



T.C.

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ERİYİKTEN KATKILI ANTİBAKTERİYEL POLYESTER
FİLAMENT İPLİKLERİN KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Onur ÇELEN

Enstitü Anabilim Dalı: İleri Teknolojiler

Tez Danışmanları: Danışman: Prof. Dr. Yusuf ULCAY

**Eş Danışman: Doç. Dr. Mustafa
Erdem ÜREYEN**

Temmuz 2013



T.C.

BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ERİYİKTEN KATKILI ANTİBAKTERİYEL POLYESTER
FİLAMENT İPLİKLERİN KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Onur ÇELEN

Enstitü Anabilim Dalı: İleri Teknolojiler

Tez Danışmanları: Danışman: Prof. Dr. Yusuf ULCAY

**Eş Danışman: Doç. Dr. Mustafa
Erdem ÜREYEN**

Bu tez çalışması TÜBİTAK tarafından TEYDEB projeleri kapsamında desteklenmiştir. Proje no: 3110447

Temmuz 2013

Her hakkı saklıdır

YÜKSEK LİSANS TEZİ ONAY FORMU

“Onur ÇELEN” tarafından “Prof. Dr. Yusuf ULCAY ve Doç. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN” yönetiminde hazırlanan “ERİYİKTEN KATKILI ANTİBAKTERİYEL POLYESTER İPLİKLERİN KARAKTERİZASYONU” başlıklı tez tarafımızdan incelenerek, kapsamı ve niteliği açısından **Yüksek Lisans Tezi** olarak kabul edilmiştir.

Sınav Jüri Üyeleri

Jüri Üyesi ... Prof. Dr. Yusuf ULCAY, Uludağ Üniversitesi

Jüri Üyesi ... Doç. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, Anadolu Üniversitesi

Jüri Üyesi ...Doç. Dr. Kenan YILDIRIM, Bursa Teknik Üniversitesi

Jüri Üyesi ... Yrd. Doç. Dr. Hasan Basri KOÇER, Bursa Teknik Üniversitesi

Jüri Üyesi ... Yrd. Doç. Dr. İdris ÇERKEZ, Bursa Teknik Üniversitesi

Tez Savunma Tarihi:...03../07../...2013...

Danışman Prof. Dr. Yusuf ULCAYTarih/İmza...

Eş Danışman Doç. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Mehmet ÇOPUR

...Tarih/İmza...

İNTİHAL (AŞIRMA) BEYANI

Yüksek Lisans tezi olarak sunduğum “ERİYİKTEN KATKILI ANTİBAKTERİYEL POLYESTER FİLAMENT İPLİKLERİN KARAKTERİZASYONU” başlıklı bu tezi, danışmanlarım Prof.Dr. Yusuf ULCAY ve Doç. Dr. Mustafa ERDEM ÜREYEN’in sorumluluğunda tamamladığımı, tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belgelediğimi, aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim.

Öğrencinin Adı Soyadı : Onur ÇELEN

İmzası :

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım sırasında benden maddi manevi tüm desteklerini esirgemeyen başta sevgili annem olmak üzere, babama, tüm aileme ve arkadaşlarıma,

Tez çalışmalarım sırasında desteğini esirgemeyen, bilgi birikimini, tecrübesini ve değerli zamanını paylaşan tez danışmanlarım Sayın Prof. Dr. Yusuf ULÇAY ve Doç. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN'e, projede emeği geçen Prof. Dr. Aydın DOĞAN ve Prof. Dr. Ali Savaş KOPARAL'a

Proje çalışmalarında deneysel çalışmalarımı gerçekleştirdiğim KORTEKS A.S. firmasına, tecrübelerinden yararlandığım KORTEKS A.S. Ar-Ge Müdürü Sayın Mutlu SEZEN'e, desteklerinden ötürü KORTEKS Ar-Ge Ekibi Çalışanları ve Tekstil Mühendisi Çağdaş ASLAN Bey'e

en içten dileklerimle teşekkür ederim.

