSEL SONUÇLAR/TARTIŞMA

Şekil 1’de ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin FT-IR spektrumları görülmektedir. Liflerin FTR spektrumunda $3,364\text{ cm}^{-1}$ bandında bulunan pik O-H gerilimlerini ve hidrojen bağlarının varlığını göstermektedir⁸. Yapılan modifikasyon işlemleri bu pikin yoğunluğunda artış meydana getirmiştir. $2,919\text{ cm}^{-1}$ bandında bulunan, C-H titreşimlerini gösteren pikte ise yapılan muamele sonrası değişim meydana gelmemiştir⁹. Asetil ya da karboksilik asitte bulunan C=O titreşimleri ve antisimetrik COO⁻ titreşimlerini gösteren pikler sırası ile $1,733$ ve $1,684\text{ cm}^{-1}$ bantlarında bulunmaktadır⁸. Özellikle karbonil gruplarını gösteren pikin şiddeti muamele sonrası önemli derecede azalmıştır. Meydana gelen bu değişim hemiselülozun kısmen giderildiği gösterebilmektedir¹⁰. $1,500-1,600\text{ cm}^{-1}$ arasında bulunan ligninin varlığını gösteren piklerin şiddeti de yapılan işlemler sonucu azalmıştır¹¹.

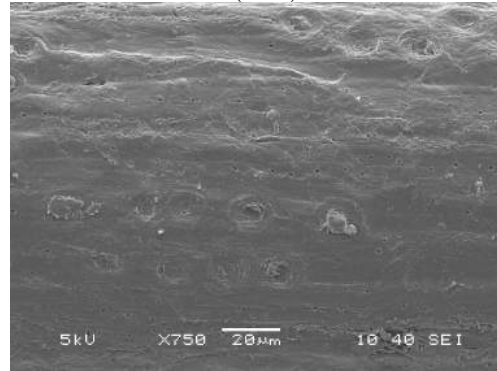


Şekil 1. Ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin FT-IR spektrumları: (a), (b), (c) and (d) sırası ile C5, C2, C10 and ham lifler

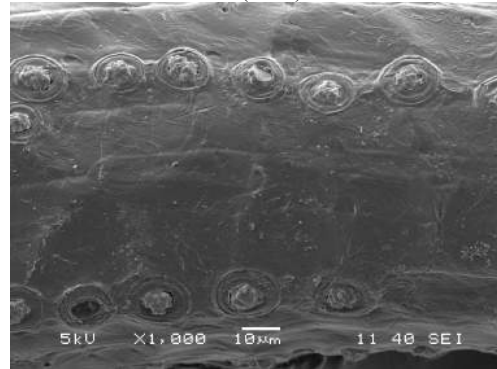
Şekil 2’de ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin SEM görüntüleri verilmektedir. Ham liflerin yüzeyi incelendiğinde, yüzeyde yaklaşık 20mikron çapında küresel şekilde çıkıntılar olduğu görülmektedir¹². İşlem sonrası yüzeydeki safsızlıkların giderildiği ve daha temiz bir yüzey elde edildiği görülmektedir. Lif yüzeyinde rastgelen bulunan çok sayıda çukurlar küresel şeklindeki çıkıntılarda bulunan yağlı safsızlıkların kısmen giderildiği gösterebilmektedir¹².



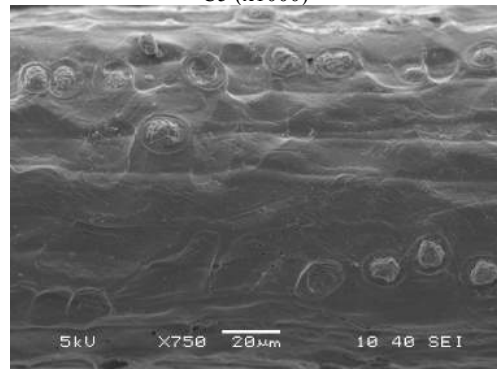
C (x500)



C2 (x750)



C5 (x1000)



C10 (x750)

Şekil 2. Ham ve modifiye Hindistan cevizi liflerinin SEM görüntüleri

FTIR ve XPS analizi sonuçlarına göre en fazla değişimin %10' luk konsantrasyonda yapılan modifikasyon işlemi sonucu meydana geldiği belirlenmiştir. Bu nedenle XPS analizi ham ve C10 liflerine uygulanmıştır. Tablo 1'deki sonuçlar incelendiğinde, modifikasyon sonrası lifin karbon oranının artıp oksijen oranının azaldığı görülmektedir. H.cevizi lifin C/O oranı 3,68'den 4,35'e artmıştır. Malzemelerin yüzey C/O oranında meydana gelen artış ile birlikte yüzey hidrofobluğun arttığı söylenebilmektedir⁶. Bu nedenle %10 konsantrasyonda yapılan işlemin kompozit malzemelerde önemli bir özellik olan liflerin yüzey hidrofobluğunu geliştirdiği söylenebilmektedir.

Tablo 1. Ham ve modifiye liflerin XPS dataları

	C	O	C/O
C	74.57	20.29	3.68
C10	77.06	17.73	4.35

GENEL SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında kompozit malzeme üretiminde yaygın olarak kullanılan Hindistan cevizi lifleri selüloz esaslı liflerin modifikasyonuna alternatif olabilecek sodyum perborat ile modifiye edilmiş ve modifikasyonun lifin fonksiyonel gruplarına ve yüzey özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Analiz sonuçları incelendiğinde, fonksiyonel gruplarda meydana gelen değişim, yapılan modifikasyon işleminin lifin hemiselüloz ve lignini kısmen giderdiğini göstermektedir. Modifikasyon işlemi ve artan konsantrasyon artışı ile birlikte, lif yüzeyinin düzgünleştiği, safsızlıklar ve selülozik olmayan bileşenlerin yüzeyde bulunan çukurlara çıktığı ve kısmen uzaklaştığı görülmektedir.

SONRAKİ DÖNEM ÇALIŞMALARI

Yapılan modifikasyon işleminin lifin termal stabilitesine ve kristal yapısına etkisinin incelenmesi, lif katkılı polimer esaslı kompozit lif üretimlerinin yapılması planlanmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Zafeiropoulos, N.E., Williams, D.R., Baillie, C.A. ve Matthews, F.L. 2002. "Engineering and characterisation of the interface in flax fibre/polypropylene composite materials. Part I. Development and investigation of surface treatments", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 33(8), 1083-1093.
2. Yuanjian, T. ve Isaac, D.H. 2007. "Impact and fatigue behaviour of hemp fibre composites", *Composites Science and Technology*, 67(15-16), 3300-3307.
- 3.Fatima, S. ve Mohanty, A.R. 2011. "Acoustical and fire-retardant properties of jute composite materials", *Applied Acoustics*, 72(2-3), 108-114.
- 4.Choudhury, A. 2008. "Isothermal crystallization and mechanical behavior of ionomer treated sisal/HDPE composites", *Materials Science and Engineering: A*, 491(1-2), 492-500.

- 5.Harish, S., Michael, D.P., Bensely, A., Lal Mohan, D. ve Rajadurai, A. 2009. "Mechanical property evaluation of natural fiber coir composite", *Materials Characterization*, 60(1), 44-49.
6. Bulut, Y. ve Akşit, A. 2013. A comparative study on chemical treatment of jute fiber: potassium dichromate, potassium permanganate and sodium perborate trihydrate, *Cellulose*, 20, 3155-3164.
- 7.Seki, Y., Akşit, A. Ve Erdoğan, Ü.H. (2017). Construction of polypropylene composite multifilaments filled with sodium perborate trihydrate jute microparticles, *Science and Engineering of Composite Materials*, 24(2),
- 8.Kılınc, A.C., Atagur, M., Ozdemir, O., Sen, I., Kucukdogan, N., Sever, K., Seydibeyoglu, O., Sarikanat, M. And Seki, Y. (2016). Manufacturing and characterization of vine stem reinforced high density polyethylene composites, *Composites Part B*, 91, 267-274.
9. Oh, S.Y., Yoo, D.I., Shin, Y. and Seo, G. (2005). FTIR analysis of cellulose treated with sodium hydroxyde and carbon dioxide, *Carbohydrate Research*, 340, 417-428.
- 10.Cai, M. Et al. (2015). Influence of alkali treatment on internal microstructure and tensile properties of abaca fibers, *Industrial Crops and Products*, 65, 27-35.
11. Porras, A., Maranon, A. and Ashcroft, I.A. (2015). Characterization of a novel natural cellulose fabric from *Manicaria saccifera* palm as possible reinforcement of composite materials, *Composites Part B*, 74, 66-73.
- 12.Akintayo, C.O., Azeez, M.A., Beueman, S., Akintayo, E.T. (2016). Spectroscopic, mechanical, and thermal characterization of native and modified nigerian coir fibers, *J. Nat. Fiber*. 13(5): 520-531.