Onur ÇELEN

Temmuz 2013

İÇİNDEKİLER

	sayfa
1 GİRİŞ	1
1.1 Antibakteriyel Tekstiller.....	3
1.2 Tekstilde Kullanılan Antimikrobiyal Ajanların Bağlanma Biçimleri ve Uygulama Şekilleri.....	6
1.3 Tekstilde Kullanılan Antimikrobiyal Ajanlar.....	7
1.3.1 Kuaterner Amonyum Bileşikleri	8
1.3.2 N-halaminler	9
1.3.3 Kitosan	9
1.3.4 PHMB	9
1.3.5 Halojenlenmiş fenoller	10
1.3.6 Metaller ve Metal Tuzları.....	10
1.3.7 Gümüş	11
1.4 Polyester ipliğinin tarihçesi ve genel bilgileri	13
1.4.1 PET'in Kimyasal Reaksiyonu	14
1.5 Polyester Filament İplik Üretimi Bilgileri.....	15
1.5.1 POY-FDY iplik üretimi	15
1.5.2 Tekstüre iplik üretimi.....	15
1.6 Tez Kapsamında Yapılan Karakterizasyon Testleri:	17
1.6.1 Taramalı elektron mikroskop (SEM) analizi.....	17
1.6.2 EDX analizi	18
1.6.3 XRD	18
1.6.4 DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetri) analizi	19
1.6.5 Termogravimetrik Analiz (TGA).....	24
1.6.6 Dynafil ME:	28
2 LİTERATÜR ARAŞTIRMASI	29
3 MATERYAL ve METOD.....	36
3.1 Materyal.....	36
3.1.1 PET Cips	36
3.1.2 PBT Cipsleri.....	36

3.1.3	Gümüş içerikli toz.....	37
3.1.4	Çalışmalarda kullanılan makinalar.....	38
3.2	Metod.....	40
3.2.1	Polimer ve ipliğe yapılan testler.....	40
3.2.2	Polyester İpliğe Yapılan Testler.....	41
3.2.3	Proje kapsamında gerçekleştirilen karakterizasyon testlerine ait bilgiler ..	48
3.2.4	Antibakteriyel Testler.....	51
4	ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	52
4.1	Gümüş Katkılı Antibakteriyel Seramik Tozun Üretimi	52
4.2	Sentezlenen Antibakteriyel Tozun Karakterizasyonu	54
4.2.1	XRD analizi sonuçları	54
4.2.2	Tane boyutu sonuçları	54
4.2.3	Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve EDX çekimleri	56
4.3	Antibakteriyel Tozun Mikrobiyolojik Analiz Sonucu.....	57
4.4	Antibakteriyel Masterbatch Geliştirilmesi	58
4.4.1	Masterbatch öncesi karışım hazırlama	58
4.4.2	Masterbatch ekstruderinde yapılan çalışmalar, analizler ve diyagramlar	59
4.5	DSC Analizleri	62
4.6	TGA Analizleri.....	63
4.7	Masterbatch ve Masterbatchlerden Üretilen İpliklerin SEM ve Diğer Test Analiz Yöntemiyle Karakterize Edilmesi.....	65
4.7.1	Antibakteriyel 1 Masterbatch SEM görüntüleri	65
4.7.2	Antibakteriyel 1 Masterbatch'den üretilen polyester tekstürize ipliklerin SEM görüntüleri.....	66
4.7.3	Antibakteriyel 2 Masterbatch SEM görüntüleri	68
4.7.4	Antibakteriyel 3 Masterbatch SEM görüntüleri:.....	69
4.7.5	Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen Antibakteriyel ipliklerin SEM görüntüleri.....	70
4.8	Nanogümüş Katkılı Polyester İpliklerin Üretimi ve Özelliklerinin Tayini	74
4.9	Gümüş İçeren Tekstürize Polyester İpliklerin Fonksiyonellik Testleri.....	77
4.10	Malzeme Modifikasyonu ile Geliştirme Çalışmaları.....	78
4.10.1	Masterbatchlerin kimyasal verileri.....	79
4.10.2	TGA Analizleri.....	80
4.10.3	DSC Analizleri	81
4.10.4	POY- FDY- Tekstürize ipliklerin kimyasal analizleri	82
4.10.5	FDY ipliklerin DSC analizleri	83

4.10.6	FDY ipliklerin TGA analizleri	84
4.10.7	POY ipliklerin DSC analizleri	86
4.10.8	POY ipliklerin TGA analizleri	86
4.10.9	POY-FDY- Tekstürize ipliklerin tekstil Laboratuvarı analizleri	88
4.10.10	Modifikasyonla Üretilen İpliklerin SEM Analizleri	90
4.10.11	Tekstüre ipliklerden yapılmış kumaşlardaki ipliklerin SEM görüntüleri	92
4.11	Kumaşların Antibakteriyel Test Sonuçları	93
5	SONUÇLAR ve ÖNERİLER.....	95
KAYNAKÇA.....		99
EKLER.....		101
ÖZGEÇMİŞ.....		114

ŞEKİLLER DİZİNİ

sayfa

Şekil 1.1	Tekstürize işleminin şematik gösterimi	16
Şekil 1.2	DSC teknikleri; a) heat flux DSC, b)power compensated DSC	21
Şekil 1.3	TGA şematik gösterimi.....	25
Şekil 2.1.	Bioactive ve kontrol kumaşların bakteriyel inhibasyon spektrumları	31
Şekil 2.2.	Wei ve ark. çalışmalarındaki PP liflerinin içerdiği gümüş miktarları	32
Şekil 2.3.	Shuhua ve ark. çalışmalarındaki masterbatch ve pet ipliklerin SEM görüntüleri	35
Şekil 3.1	POY-FDY Üretim makinası	38
Şekil 3.2	SPINBOY II-CC iplik çekim makinası.....	39
Şekil 3.3	Barmag tekstürize makinaları	39
Şekil 3.4	Statimat Me cihazı	43
Şekil 3.5	Itemat lab TSI cihazı.....	44
Şekil 3.6	Oxford MQA 7020 cihazı	45
Şekil 4.1	Antibakteriyel tozun hazırlanışı.....	52
Şekil 4.2	Antibakteriyel tozun XRD grafiği	54
Şekil 4.3	1. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği.....	55
Şekil 4.4	2. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği.....	55
Şekil 4.5	3. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği.....	55
Şekil 4.6	Antibakteriyel tozun öğütme sonrası SEM görüntüsü	56
Şekil 4.7	Antibakteriyel tozun EDX analizi sonucu	56
Şekil 4.8	Geliştirilmiş tozun antibakteriyel analiz sonucu (a) gümüş katkısız toz, (b) gümüş katkılı toz	57
Şekil 4.9	Masterbatch ekstrüderi.....	58
Şekil 4.10	ekstrüder öncesi malzemelerin yüksek hızla karıştırılması a) Henschel Karıştırıcı b) Karıştırma sonrası görünüm	59
Şekil 4.11	Pelletizer’da kesilerek elde edilen masterbatch granülleri.....	60
Şekil 4.12	Geliştirilen antibakteriyel masterbatchlerin DSC grafikleri	62
Şekil 4.13	Referans PBT DSC grafiği.....	62
Şekil 4.14	Referans PBT masterbatchinin TGA grafiği.....	63
Şekil 4.15	1 nolu antibakteriyel masterbatchin TGA grafiği	63
Şekil 4.16	3 nolu antibakteriyel masterbatchin TGA grafiği	64
Şekil 4.17	Antibakteriyel 1 Masterbatch kodlu antibakteriyel toz katkılı masterbatch numunesinin dış görünümü (100 büyütme)	65
Şekil 4.18	Antibakteriyel 1 masterbatch kodlu antibakteriyel toz katkılı masterbatch numunesinin 500 büyütme dış ve iç görünümü (sağ dış, sol iç).....	66
Şekil 4.19	Antibakteriyel 1 Masterbatch kodundan üretilen 75/72 R Y.mat Tekstürize İpliklerin SEM Görüntüleri (sağ görüntü 2500, sol görüntü 10000 büyütme)	66
Şekil 4.20	Antibakteriyel 1 Masterbatch kodundan üretilen 75/48 W yarimat tekstürize ipliklerin SEM görüntüleri (üst 2500, orta7500, alt görüntü 10000 büyütme)	67
Şekil 4.21	Antibakteriyel 2 Masterbatch numunesinin dış görünümü. 100X (üst resim), 2.000X (orta resim), 5.000X (alt resim).....	68
Şekil 4.22	Antibakteriyel 3 Masterbatch numunesinin iç görünümü. 100 X (üst resim), 2.000X (orta resim), 5.000X (alt resim).....	69
Şekil 4.23	Antibakteriyel 1 Masterbatch’den geliştirilen 75 f 72 tekstüre ipliklerden örülmüş ekru kumaşların SEM görüntüleri (üst 1.000X, alt 2.500X).....	70