Characterization Study of Drug Incorporated Electrospun Nanofiber Formulations

BARBAK, Zarife¹, KARAKAŞ Hale¹, SARAÇ, A. SEZAI²

¹Istanbul Technical University, Faculty of Textile Technologies and Design, ISTANBUL

²Istanbul Technical University, Faculty of Science and Letters, ISTANBUL

zadogan@itu.edu.tr

AIM

This study was aimed for fabrication and characterization of silver sulfadiazine (SSD) loaded Polyethylene oxide (PEO)/Polycaprolactone (PCL) composite nanofiber formulations, for topical drug delivery applications. The SSD loaded nanofibers were verified by using FT-IR and XRD. Nanofiber surface morphology was examined using SEM.

INTRODUCTION

Nanofibers have unique properties such as high porosity, high surface area, imitating the Extra Cellular Matrix (ECM) and enabling drug delivery. Because of these characteristics, nanofibers are widely used in biomedical applications such as wound dressings, drug delivery systems, scaffolds and artificial blood vessels.

PEO is a widely used polymer in drug delivery because of water solubility, low toxicity, biocompatibility and biodegradability. PEO interacts with the body fluid quickly due to hydrophilicity, resulting in degradation. PEO was selected as a polymeric matrix for solid dispersion of drugs to enhance bioavailability of drugs due to its well-known biocompatibility and high water solubility. Furthermore, PEO provides uniform drug distribution and creates suitable conditions for cell growth. Hydrophobicity of PCL, enables long term degradation rate and drug release up to several weeks. Moreover, PCL has good mechanical

properties (Young's modulus, elasticity, tensile strength) [1,2]

Silver sulfadiazine (SSD) is a non-ionised, water insoluble complex silver salt. SSD is used extensively in topical treatment of infected burns [3].

Dubey et al studied on fabrication %4 PEO-%1 PCL blended and AgNPs incorporated nanofiber composites as wound dressing materials. In situ synthesis of AgNPs was done in PEO solution by reduction of Ag⁺. PEO serves as a reducing agent and provides stabilization of AgNPs in the fibers. In this blend PCL prevents the use of crosslinking agent and heat treatment. Due to the addition of charged Ag particles fiber diameter decreased from 224 nm to 116 nm [4].

Khan et al studied successful fabrication of AgNPs-PEO composite nanofiber. PEO acts as both the reduction agent for Ag⁺ and the protection agent for the resulting AgNPs in solution. The formation of AgNPs in the PEO solution increased fiber quality with reduction of the fiber diameter and bead fibers. Fiber diameter decreases from 313 nm to 214 -197 nm with the addition of 0,17 and 0,26 wt% AgNO₃ respectively, due to the increase in electrical conductivity [5].

In this study, firstly process and solution parameters were optimized for the nanofiber production, SSD was used as a drug and added into

PEO/(Ethanol/Acetic Acid) solution. SSD was loaded into PEO with different amounts ranging from %0,05 to %2. Then PEO+SSD (Ethanol/Acetic Acid) and PCL/(Ethanol/Chloroform) solutions were blended thus composite electrospun nanofibers were fabricated.

XRD and FT-IR analysis were performed with SSD loaded and pure nanofibers. Also surface morphology of nanofibers was examined by SEM and optical microscope studies.

EXPERIMENTAL

Materials

Polycaprolactone (PCL), Polyethylene oxide (PEO) and Silver sulfadiazine were purchased from Sigma Aldrich. SSD was loaded into 3.5% PEO solution with different amounts ranging from %0,005 to %2. Finally, PCL and SSD loaded PEO solutions were mixed 7:3 (w/w).

Method

Electrospinning method was used to produce nanofibers. Electrospun nanofibers were fabricated with 14 kV high voltage and 1 mL/h feeding rate. The grounded electrode plate was utilized as a collector with a fixed distance from the tip to collector (12–14 cm).

EXPERIMENTAL RESULTS

SEM images show that, SSD loaded smooth and bead free nanofibers were obtained (Figure 1). PEO fiber diameter decreases from 290 to 240 nm with addition of SSD. Otherwise, there are bead defects in pure PCL but there is no bead defect in PCL/PEO+SSD nanofiber (Figure 2). This indicates that blend of PCL, PEO and SSD molecules have good interaction in fiber structure. XRD analysis was carried out to study distribution and crystallinity of the SSD loaded into the nanofibers.

XRD pattern of silver sulfadiazine loaded PEO nanofibers and pure PEO nanofibers are shown in Figure 3. The diffraction pattern of SSD loaded nanofibers showed microcrystalline nature of SSD, as indicated by the distinctive peaks at $9.7\text{--}10.4^\circ$ and 19.3° [6,7] .

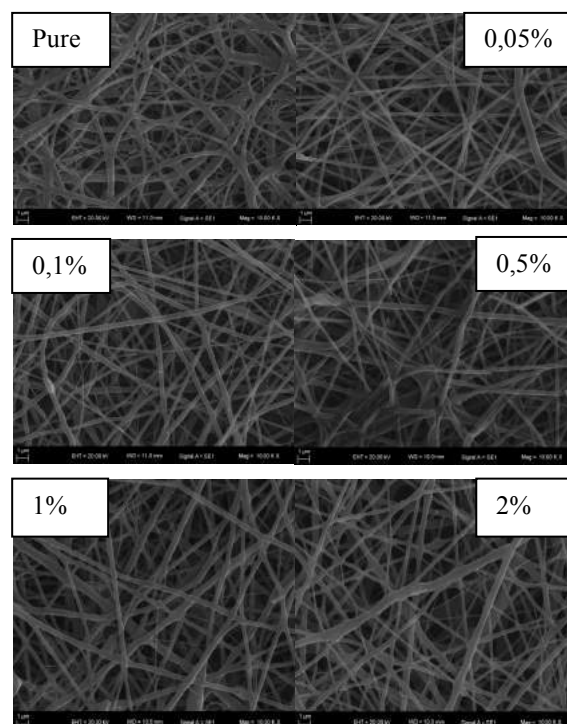


Figure 1. SEM Images of pure and SSD loaded PEO nanofibers

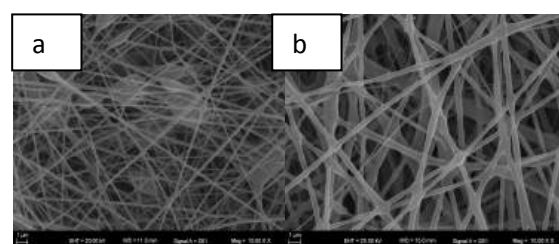


Figure 2. SEM Images of a) Pure PCL b) SSD loaded PCL/PEO (7:3) Composite Nanofibers

The conformational stability of SSD was determined by using FT-IR spectroscopy in Figure 4. SSD presented peaks at 1651 and 1581 cm^{-1} (NH_2 bending), 1595 and 1500 cm^{-1} (phenyl skeletal vibrations), 1552 cm^{-1} (pyrimidine skeletal vibrations), at 783 and 1016 cm^{-1} due to asymmetric (SO_2) [7]. The complexation of SSD with PEO was

confirmed by the appearance of the 733, 685, 585 and 554 cm^{-1} .

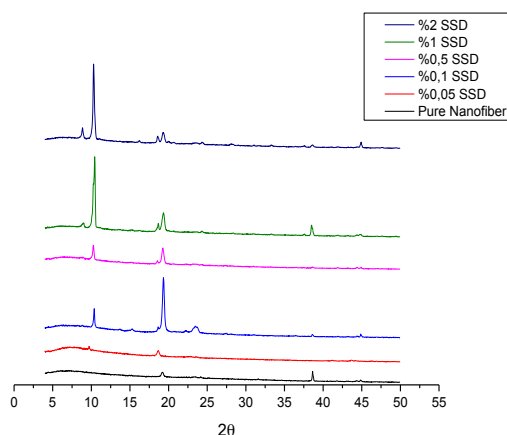


Figure 3. XRD Pattern of pure and SSD loaded PEO nanofibers

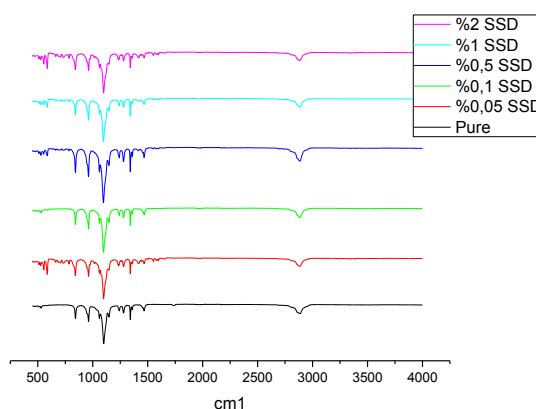


Figure 4. IR Spectra of pure and SSD loaded PEO nanofibers

CONCLUSIONS

Water insoluble SSD was incorporated into the electrospun nanofibers successfully. Decreasing fiber diameter is related to the increase in electrical conductivity because of the SSD charged particles. FT-IR results show that, overall symmetry of the drug molecule might not be significantly changed and SSD is physisorbed with nanofibers. The XRD patterns confirmed microcrystalline structure of SSD in the PEO nanofibers. Thereby first steps were taken to a new formulation for topical drug delivery.