Şekil 4.24 Antibakteriyel 3 Masterbatch' den geliştirilen 75 f 72 tekstüre ipliklerden örülmüş ekru kumaşların SEM görüntüleri üst (üst 5.000X, alt 10.000X).....	71
Şekil 4.25 Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen 75f48 W kesit Tekstürize ipliklerden örülmüş lacivert kumaşların SEM görüntüleri (üst 1.000X, alt 2.500X)	72
Şekil 4.26 Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen 75f48 W kesit Tekstürize ipliklerden örülmüş lacivert kumaşların SEM görüntüleri (üst 5.000X, alt 10.000X) ..	73
Şekil 4.27 Petri kaplarındaki bakteri kolonileri; 1 numaralı antibakteriyel katkı ekru kumaş (sol üst resim), 1 numaralı antibakteriyel katkı boyanmış kumaş (sağ üst resim), 3 numaralı antibakteriyel katkı ekru kumaş (sol alt resim), 3 numaralı antibakteriyel katkı lacivert kumaş (sağ alt resim)	77
Şekil 4.28 FDY iplik deney matriksi.....	78
Şekil 4.29 POY- Tekstüre iplik deney matriksi	79
Şekil 4.30 Masterbatch 4'ün TGA analizi.....	80
Şekil 4.31 Masterbatch 5'in TGA analizi	80
Şekil 4.32 Masterbatch 4'e ait DSC grafiği	81
Şekil 4.33 Masterbatch 5'e ait DSC grafiği	81
Şekil 4.34 Referans (katkısız), %1,25- %2,50- % 4-%5,50 mb 4 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklere ait DSC analizi	83
Şekil 4.35 Referans 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi.....	84
Şekil 4.36 %1,25 mb 5 katkı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi	84
Şekil 4.37 %2,50 mb 5 katkı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi	85
Şekil 4.38 %5,50 mb 5 katkı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi	85
Şekil 4.39 standart (katkısız), %1,25 mb 4 ve %1,25 mb 5 katkı 100/96 R y.mat POY ipliklerin DSC analizleri	86
Şekil 4.40 Referans 100/96 R y.mat POY ipliğe ait TGA analizi	86
Şekil 4.41 %1,25 mb 4 katkı 100/96 R y.mat POY iplik TGA analizi.....	87
Şekil 4.42 %1,25 mb 5 katkı 100/96 R y.mat POY iplik TGA analizi.....	87
Şekil 4.43 MB 4 kullanılarak üretilmiş 300/96 T Süper Parlak FDY iplikten üretilmiş ekru iplik ve kumaşlar (a) ve (b) %2,5 MB 4 katkı, (c) ve (d) %5,5 MB 4 katkı....	90
Şekil 4.44 MB 5 kullanılarak üretilmiş ekru 300f 96 T Süper Parlak FDY iplikler (a) ve (b) %2,5 MB 5 katkı, (c) ve (d) %5,5 MB 5 katkı	91
Şekil 4.45 %1,25 oranında MB 4 katkı Tekstüre ipliklerinden üretilmiş ekru kumaşların SEM görüntüleri	92
Şekil 4.46 %1,25 oranında MB 5 katkı Tekstüre ipliklerinden üretilmiş ekru kumaşların SEM görüntüleri	92

ÇİZELGELER DİZİNİ

sayfa

Çizelge 1.1 Antibakteriyel Tekstillerin Kullanım Alanları.....	5
Çizelge 1.2. Gümüşün bazı tekstil malzemelerine uygulama şekilleri	12
Çizelge 1.3 DSC ile yapılabilecek analizler.....	21
Çizelge 2.1. Gümüşün doğada bulunma formları	30
Çizelge 2.2. Wei ve ark. çalışmalarındaki elde ettikleri antibakteriyel etkinlik yüzdeleri	32
Çizelge 2.3. Shuhua ve ark. çalışmalarındaki antibakteriyel PET ipliklerin özellikleri	34
Çizelge 3.1. PET cipsinin fiziksel ve kimyasal spektleri	36
Çizelge 3.2. PBT cipsinin fiziksel ve kimyasal spektleri	37
Çizelge 4.1 Sentezlenen antibakteriyel tozların tane boyutları	55
Çizelge 4.2 Masterbatch numunelerinin analiz sonuçları	60
Çizelge 4.3 Üretilmiş ipliklere uygulanan iplik test standartları	74
Çizelge 4.4 Antibakteriyel y. mat POY ipliklerin fiziksel test sonuçları - 1	75
Çizelge 4.5 Antibakteriyel y. mat POY ipliklerin fiziksel test sonuçları - 2	75
Çizelge 4.6 Antibakteriyel y. mat tekstüre ipliklerin fiziksel test sonuçları	76
Çizelge 4.7 referans masterbatch, masterbatch 4 ve 5 numunelerinin kimyasal test sonuçları	79
Çizelge 4.8 Dört farklı oranda masterbatch 4 içeren 300 f 96 T Süper Parlak FDY ipliklerin kimyasal test sonuçları	82
Çizelge 4.9 Dört farklı oranda masterbatch 5 içeren 300 f 96 T Süper Parlak FDY ipliklerin kimyasal test sonuçları	82
Çizelge 4.10 Masterbatch 4 ve 5 katkılı 100 f 96 R y.mat POY ve Tekstürize ipliklerin kimyasal analiz sonuçları	82
Çizelge 4.11 Dört farklı oranda Masterbatch 4 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklerin fiziksel test sonuçları	88
Çizelge 4.12 Dört farklı oranda Masterbatch 5 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklerin fiziksel test sonuçları	88
Çizelge 4.13 %1,25 M 4 ve M 5 içeren y.mat POY ipliklerin fiziksel özellikleri - 1... ..	88
Çizelge 4.14 %1,25 M4 ve M5 içeren y. mat POY ipliklerin fiziksel özellikleri-2.....	89
Çizelge 4.15 Y.mat Tekstüre ipliklerin fiziksel özellikleri	89
Çizelge 4.16 Tekstüre ipliklerinden üretilmiş kumaşların antibakteriyel test sonuçları	93
Çizelge 4.17 FDY ipliklerinden üretilmiş kumaşların antibakteriyel test sonuçları	94