FUTURE WORK

Experimental studies showed that composite PEO/PCL nanofibers can be good candidates for topical drug delivery applications. In future studies, detailed experimental studies will be carried on in vitro drug release. The accumulated release of SSD will be calculated as a function of time.

ACKNOWLEDGEMENT

This study was supported by Istanbul Technical University Scientific Research Project (ITU-BAP).

REFERENCES

- [1] Dash K. T., Konkimalla B. V.(2012). "Poly-ε-caprolactone based formulations for drug delivery and tissue engineering:A review", *Journal of Controlled Release* 158, 15–33
- [2] Dubey P. and Gopinath P. (2016). "Fabrication of electrospun poly(ethylene oxide)– poly(caprolactone) composite nanofibers for co-delivery of niclosamide and silver nanoparticles exhibits enhanced anti-cancer effects in vitro", *Journal of Materials Chemistry B*,4, 726-742
- [3] White R. J., Cooper R.,(t.y.). "Silver sulphadiazine: A review of the evidence", *Wounds UK* 51-61
- [4] Dubey P., Bhushan B., Sachdev A., Matai I., Kumar S.U., Gopinath P. (2015). "Silver-Nanoparticle- Incorporated Composite Nanofibers For Potential Wound Dressing Applications", *J. Appl. Polym. Sci.*, 42473,2-12
- [5] Saquing C. D., Manasco J. L., Khan S.A. (2009). "Electrospun Nanoparticle–Nanofiber Composites via a One-Step Synthesis", *Small*, 5, No. 8, 944–951
- [6] Aguzzia C., Sandri G., Bonferoni C., Cerezo P., Rossi S., Ferrari F., Caramella C., Viserasa C. (2014). "Solid State Characterisation Of Silver Sulfadiazine Loaded on Montmorillonite/Chitosan Nanocomposite For Wound Healing", *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 113 152– 157
- [7] Ghodekar S. V., Chaudhari S.P., Ratnaparakhi M.P.(2012). "Development and Characterization Of Silver Sulfadiazine Emulgel For Topical Drug Delivery", *Int J Pharm Pharm Sci*, 4, 4, 305-316

Surface Modification and its Effect on Ensete Fiber Characteristics

NEGAWO, Tolera A.^{1,2}, POLAT, Yusuf^{1,3}, Demir, Ali, HASSANIN, Ahmed⁴,
HAMOUDA, Tamer⁵, CANDAN, Zeki⁶, KILIÇ, Ali¹

¹Istanbul Tech. University, TEMAG Labs., 34437 Gumussuyu, Istanbul, Turkey

²Wollo University, Institute of Technology, Textile Eng. Department, Kombolcha, Ethiopia

³Erzurum Tech. Uni., Eng. and Arch. Faculty, Mechanical Eng. Department, Erzurum, Turkey

⁴Department of Textile Engineering, Alexandria University, Egypt

⁵Textile Research Division, National Research Centre, Giza 12622, Egypt

⁶Department of Forest Products Engineering, Faculty of Forestry, Istanbul University, Turkey
alilikic@itu.edu.tr

AIM

Ensete fiber extracted from ensete ventricosum plant was treated by alkali. Morphology of untreated and treated fibers have been studied using Fourier transform infrared spectroscopy and scanning electron microscopy. The physical, chemical & mechanical properties of single ensete fibers were investigated.

INTRODUCTION

Natural fibers which could be obtained from natural resources such as plants, animals or minerals have given attention by researchers while considering their advantage from environmental and economic perspectives [1]. Plant-based natural fibers used as composites reinforcing are generally grouped as stem fibers (flax, hemp, jute, ramie, kenaf, etc.), leaf fibers (sisal, banana, pineapple etc.) and seed fibers (coir, oil palm, etc.). These fibers are chemically composed of cellulose, hemicelluloses, lignin, and pectin, with a minor amount of extractives [2].

Ensete fiber which extracted from pseudo stem of ensete ventricosum plant is also one of stem fibers and can be a candidate for composite production. Ensete fibers have been extracted from the leaves of this plant as major material for the weaving, ropes and cord production, as well as for baskets production[3]. Recent works on chemical treatments of natural fibers by alkaline, silane, acetylation treatment, benzylation, peroxide, maleated coupling agents, Sodium chlorite treatment, Isocyanate treatment could be summarized as a good way to improve interfacial bonds and then mechanical and thermal properties of the composites [4]–[6].

Surface treatments play a significant role in enhancing mechanical properties of composites. However, the surface modifications should be studied for optimum treatment process to balance the desired results with cost-effective process. According to different research work, banana fibers which have similar properties with ensete fibers were treated with NaOH solutions (2.5, 5, and 10%) at temperature intervals of 60–70°C, for 30

minutes - 1hr [7]. In this work the effect of alkali treatment on ensete fiber at different percentage of Sodium hydroxide has been studied from surface morphology, physical and mechanical properties of single fibers characterizations.

EXPERIMENTAL

Materials

For this study, the ensete fiber was extracted from pseudo-stem of ensete plant and imported from the Southern region of Ethiopia. Sodium hydroxide was supplied from Merck Company and its different weight percentage was used as a surface treating chemical.

Methods

Surface modification of ensete fibers with NaOH (2.5, 5 and 7.5%) was done by adding it to distilled water. The aqueous solution heated to 30°C in MLR 1:20. Then ensete fibers were immersed and treated for 2hr while temperature rising to 35°C and finally fibers were rinsed with tap water until PH of treated fibers reduced to 7 and dried at room temperature.

RESULTS

Similar to other cellulosic natural fibers, ensete fiber is chemically composed of cellulose, hemicellulose, lignin, pectin, moisture, wax, and oils. The percentages of these contents were analyzed for raw ensete fiber and given in **Error! Reference source not found.**

Table 1 Chemical constituents of ensete fiber

Constituents	Percentage (%)
Cellulose	56.05
Hemicellulose	24.04
Lignin	2.21
Extractives, wax, ash,...	17.7
not quantified each	

FTIR spectra of alkali-treated and untreated ensete fibers were collected using a Vertex 70 ATR FTIR Spectrometer model of Bruker and the results are shown in Figure 1. From the FTIR spectra, the main peaks are originated from the backbone of cellulose, i.e. cellulose, hemicellulose, and lignin. There are distinct peaks obtained for the surface-modified ensete fibers which vary in its transmittance intensity from untreated fibers because of hemicellulose and lignin removal.

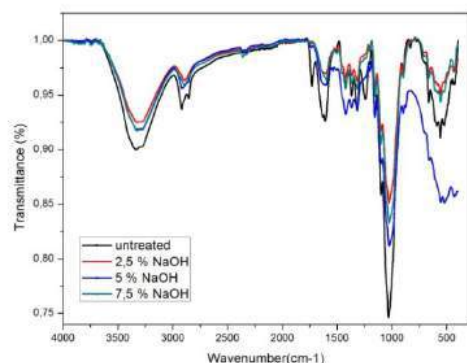


Figure 1. The FTIR spectra of the untreated and alkali treated ensete fibers.

From Figure 2 the SEM images of fiber cross section show that the fiber lumen size decreased and completely collapsed during the alkali treatment process due to swelling of the fibers. The fiber surface morphologies show that binding materials were removed from ensete fiber bundles after alkali treatment. A possible explanation is that binding materials such as pectin, lignin, and hemicelluloses were removed from ensete fibers during the alkali treatment, which led to fibrillation and breakdown of the fiber bundle into elementary fibrils of fibers.