SEMBOL VE KISALTMA LİSTESİ

Semboller	Açıklama
% cV	Varyasyon katsayısı
°C	Celcius
m	metre

Kısaltmalar	Açıklama
Ark.	Arkadaşları
ANT 1	Antibakteriyel Toz 1
ANT 3	Antibakteriyel Toz 3
DSC	Diferansiyel Termal Analiz
EDX	Enerji Dağılımlı X ışını Spektrometre
FDY	Tamamen Çekimli İplik
Mb 1	Masterbatch 1
Mb 2	Masterbatch 2
Mb 3	Masterbatch 3
Mb 4	Masterbatch 4
Mb 5	Masterbatch 5
PBT	Poli Bütilen Teraftalat
PET	Poli Etilen Teraftalat
POY	Yarı Oryante İplik
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TGA	Termal Gravimetrik Analiz
y. mat	yarı mat
XRD	X Işınları Kırınımı

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ERİYİKTEN KATKILI ANTİBAKTERİYEL POLYESTER FİLAMENT İPLİKLERİN KARAKTERİZASYONU

Onur ÇELEN

Bursa Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı Malzeme Bilimi ve Mühendisliği

Danışman: Prof. Dr. Yusuf ULCAY (Uludağ Üniversitesi)

Eş Danışman: Doç. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN (Anadolu Üniversitesi)

Temmuz 2013, 115 sayfa

Bu çalışmada, gümüş katkıli antibakteriyel tozların iplik çekimi sırasında polyester filament ipliğe katılabilmesi için gerekli masterbatch çalışmaları yapılmıştır. Hazırlanan masterbatchlerin üretim prosesinde polyester eriyiğine katılarak değişik tür, kesit, ve özellikte polyester iplikler üretilmiştir. Çalışmalarda geliştirilmiş olan antibakteriyel katkıli masterbatchlerin ve ipliklerin karakterizasyon testleri yapılarak katkı malzemesinin polimere ve iplik yapısına kimyasal ve fiziksel etkileri araştırılmıştır.

Masterbatch ve ipliklerin karakterizasyon testlerinde SEM, EDX, XRD, NANOSİZER, DSC, TGA cihazlarıyla çalışılmış; bunun yanında viskozite, kül, COOH, mukavemet, uzama, kaynama çekmesi gibi birçok test de farklı metodlarla gerçekleştirilmiştir. Antibakteriyel testler ASTM E 2149-10 standartına göre uygulanmıştır.

Anahtar kelimeler: Tekstil, nanoteknoloji, antibakteriyel, fonksiyonel polyester iplik, masterbatch,

ABSTRACT

MSc Thesis

CHARACTERIZATION OF DOPE ADDED ANTIBACTERIAL POLYESTER FILAMENT YARNS

Onur ÇELEN

BURSA TECHNICAL UNIVERSITY

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Material Science and Engineering Department

Master Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Yusuf ULCAI, ULUDAG UNIVERSITY

Co Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Mustafa Erdem ÜREYEN, ANADOLU
UNIVERSITY

July 2013, 115 pages

In this work, preliminary studies to put composite material consisting nanosilver to masterbatch and polyester filament yarn spinning in various cross sections and fiber types were done. Afterwards characterization methods and other physical and chemical analyses were applied to developed masterbatch and polyester yarn to study the effect of nanosilver composite on masterbatch and polyester yarn properties. Eventually bacteria tests were performed using ASTM 2149 test standard to develop nanosilver added polyester filament yarns.