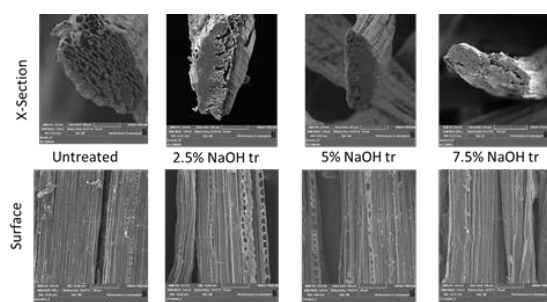


Figure 2. Cross section and surface morphology of untreated and treated ensete fiber

Mechanical properties of Untreated and Alkali Treated ensete fibers are given in Figure 3. There is no significant variation in tensile strength of alkali-treated ensete fibers with alkali concentration but slight increase. The Young's modulus of the ensete fibers increased for 2.5% and 5% NaOH to maximum

whereas those treated with 7.5% NaOH solution decreased which could be attributable to the twisting of the fibers and fibrils separation.

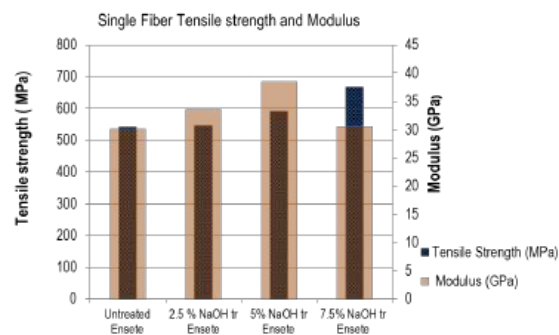


Figure 3. Untreated and treated ensete fiber tensile Strength and modulus

CONCLUSIONS

As a conclusion, the surface modifications results in removal of binding elements of cellulosic fibrils of ensete fibers. The uptake of Na^+ from alkali swells up the fiber and its lumen gets smaller as concentration of NaOH increased. The fibers fineness decrease when it is treated and this is due to weight loss. The tensile strength of ensete fiber found to be increased while modulus dropped for 7.5% alkali treatment because of fibrils higher extension at this concentration of treatment.

FUTURE STUDIES

The effect of alkali treatment on single ensete fiber has been investigated in this study. In next studies we are going to focus on ensete fiber reinforced composite development and its characterization. Chemical modification by silane, acetylation, benzoylation and etc will be an option to get better fiber-matrix adhesion and optimized process parameters.

REFERENCES

- Barreto, A. C. H. et al. 2010. "Chemically modified banana fiber: structure, dielectrical properties and biodegradability". *Journal of Polymers and the Environment*
- Cheung, Hoi-et al. 2009. "Natural fibre-reinforced composites for bioengineering and environmental engineering applications". *Composites Part B:*
- Goriparthi, et al. 2012. "Effect of fiber surface treatments on PLA /jute composites". *Composites Part A:*
- Jawaid, et al. 2011. "Cellulosic/synthetic fibre reinforced polymer hybrid composites: A review". *Carbohydrate Polymers*
- Pinto, et al 2013. "Effect of surface treatment interlaminar fracture of jute/epoxy laminated composites". *Engineering Fracture Mechanics*
- Sawpan, Moyeenuddin et al. 2012. "Flexural properties of hemp fibre reinforced polylactide and unsaturated polyester composites". *Composites Part A: Applied Science and*
- Yirmaga, M. T. 2013. "Improving the Indigenous processing of kocho, an Ethiopian traditional fermented food". *Journal of Nutrition and Food Science* 3 (182): 1–6.

Investigating the Effect of Air Pressure on Novel Nanofiber

Production Technique: Solution Blowing

POLAT, Yusuf^{1,2,3}, YANGAZ, Murat Umut², STOJANOVSKA, Elena¹, DEMİR, Ali¹, KILIÇ, Ali¹

¹Istanbul Tech. Uni., TEMAG Labs., 34437 Gumussuyu, Istanbul, Turkey

²Marmara Uni., Engineering Faculty, Mechanical Eng. Department, Istanbul, Turkey

³Erzurum Tech. Uni., Eng. and Arch. Faculty, Mechanical Eng. Department, Erzurum, Turkey

alilikic@itu.edu.tr

AIM

In this study, the effect of air pressure on fiber diameter was investigated for solution blowing as fiber production technique. For that purpose, computational fluid dynamics (CFD) analysis was applied via Ansys software. The results from the CFD analysis were further compared with experimental tests. Additionally, the nozzle design was discussed for further improvement of the fiber production method.

INTRODUCTION

Nanofibers are widely used for different type of applications, such as filtration & separation, energy storage, biomedical applications, etc. Nanofibers have very high surface area to volume ratio which is nearly thousand times higher compared with human hair. Due to that reason, they have potential for various applications, especially for filtration applications [1]. Although there are several nanofiber production techniques already reported, solution blowing is one of the most promising techniques due to its higher production rate and reliability for safety concerns. In this technique, compressed air is used as a driving force for fiber formation. The compressed air guides the polymer solution from the nozzle tip through the collector. During this distance, the solvent is evaporating and the polymer material is turning into fibers, which are collected on the surface of the collector. During the production process, there are many parameters that affect fiber diameter and nonwoven morphology. The effective parameters can be categorized as material parameters, process parameters and system parameters. Solution viscosity and concentration and polymer molecular weight are parameters imparted by the material (polymer) used. On the other hand, air pressure, solution feeding rate and working distance are process parameters to be controlled. Finally, nozzle geometry is the system parameter to be taken into account. Among all of them, air pressure is one of the most critical parameters for the fiber diameter, because it is the driving force that form the fibrous structure. For that reason, in this study, only air pressure is indicated as effective parameter [2]. In the experimental part of the

study, air pressure of 1, 3, and 6 bars were studied. In addition to the experimental part, numerical analysis was studied by using Ansys software.

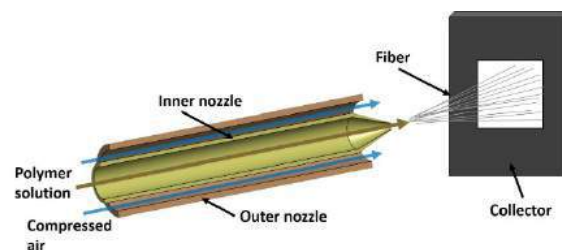


Figure 1. Schematic of solution blowing technique [2].

In the numerical part of this study, finite volume analysis was conducted to simulate airflow pressure, velocity and turbulence kinetic energy distribution. The simulation results were compared with experimental results of thermoplastic polyurethane (TPU) based nanofiber production with the same custom-made coaxial nozzle.

EXPERIMENTAL

Materials

Thermoplastic polyurethane (C95, BASF Corporation, Germany) was dissolved in N, N-dimethylformamide (DMF) to obtain 10%wt. concentration solution without any further treatment.

Methods

Nanofibers were produced using solution blowing technique at air pressure of 1, 3, 6 bars and the diameter of the fibers was measured from a set of SEM images from each sample. On the other hand, CFD analysis was conducted for finite volume methods by using ANSYS® Fluent software, regardless of time and only air flow characteristic is taken as a parameter.

RESULTS

A parametric study to obtain thermoplastic polyurethane (TPU) based nanofibers with 170 ± 112 nm average diameter was conducted and reported in a previous study [2]. In the experimental part for nanofiber production, nanofibers with average

diameter of $279\pm115\text{nm}$, $170\pm112\text{nm}$, and $257\pm166\text{nm}$, were obtained using air pressure of 1, 3, and 6 bars as a driving force, respectively [1].

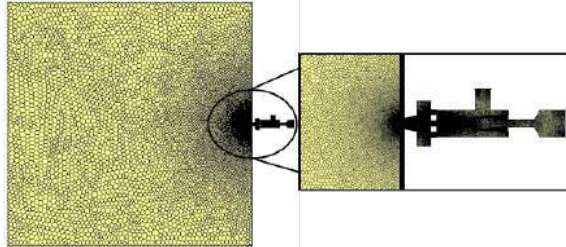


Figure 2. Mesh structure for the geometry

In the finite volume analysis part, a polyhedral type mesh structure with 1261886 elements (Figure 1) was created for the CFD model. The boundary conditions for the numerical analysis were given in Table 1.

Table 1. Boundary conditions

Ambient Temperature (K)	298
Atmosphere pressure (mbar)	1013,25
Air pressure (bar)	1, 3, 6
Air temperature (K)	300

The air flow velocity, and turbulence kinetic energy are given in Figure 3, and Figure 4, respectively.

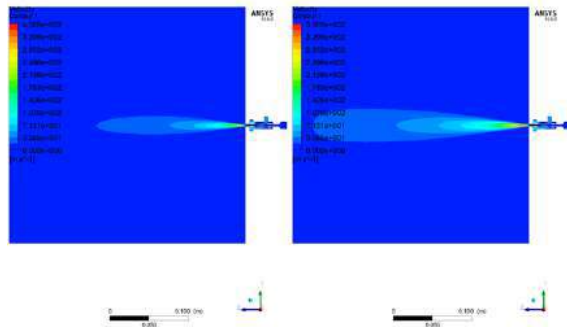


Figure 3. Velocity contour of air flow, 1 bar (left), 3 bars (right).

As shown in the simulation (Figure 3) expected, air velocity increases with increasing air pressure. Maximum velocity values are found in the narrowest part of the nozzle with a value of nearly 300 m/s.

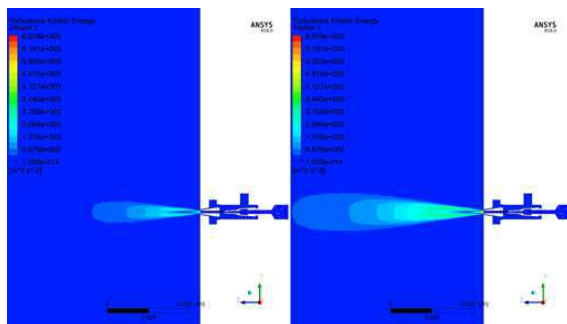


Figure 4. Turbulence kinetic energy contour of air flow.

On the other hand, according to Figure 4, the higher the air feeding pressure, the higher the turbulence kinetic energy. The dissipation and loss of turbulent flow are taking more time for higher pressure.

CONCLUSIONS

As a conclusion, air pressure is a main driving force for the nanofiber production via solution blowing method. The flow characteristic of air is the most critical phenomena in this technique. The driving force for the nanofiber production increases with increasing air pressure. Due to that reason, in the experimental part, when the air pressure increased from 1 bar to 3 bars, fiber diameter also decreased, from $279\pm115\text{nm}$ up to $170\pm112\text{nm}$. On the other hand, fiber diameter increases, when the pressure increases further from 3 bars to 6 bars. The mechanism behind this phenomenon is that higher pressure has higher turbulence kinetic energy (Figure 4). Due to that reason, air pressure above 3 bars, induces turbulent flow that makes the fibers merge together, and thus average fiber diameter increases from $170\pm112\text{nm}$ (3 bars) to $257\pm166\text{nm}$ (6 bars). The CFD simulation for 6 bars is not given here due to lack of space.

FUTURE STUDIES

Since solution blowing is a promising technique for large-scale nanofiber production the finite volume method reported in this study helps improving the nozzle geometry. Such improvement of the nozzle geometry will be further used for design of a nozzle for a large-scale production system. Additionally, air/polymer interaction will be studied to see polymer solution distribution inside the air flow.

REFERENCES

- [1] W. E. Teo, and S. Ramakrishna, "A review on electrospinning design and nanofibre assemblies", *Nanotechnology*, vol. 17, no. 14, 2006.
- [2] Y. Polat, E. S. Pampal, E. Stojanovska, R. Simsek, A. Hassanin, A. Kilic, A. Demir, and S. Yilmaz, "Solution blowing of thermoplastic polyurethane nanofibers: A facile method to produce flexible porous materials", *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 133, no. 9, 2016.

Design of Solution Blown Nanofibrous Air Filters Containing Glass Particles

POLAT, Yusuf^{1,2}, STOJANOVSKA, Elena¹, CALISIR, Mehmet¹, AKGUL, Yasin^{1,3}, GUNGOR, Melike¹, SAGIRLI, Merve¹, ATAKAN, Raziye¹, DEMİR, Ali¹, KILIÇ, Ali¹

¹Istanbul Tech. Uni., TEMAG Labs., Faculty of Textile Tech. and Design, 34437 Gumussuyu, Istanbul, Turkey

²Erzurum Tech. Uni., Eng. and Arch. Faculty, Mechanical Eng. Department, Erzurum, Turkey

³Karabuk Uni., Metallurgical and Materials Eng. Department, Karabuk, Turkey

alilikilic@itu.edu.tr

AIM

In this study, nanofibrous air filter samples were produced via solution blowing technique. Polyamide (PA6) was chosen as a base for the nanofibrous filter samples, while glass particles as an additive. The effect of glass particles on the pressure drop values of the filters was investigated.

INTRODUCTION

Air purification has become an important issue worldwide as a result of the increased population and industrial development. Melt-blown filters, spunbond filters and glass fiber filters are the conventional air filters [1]. Nanofibrous filters, as another and novel alternative for air filtration, offer higher efficiency lower pressure drop, longer filter life, and flexibility compared to traditional filters [2].

Solution blowing is one of the promising non-electro nanofiber production technique [3]. Pneumatic forces are used to form the fiber from a polymer solution. In this technique compressed air forwards the polymer solution towards collector and fibers are collected as a nonwoven structure on the collector [4].

In this study, polyamide based nanofibrous webs were produces for particulate air filtration application. Pressure drop is critical parameter for filtration performance. It directly affects the both filter lifetime and energy consumption. Due to that reason, glass particles were incorporated into to filter samples to decrease the fiber packing density and thus to decrease the pressure drop. Lowering the pressure drop resulted in higher air permeability. In addition to this air permeability test was conducted to see the effect of glass particle on filtration performance.

EXPERIMENTAL

Materials

Polyamide (PA6) was dissolved in formic acid and acetic acid (1:2 wt. ratio) to obtain 10%wt. concentration solution without any further treatment. Glass particles (3micron diameter) were added in ratios of 1, 5, 10, 15 % wt.

Methods

Solution blowing technique was used for the nanofiber production. Table 1 shows the parameters used for production of the five samples reported in this study. Scanning electron microscopy (SEM) and elemental mapping EDAX (Tescan Vega3 model) is used to analyze fiber diameter and glass particle distribution. Finally, Prowhite Airstest II from Pro-ser is used for air permeability test.

Table 1. Filter samples.

No	Sample
1	PA6
2	PA6 + 1% GP
3	PA6 + 5% GP
4	PA6 + 10% GP
5	PA6 + 15% GP

RESULTS

SEM images of neat and glass particle added PA fibers are shown in Figure 1. They show that single fibers as well as entangled fibers have been formed. Beads were also observed on the nanofibers produced from pure and all glass particles containing solutions. Moreover, no relation was found between glass addition and fiber morphology. This is an indication that the glass particles exhibit only physical interaction within the polymer solution.

Since the beads observed have nearly similar morphology with glass micro-particles, elemental mapping was performed to differentiate the glass particles from the beads. EDAX mapping showed that glass particles have nearly homogeneous distribution within the fiber structure. Additionally, the measured glass concentration has linear relation with the added amount of glass particles, as expected.

Air permeability test was conducted according to EN ISO 9237 standard (Table 2). Air permeability results show that incorporation of glass particles up to 10%wt. increased the air permeability, compared to the reference sample (PA 6 sample). However, 15%wt. glass particle incorporation has counter effect on air permeability. The phenomenon behind

this effect is that large amount of glass particles blocks the air flow easily. This effect is called non-slip flow.

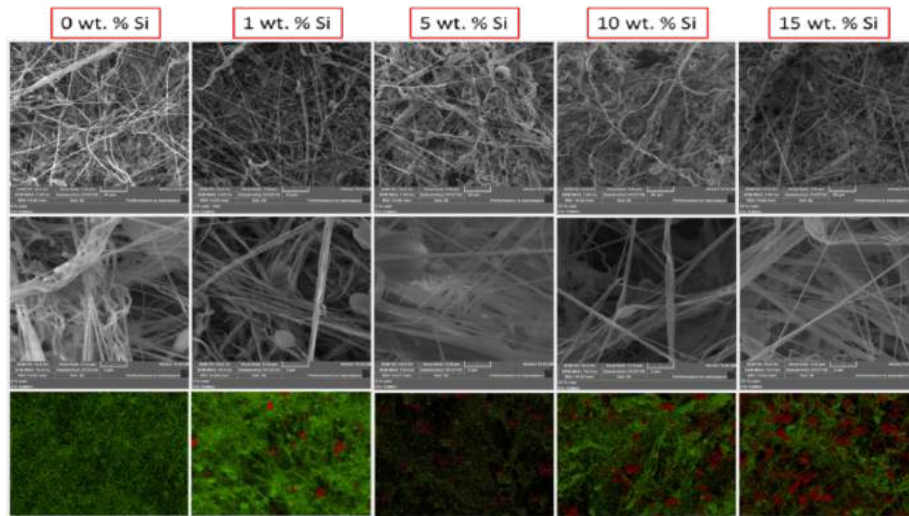


Figure 1: SEM (1 and 10 kX magnified) and EDAX mapping images of PA fibers with 0, 1, 5, 10 and 15 wt. % glass addition (Red points in EDAX images show Si element from glass particles).