For characterization tests of masterbatch and polyester yarn, SEM, EDX, XRD, NANOSIZER, DSC, TGA methods were applied with other chemical (viscosity, ash, COOH etc) and physical analyses (tenacity, elongation, shrinkage) with different test standards and machines.

Key Words: Textile, Nanotechnology, antibacterial, functional polyester yarn, masterbatch

1 GİRİŞ

Mikroorganizmalar soluduğumuz havada, vücudumuzda, toprakta ve temas ettiğimiz bütün yüzeylerde bulunmaktadır. Özellikle bakteriler enfeksiyon, hastalık, koku gibi sağlıkla ilgili problemlerin yanında tekstil ürünlerinin bozunmasına ve lekelenmesine sebep olabilirler. Bunlar uygun şartlar ortaya çıktığında üreyerek hızla çoğalabilmektedirler. Sıcaklık, nem ve diğer klima faktörleri, toz, yağ ve kir gibi etkenlerin değişik kombinasyonları mikroorganizmaların üremesi için uygun ortam oluşturmaktadırlar. Birçok bakteri türü için 30-37 °C arasındaki sıcaklıklar uygunken, birçok mantar türünün gelişimi için 25-30 °C yeterli olmaktadır. Özellikle hastaneler, askeri ortamlar ve diğer toplu yaşam alanları mikroorganizmaların bulaşma ve hatta salgınlara sebep olabilecek kadar yayılmalarına müsait yerlerdir.

Pamuk gibi doğal lifler gözenekli, hidrofilik yapıları nedeniyle sentetik liflere göre mikroorganizma kökenli problemlere daha duyarlıdır. Öte yandan insan vücudu ile doğrudan temas bakterilere ısı, nem ve besin sağlar. Yani bakteri gelişimi için mükemmel bir çevre ve optimal şartları sunar. [1]

Bu sebeplerle hem kullanıcıyı hem de tekstil ürünlerini mikroorganizma kökenli zararlardan korumak amacıyla genellikle gıda, kozmetik ve tıpta yaygın olarak kullanılan antimikrobiyal etken maddelerin tekstil ürünlerine aplikasyonu ile üretilen tekstil ürünlerine antimikrobiyal tekstiller denilmektedir. Antimikrobiyal tekstil uygulamaları çok eskilere dayanmakla birlikte özellikle son yıllarda hijyen talebinin artmasına paralel olarak bu tip ürünlerin geliştirilmesine yönelik artan bir Pazar talebi bulunmaktadır. Antimikrobiyal tekstiller yaygın olarak (yaklaşık %85 oranında) sporcu giysileri, iç giyim, ev tekstilleri, tıbbi tekstiller ve çoraplarda kullanılmaktadır. Bununla beraber otomotiv tekstilleri, filtreler gibi endüstriyel alanlarda da kullanımları bulunmaktadır. Artan talep nedeniyle özellikle son on yılda ticari olarak çok sayıda yeni lif ve kimyasal geliştirilmiştir.

Dünya yıllık lif tüketimi içinde yaklaşık %40, sentetik lifler içinde yaklaşık %75'lik bir paya sahip olan poliester, her türlü giysiden, mefruşata ve teknik tekstillere kadar tekstil sektöründe vazgeçilmez bir öneme sahiptir. Bu bağlamda polyester ipliklerden üretilen antibakteriyel ürünlerin önemi her geçen gün hızla artmaktadır.

Bu tez çalışmasında polyester eriyiğine lif çekimi aşamasında gümüş katkı antibakteriyel toz katılarak ipliğe antibakteriyel fonksiyonel özelliğin kazandırılması, bu ipliklerin karakterizasyon testlerinin yapılması, testlerden elde edilen verilerin yorumlanması ve antibakteriyel katkı malzemesinin ipliliğin fiziksel ve kimyasal özelliklerine etkilerinin belirlenmesi amaçlanmıştır.