Table 2. Air Permeability of Samples

Material	Air perm. test (EN ISO 9237)	Air perm. (mm/s)
PA 6	TP – 100 Pa	42
	NOM – 5	
	TA – 20 cm ²	
PA 6 + 1%GP	TP – 100 Pa	58.6
	NOM – 5	
	TA – 20 cm ²	
PA 6 + 5%GP	TP – 100 Pa	91
	NOM – 5	
	TA – 20 cm ²	
PA 6 + 10%GP	TP – 100 Pa	126.6
	NOM – 5	
	TA – 20 cm ²	
PA 6 + 15%GP	TP – 100 Pa	78
	NOM – 5	
	TA – 20 cm ²	

GP: glass particle, TP: test pressure, TA: test area, NOM: number of measurement

CONCLUSIONS

Pressure drop as one of the most significant parameters that affects filter's lifetime and energy consumption should be kept as lower as possible. In this regard, we this study we show that glass particles embedded into nanofibrous filter have beneficial effect on air permeability. Filter membranes with high air permeability lead to lower pressure drop and thus better filtration performances.

FUTURE STUDIES

Since the addition of glass particles was proven to increase the air permeability of the samples, particulate filtration performance will be analyzed as a future study. Furthermore, the mechanical properties of PA 6 based nanofibrous samples will be studied.

REFERENCES

- [1] Y. Akgul, Y.Polat, E. Canbay, A. Demir, A. Kilic, "Recent Advances in Nanofibrous Composite Air Filters" in Polymer-based Nanocomposites for Energy and Environmental Applications, Woodhead Publishing Elsevier, ss. 553-567, 2018.
- [2] "Top 5 Reasons a Nanofiber Performance Layer Filter is Worth It." Available: <https://www.donaldson.com/en-us/industrial-dust-fume-mist/technical-articles/top-5-reasons-nanofiber-performance-layer-filter-is-worth-it/>.
- [3] E. Stojanovska et al., "A review on non-electro nanofibre spinning techniques," RSC Advances, vol. 6, no. 87, pp. 83783–83801, 2016.
- [4] Y. Polat et al., "Solution blowing of thermoplastic polyurethane nanofibers: A facile method to produce flexible porous materials," Journal of Applied Polymer Science, vol. 133, no. 9, 2016.

Production of PAN/HA Composite Nanofibers as Precursor

Material for Biomedical Applications

AKGUL, Yasin^{1,2}, CALISIR, Mehmet¹, STOJANOVSKA, Elena¹, POLAT, Yusuf^{1, 2, 3},
AHLATCI, Hayrettin², DEMİR, Ali¹, KILIÇ, Ali^{1*}

¹Istanbul Technical University, TEMAG Labs, Istanbul, Turkey

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

³Marmara University, Mechanical Engineering Department, Istanbul, Turkey

⁴Erzurum Tech. University, Mechanical Engineering Department, Erzurum, Turkey

*alikilic@itu.edu.tr

AIM

This study aims to produce PAN/nHA composite nanofibers as a precursor material for composite carbon nanofibers containing homogeneously distributed nano-hydroxyapatite particles. For this purpose, polyacrylonitrile (PAN)/nHA nanofibers were produced via centrifugal spinning. Homogeneous distribution of nHA particles was achieved. Moreover, mechanical properties of nanofibers were enhanced with the addition of nHA particles.

Keywords: Centrifugal spinning, carbon nanofiber, hydroxyapatite.

INTRODUCTION

Orthopedic implants are generally fabricated from metals such as titanium alloys, stainless steels, and cobalt-chromium alloys. However, these metallic implants are much stiffer than the cortical bone. Thus, the implant absorbs most of the load and leaves the bone virtually unstressed which causes bone loss as a result of stress shielding effect [1]. Moreover, the human body is a corrosive environment to metals [2]. Last but not least, their radiolucent property permits for artifact-free radiographic imaging [3]. Therefore, researchers have been working on polymer matrix composites which can overcome mentioned problems [4].

Polymer-matrix composite materials are resins reinforced by fibers [5]. Carbon fibers (CF) are popular reinforcement material due to their lightweight, high strength, and chemical stability [6]. However, their poor biological activity limits the usage of carbon fibers in biomedical applications. One way to solve this problem is addition of a hydroxyapatite (HA) into carbon fibers. Hydroxyapatite is a major mineral in the bone matrix [7]. The addition of this material to carbon fibers causes increase of the bioactivity of CFs [8].

The aim of this study is producing PAN/nHA composite nanofibers as a precursor material for obtaining composite carbon nanofibers (CNF)/nHA in which nano-hydroxyapatite (nHA) particles will be homogeneously disturbed. In this regard,

polyacrylonitrile (PAN) nanofibers were produced via centrifugal spinning. Centrifugal spinning (C-Spin) is a novel technique for producing fibers having nano- or microscale diameters. In the C-spin method, the polymer solution is fed into a spinneret which has orifices [9]. The centrifugal force generated by the spinneret rotation pushes the polymer solution to the inner surfaces of the spinneret. When the centrifugal forces overcome the surface tension and viscous forces of the solution, polymer jet exits from the orifices. The polymer jet elongates and the solvent evaporates until reaching the collector, where the nanofibrous web is obtained [10].

Further in this study, scanning electron microscope (SEM) was used to investigate the morphology of nanofibers, while tensile tests were performed to determine their mechanical properties. To best of our knowledge, there are no previous studies investigating the properties of centrifugally spun nHA containing PAN nanofibers.

EXPERIMENTAL

Materials

Polyacrylonitrile (PAN) ($M_w=150000$ g/mol) was dissolved in the N, N-dimethylformamide (DMF 98%) at 90 °C for six hours. The polymer concentration was set to 12 wt.%. Hydroxyapatite (99.7% purity and 60 nm diameter) was added to PAN solution at different amounts (2.5, 5, 10 wt.%).

Methods

Nanocentrino L1.0 (Areka Group LLC.) device, shown in Figure 1, was used to fabricate the composite nanofibers. The device consists of a spinneret, high-speed motor, rotating collector, and syringe pump.

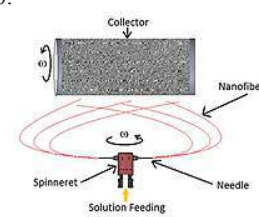


Figure 1. Schematic of Nanocentrino L1.0 device.

RESULTS

SEM images of the nHA/PAN nanofibers, containing different amounts of nHA particles are shown in Figure 2. The images clearly show that homogeneous distribution of nHA particles was achieved. Also, there is no significant difference in the morphologies of pure PAN nanofibers and those containing 10 wt.% nHA-PAN nanofibers.

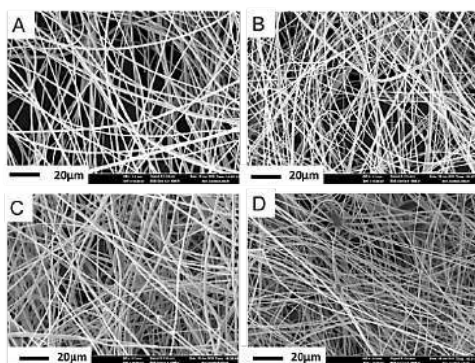


Figure 2. SEM images of A) Pure PAN, B) 2.5 wt.% nHA-PAN, C) 5 wt.% nHA-PAN, D) 10 wt.% nHA-PAN

It is well known that addition of nHA particles leads to increase of biological activity of PAN nanofibers. Despite, the addition of nHA also affects the mechanical properties of the fibers [11]. The results from the tensile tests (Table 1), confirmed that tensile strength and elastic modulus of PAN nanofibers were enhanced with the addition of nHA particles.

Table 1. Tensile Test Results

Sample Code	Tensile Strength (MPa)	Elastic Modulus (MPa)
PAN	0.41±0.5	8.37
PAN-2.5wt% nHA	0.60±0.8	6.05
PAN-5 wt% nHA	0.74±0.11	25.02
PAN-10 wt% nHA	1.04±0.15	28.88

CONCLUSIONS

In this study, PAN/nHA nanofibers were produced with a feasible technique for industrial production. Such composite nanofibers are promising precursor for production of CNF/nHA, which can be effective reinforcement for polymer matrix composites for biomedical applications.

FUTURE STUDIES

CNF/nHA will be produced from the centrifugally spun PAN/nHA nanofibers and applied as nanofiber reinforcement in polyethylene matrix composite.

REFERENCES

- [1] P. J. Biermann, J. C. Roberts, and A. A. Corvelli, "Polymeric composite orthopedic implant," 6602293, Aug-2003.
- [2] D. C. Hansen, "Metal corrosion in the human body: the ultimate bio-corrosion scenario," *The Electrochemical Society Interface*, vol. 17, no. 2, p. 31, 2008.
- [3] D. J. Hak, C. Mauffrey, D. Seligson, and B. Lindeque, "Use of carbon-fiber-reinforced composite implants in orthopedic surgery," *Orthopedics*, vol. 37, no. 12, pp. 825–830, 2014.
- [4] N. Boudeau, D. Liksonov, T. Barriere, L. Maslov, and J.-C. Gelin, "Composite based on polyetheretherketone reinforced with carbon fibres, an alternative to conventional materials for femoral implant: manufacturing process and resulting structural behaviour," *Materials & Design*, vol. 40, pp. 148–156, 2012.
- [5] Z. S. Bagheri, I. El Sawi, E. H. Schemitsch, R. Zdero, and H. Bougherara, "Biomechanical properties of an advanced new carbon/flax/epoxy composite material for bone plate applications," *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 20, pp. 398–406, 2013.
- [6] N. Saito *et al.*, "Application of carbon fibers to biomaterials: a new era of nano-level control of carbon fibers after 30-years of development," *Chemical Society Reviews*, vol. 40, no. 7, pp. 3824–3834, 2011.
- [7] M. Šupová, "Problem of hydroxyapatite dispersion in polymer matrices: a review," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 20, no. 6, pp. 1201–1213, 2009.
- [8] I. Rajzer, R. Kwiatkowski, W. Piekarczyk, W. Biniaś, and J. Janicki, "Carbon nanofibers produced from modified electrospun PAN/hydroxyapatite precursors as scaffolds for bone tissue engineering," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 32, no. 8, pp. 2562–2569, 2012.
- [9] L. Amalorpava Mary *et al.*, "Centrifugal spun ultrafine fibrous web as a potential drug delivery vehicle," *Express Polymer Letters*, vol. 7, no. 3, 2013.
- [10] R. T. Weitz, L. Harnau, S. Rauschenbach, M. Burghard, and K. Kern, "Polymer nanofibers via nozzle-free centrifugal spinning," *Nano letters*, vol. 8, no. 4, pp. 1187–1191, 2008.
- [11] T. Mikołajczyk, M. Boguń, M. Błażewicz, and I. Piekarczyk, "Effect of spinning conditions on the structure and properties of PAN fibers containing nano-hydroxyapatite," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 100, no. 4, pp. 2881–2888, May 2006.

Carbon Nanotube Hybrid Microfibers for Bioactuator

Su Ryon Shin

Division of Engineering in Medicine, Department of Medicine, Brigham and Women's Hospital, Harvard Medical School, Boston, MA, USA
sshin4@bwh.harvard.edu

AIM

Here, we fabricated thin, biocompatible, and highly controllable electrochemical microactuators which composed of hyaluronic acid (HA) hydrogel and single-wall carbon nanotubes (SWCNTs) for various biomedical engineering applications.

INTRODUCTION

Multifunctional microfibers have been widely researched for various applications including electronic textiles, flexible electronics, artificial muscle, implantable medical devices, and microactuators (Darbari, Abdi, et al. 2011; Kong and Chen 2014). Particularly, the development of microfiber-based actuators that can operate in the biological environment in the human body is crucial for biomedical applications such as surgical robots and actuating catheters (Mineta, Mitsui, et al. 2002; Vara and Collazos-Castro 2015). For the realization of microfiber-based actuators, microfibers with reliable mechanical and electrical properties are required. Also, biocompatibility of microfibers is also important for their safe operations in the body, where contact between microfiber and tissues is required.

In electrochemical actuation, electrodes usually deform by absorption of ions in an electrolyte during application of a voltage. This method is advantageous to other actuation mechanisms for being highly controllable as the amount of electrical charge determines the extent of deformation of the electrodes. We choose this method as biological fluid could act as an electrolyte and provide ions needed for the operation of the electrochemical actuator, which provides the possibility of further miniaturization of the system. For an actuator to operate in a biological fluid with low salt content, electrodes with very high actuation efficiency should be used. The actuation efficiency depends on the electrical, electrochemical, and mechanical properties of the actuator. Nanotechnology-enabled fabrication methods are the best candidates for production of such thin and efficient electrodes. Carbon nanotube (CNT) fibers possess excellent mechanical and electrical properties (Koziol, Vilatela, et al. 2007; Zhang, Li et al. 2007). If placed in an electrolyte and electrically charged, they exhibit electrochemical actuation. This works by two mechanisms: (1) electric charging, which is a result of

increase in bond length due to quantum mechanics effect of addition or removal of charges (2), double layer capacitance which is due to the space occupied by ions (Shin, Lee et al. 2008; Shin, Lee et al. 2012). In our preliminary results, we have shown that in electrolytes with low salt content during application of electrical potential as low as 1 volt, fibers made of CNT by wet-spinning perform as efficient electrochemical actuators. Aligned CNT as supercapacitors have been demonstrated to function effectively in the blood (Pushparaj, Shaijumon, et al. 2007). Also, bending fibers made of CNT papers have been shown to be highly controllable (Baughman, Cui, et al. 1999). Furthermore, we have shown that biomolecules such as deoxyribonucleic acid (DNA) and hyaluronic acid (HA) increase the electrochemical efficiency of CNT fibers by acting as ion conductor and binder. HA has been chosen as biomolecule because it works effectively in the dispersion of CNTs in water without the need to use biosurfactants or superacids (Lynam, Moulton, et al. 2007). We combine the advantage of CNTs and biomolecules with draw-spinning fabrication technique to create high-performance electrochemical microactuators.

EXPERIMENTAL

Material

We were synthesizing CNT forests by chemical vapor deposition (CVD). HA (MW: 41 kDa – 65 kDa) were purchased from NanoIntegris Technologies Inc. Other chemical and reagents were purchased from Sigma-Aldrich.

Method

To achieve a high degree of alignment of CNTs in the fiber, we used draw-spinning of CNT forests. The CNT fibers were then placed in a bath of 0.3 wt% HA. Then, the fiber was washed and immersed in the crosslinking solution.

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

To achieve a high degree of alignment of CNTs in the fiber, we used draw-spinning of CNT forests. CNT forests which are vertically aligned CNTs, are grown on a substrate in a nominally vertical direction (*i.e.*, although the overall direction is

vertical, the CNTs are tortuous and entangled along their height) (**Fig. 1a**). When a CNT is debonded from the substrate, it pulls the next CNTs due to interlocking between CNTs. The CNT sheet with a high degree of alignment of CNTs could be spun to form a fiber (**Fig. 1b-d**). We used crosslinked HA biomolecules to improve the capacitance and stability of CNT fibers. The CNT fibers were placed in a bath of 0.3 wt% HA. Then, the obtained fiber was crosslinked by hexamethylenediamine. Finally obtained CNT/HA fiber showed nanoscale roughness along the microfibers (**Fig. 1e**). Our results demonstrate excellent cyclic voltammetry curves for CNT fibers drawn from CNT forests and subsequently coated with HA (**Fig. 1 f-g**).

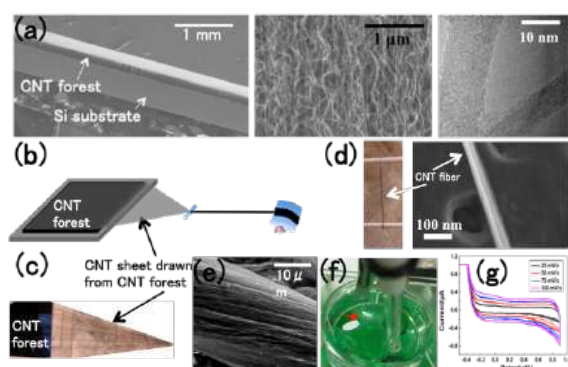


Figure 1. (a) SEM and TEM micrographs showing CVD-grown CNT forests in macro, micro, and nano scales. (b) Schematic demonstration of draw-spinning of CNT fibers from CNT forests. (c) CNT sheet is being drawn from a CNT forest. (d) Optical and SEM images of CNT fibers drawn from CNT forest. (e) SEM image of an HA-coated CNT fiber. (f) Cyclic voltammetry of the HA-coated CNT fiber in PBS and (g) obtained cyclic voltammetry curve.

CONCLUSIONS

We successfully fabricated highly aligned CNT fibers coated with HA. Due to significantly higher alignment and entanglement of CNTs in CNT fibers and HA existence, the CNT/HA microfiber showed high electrical conductivity, mechanical, and capacitance properties.