Tez kapsamında kullanılan gümüş katkı kalsiyum fosfat esaslı antibakteriyel toz, Eskişehir Anadolu Teknoloji Parkında yer alan NanoTech İleri Teknolojik Malzemeler ve Elektrik-Elektronik Sistemler Ltd. Şti. tarafından geliştirilmiştir. Tez kapsamındaki çalışmalarda öncelikli olarak antibakteriyel tozun PES ipliğine katılabilir hale getirilebilmesi için tane boyutunun mikron altı seviyeye indirilmesi ve masterbatch içerisinde homojen dağılımını sağlamaya yönelik çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmalarda taşıyıcı polimer ve çeşitli dispersiyon katkılarıyla değişik formülasyonlarda yüksek hızlı karıştırıcıda toz/polimer karışımları elde edilmiştir. Bu toz karışımları da ekstrüzyon prosesiyle masterbatch granülleri haline getirilmişlerdir. Üretilen gümüş katkı masterbatchler iplik eğirme prosesinde değişik doz oranlarında değişik kesit, parlaklık ve tipte polyester iplik yapısına katılarak fonksiyonel katkı polyester iplikler üretilmiştir.

Üretilen gümüş katkı polyester iplikler ve masterbatchler öncelikle KORTEKS A.S. bünyesinde bulunan Kimya ve Tekstil Laboratuvarlarında analiz edilerek gümüşün masterbatch ve ipliğe etkileri araştırılmıştır. Antibakteriyel tozların, geliştirilen masterbatch, iplik ve kumaşların Tane Boyut Ölçümü, SEM, EDX, XRD, gibi metodlarla morfolojik ve fiziksel özellikleri karakterize edilmiştir.

Gümüş katkı polyester ipliklerin antibakteriyel testleri Anadolu Üniversitesi Çevre Sorunları Uygulama ve Araştırma Merkezinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre proseslerde modifikasyonlar yapılarak hedeflenen antibakteriyel özelliğe sahip ipliklerin üretilmesine çalışılmıştır.

1.1 Antibakteriyel Tekstiller

Tekstil ürünlerinde kullanılabilecek çok sayıda antimikrobiyal etken madde bulunmaktadır. Bu maddeler kimyasal yapılarına, çalışma mekanizmalarına, insan ve çevreye etkilerine, uygulandıkları ürüne tutunma karakteristiklerine, çeşitli dış etkilere dayanıklılıklarına, fiyatlarına ve mikroorganizmalarla etkileşimlerine göre çok farklılık göstermektedirler. Tekstil ve konfeksiyonda kullanılan antimikrobiyal ürünlerden temel beklentiler aşağıdaki gibi genelleştirilebilir:

- Zararlı mikroorganizmaları öldürmeli, üremelerine ve yaşam alanı bulmalarına engel olmalı,
- Zararlı mikroorganizmaların bağışıklık kazanmasına olanak vermemeli,
- Bakteri ve mantarlara karşı geniş spektrumlu etkiye sahip olmasının yanında insan üzerinde toksik etkisi olmamalı, tahriş ve alerjik reaksiyona sebep olmamalı,
- Yıkama ve kuru temizlemeye karşı yüksek dayanım göstermeli,
- Uygulandığı ürünün fiziksel özelliklerini ve görünümünü olumsuz etkilememeli,
- Tekstil kullanılan makinelerde uygulanabilmeli ve diğer kimyasallar ile uyumlu olmalı,
- Düşük maliyetli olmalı ve
- Çevreye zararlı olmamalıdır.

Antimikrobiyal tekstillerden beklenen önemli bir diğer husus da derinin kalıcı florasında olan ve patojenik olmayan bakterileri öldürmemesi gerekliliğidir. Bu bakteriler derinin pH dengesini korumasında önemli yer tutmakta ve antibiyotik üreterek patojenik bakteriler için uygun olmayan ortamlar oluşturmaktadırlar.

AIRI/Nanotec IT ve Bax & Willems Consulting Venturing tarafından 2010 yılında yayınlanan rapora göre 2007 yılında tıbbi tekstiller pazarı yaklaşık 8 milyar US\$'lık bir büyüklüğe erişmiştir. Bu da tıbbi tekstiller pazarının beklenenden de daha fazla büyümekte olduğunu göstermektedir. [2]

Antimikrobiyal tekstillerin bir diğ er  nemli hedef pazarı sporcu giysileri ve   ıkalan (outdoor) giysileridir. 2008 yılında Avrupa’da t keticilerin giysi harcamalarının %10’luk b l m  spor kıyafetlerine yapılmıřtır. Buna spor ayakkabıları da d hil edilirse bu oran %19’a çıkmaktadır. Pazar arařtırma řirketi NPD Group Inc.’e g re sporcu ekipmanları, giysileri ve ayakkabıları pazarı 2008 yılında 219 milyar Euro’dur. Bunun da yaklaşık %75’i tekstil  r nleridir. Nike ve Adidas bu alanda iki lider kuruluřtur. 2008 yılında sırasıyla 18,6 milyar US\$ ve 10,8 US\$ ciro ger ekleřtirmiřlerdir.