SUGGESTION FOR FURTHER WORK

Electrical, electrochemical, and mechanical properties of the CNT composite yarns will be evaluated and optimized. Furthermore, actuation efficacy of the microfibers will be evaluated, and the design will be optimized.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

The authors gratefully acknowledge funding by Air Force Office of Sponsored Research under award # FA9550-15-1-0273, Brigham and Women's Hospital President Betsy Nabel, MD, and the Reny family, for the Stepping Strong Innovator Award.

LITERATURE

- Baughman, R. H., C. Cui, et al. (1999). "Carbon nanotube actuators." *Science* **284**(5418): 1340-1344.
- Darbari, S., Y. Abdi, et al. (2011). "Branched carbon nanotubes to realize a novel capacitive sensor and actuator device." *Sensors and Actuators A: Physical* **167**(2): 389-397.
- Kong, L. and W. Chen (2014). "Carbon Nanotube and Graphene-based Bioinspired Electrochemical Actuators." *Advanced materials* **26**(7): 1025-1043.
- Koziol, K., J. Vilatela, et al. (2007). "High-Performance Carbon Nanotube Fiber." *Science* **318**(5858): 1892-1895.
- Lynam, C., S. E. Moulton, et al. (2007). "Carbon-Nanotube Biofibers." *Advanced Materials* **19**(9): 1244-1248.
- Mineta, T., T. Mitsui, et al. (2002). "An active guide wire with shape memory alloy bending actuator fabricated by room temperature process." *Sensors and Actuators A: Physical* **97**: 632-637.
- Pushparaj, V. L., M. M. Shaijumon, et al. (2007). "Flexible energy storage devices based on nanocomposite paper." *Proceedings of the National Academy of Sciences* **104**(34): 13574-13577.
- Shin, S. R., C. K. Lee, et al. (2012). "DNA-coated MWNT microfibers for electrochemical actuator." *Sensors and Actuators B: Chemical* **162**(1): 173-177.
- Shin, S. R., C. K. Lee, et al. (2008). "DNA-Wrapped Single-Walled Carbon Nanotube Hybrid Fibers for supercapacitors and Artificial Muscles." *Advanced Materials* **20**(3): 466-470.
- Vara, H. and J. E. Collazos-Castro (2015). "Biofunctionalized conducting polymer/carbon microfiber electrodes for ultrasensitive neural recordings." *ACS applied materials & interfaces* **7**(48): 27016-27026.
- Zhang, X., Q. Li, et al. (2007). "Ultrastrong, stiff, and lightweight carbon-nanotube fibers." *ADVANCED MATERIALS-DEERFIELD BEACH THEN WEINHEIM* **19**(23): 4198.

3D Printing for Fabrication of Microfluidic Devices

Wei Huang Goh¹, Sindhu Vijayan¹, Pravien Parthiban^{1,2}, Patrick Doyle² and Michinao Hashimoto^{1*}

¹Pillar of Engineering Product Development, Singapore University of Technology and Design

²Department of Chemical Engineering, Massachusetts Institute of Technology

*hashimoto@sutd.edu.sg

AIM

We investigate two approaches to use 3D printing for fabrication of microfluidic channels, and study their characteristics, suitability and limitation to fabricate the device. The first approach is sacrificial molding, and the second approach is direct 3D printing of microfluidic molds for replication of polydimethylsiloxane (PDMS).

INTRODUCTION

Recent advance in additive manufacturing potentiated the fabrication of microchannels, albeit with limitations in resolution of printed structures, freedom of geometry, and choice of printable materials [1]. We investigated two approaches using 3D printing for fabrication of microfluidic channels, and studied their characteristics, suitability and limitation. The first approach is sacrificial molding [2]. We fabricated mechanically stable molds for 3D microchannels that can be completely removed in water. The process of fabrication is compatible with broad range of rigid and soft polymer matrices cured by heat or ultraviolet (UV) light. Importantly, the mold is stable and resilient in hydrogels despite being hygroscopic, which allows for fabrication of microchannels in biocompatible matrices. The second approach is direct fabrication of microfluidic molds by 3D printing. We evaluated four common techniques of 3D printing—fused deposition modelling (FDM), selective laser sintering (SLS), stereolithography (SL) and photo-polymer inkjet printing (PJ) for their suitability to fabricate molds for soft lithography.

EXPERIMENTAL

Design and fabrication of PVA mold. 3D models for sacrificial molds were created using commercially available 3D CAD software (AutoCAD 2015, Autodesk). Fused deposition modelling (FDM) 3D printer (ROKIT 3dison multi) was used to fabricate a mold consisting of polyvinyl alcohol (PVA) in a layer-by-layer manner.

3D printing of molds for replica molding.

AutoCAD was used to design the molds for replication of PDMS. The designs were exported as STL files. Four different printers, one of each for four different 3D printing techniques, were tested, namely, fused deposition modelling (FDM), selective laser sintering (SLS), photo-polymer inkjet printing (PJ), and stereolithography (SL).

EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS

We demonstrated that sacrificial molding using 3D printed, PVA molds allowed to fabricate a T-junction microchannel with the nominal dimension of 200 μm height and 200 μm width (Fig. 1). The mold was stable in seven substrates we tested (rigid polymers, soft polymers, and hydrogels) during casting and it can be easily removed in water under ultrasonication.

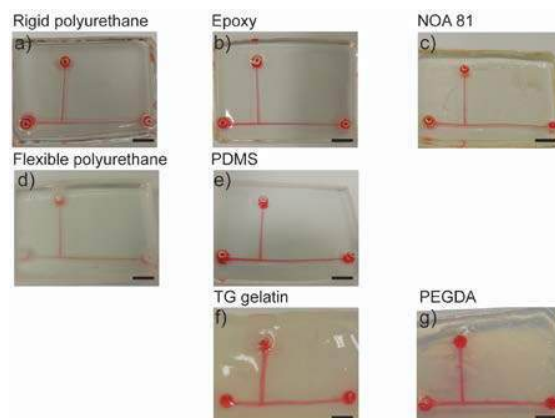


Fig. 1. Microchannels fabricated using sacrificial molding in seven different matrices.

In addition, we demonstrated that a polymer jet printer (PJ) and a stereolithography (SL) printer was successfully used to fabricate mold for replication of PDMS (Fig. 2). We investigated the cross-sectional profile of printed molds, and studied the agreement

between the designed dimensions and printed dimensions.

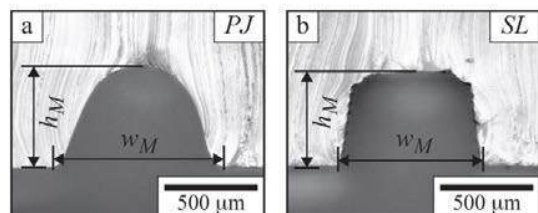


Fig. 2. The profile of microchannels fabricated using polymer jet (PJ) and stereolithography (SL).

CONCLUSIONS

We investigated two approaches of 3D printing for fabrication of microfluidic channels. Sacrificial molding using 3D printed, water-soluble PVA mold allowed to fabricate microchannels in various polymer metrics, including biocompatible hydrogels. 3D printing of soft lithography molds allowed to engineer, in a facile manner, microchannels with non-planar cross-sections and those with axial gradients in height. These 3D microchannels allows to manipulate fluids within the channel in a manner that is impossible in planar microchannels.

ACKNOWLEDGEMENTS/SOURCES OF FUNDING

M.H. thanks for financial supports from Start-up Research Grant at Singapore University of Technology and Design (SRG14088), and SUTD Digital Manufacturing and Design Centre (DManD) supported by the Singapore National Research Foundation (RGDM1620503). W.H.G. and S. V. thanks for the President's Graduate Fellowship awarded by the Ministry of Education (MOE), Singapore.

LITERATURE

- [1] A.K. Au, W. Huynh, L.F. Horowitz, A. Folch, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2016, 55(12), 3862-3881
- [2] W. Goh, M. Hashimoto, *Macromol. Mater. Eng.* 2018, forthcoming.



BUTEKOM

Bursa Technology Coordination and R&D Center



TEXTILE AND TECHNICAL TEXTILE
Center Of Excellence



COMPOSITE MATERIALS
Center Of Excellence

"Özgün ve Rekabetçi Üretim İçin"



www.butekom.org



BTSO
Bursa Ticaret ve Sanayi Odası

127



UIB

BURSA
BUYÜRSE
TÜRKİYE
BÜYÜR

ORTAK AKLIN
GÜCÜYLE
GELECEĞİN
KENTİNE