A ık alan giysileri alanında faaliyet g steren VF (North Face gibi markaların sahibi) ve Colombia firmaları da 2008 yılında yaklaşık 10 milyar US\$’lık ciro elde etmeyi bařarmıřlardır. T m bu firmaların  r nlerinde PET kullanım oranı  ok y ksektir. Bu değ rler antimikrobiyal PET ipliklerinin potansiyelinin y ksekliliğini g stermektedir.

Nanoteknoloji tabanlı fonksiyonel  zellikler sporcu ve   ıkalan giysilerinde ilgi g rmektedir. Nanoteknoloji alanında hidrofobluk, nefes alabilirlik ve antibakteriyel  zellik en y ksek uygulama potansiyeline sahip fonksiyonel  zelliklerdir. [3]

Çizelge 1.1 Antibakteriyel Tekstillerin Kullanım Alanları

Ürün grubu	Ürün adı	Örnekler
Giysiler	Dış giyim	Eşofman, pantolon, süeter, hırka, takım elbise, manto, elbise, yelek
	İç giyim	Atlet, şort, slip, içlik, büstiyer, bel kuşağı, korse
	Yatak giysileri	Pijama, gecelik
	Çoraplar	Soket çorap, ince kadın çorabı, tayt
	Şapka, Eldiven	Şapka, kasket, bere, başlık, kep, eldiven çeşitleri
	Günlük giysiler	Beyaz gömlek, tişört çeşitleri
	Kişisel sağlık ürünleri	Hijyenik şort ve çamaşırlar, hamilelik iç giyim çeşitleri, destekleyici korse ve iç çamaşırları
	Kişisel kullanım ürünleri	Mendiller
Yatak odası tekstilleri	Yataklar	Uyku tulumları, yatak koruyucular
	Yorgan ve battaniye	Yorgan çeşitleri, battaniyeler
	Çarşaf ve yastıklar	Yatak çarşafı, nevresim, yastık kılıfı
Mefruşat	Yer döşemeleri	Halılar, kilimler, halı örtüleri, paspaslar
	Mutfak bezleri	Havlular, kurulama bezleri, örtüler

1.2 Tekstilte Kullanılan Antimikrobiyal Ajanların Bağlanma Biçimleri ve Uygulama Şekilleri

Tekstilte çok çeşitli antimikrobiyal malzeme kullanılmaktadır. Bu malzemeler genel olarak kimyasal yapı, bağlanma ve salınım mekanizması ve biyo aktivitelerine göre sınıflandırılmaktadırlar. Simoncic ve Tomsic tarafından yayınlanan tekstilde kullanılan antimikrobiyal malzemelere ilişkin derlemede antimikrobiyal ajanların pek çoğunun kontrollü salınım mekanizmasına sahip oldukları belirtilmiştir. Bu ajanlar “leaching” antimikrobiyaller olarak da isimlendirilirler. Bu ürünler tekstil malzemesine kimyasal olarak bağ yapmazlar. Bunların antimikrobiyal aktiviteleri tekstil ürünlerinden çevrelerine nemli ortamda yavaş yavaş ve sürekli olarak salınmaları, bakteri ve mantarlara karşı zehir gibi davranmaları ile ortaya çıkmaktadır.

Bağ yapan antimikrobiyal ürünler ise kimyasal olarak tekstil yüzeyine bağlanırlar ve yüzeye temas eden mikroorganizmalara karşı bariyer görevi görürler. Bu ajanlar çevrelerine salınmadıkları için mikroorganizmaların bu ürünlere direnç geliştirme olasılıkları düşüktür. Kimyasal ajanda ve liflerde yeterli reaktif gruplar varsa ajan tekstil yüzeyine kovalent bağ yapabilir. Bununla beraber işlem uygun koşullarda gerçekleştirilmelidir. Bu tip ajanların uygulamalarında kimyasal bağ mekanizması, reaksiyonun başlama ve kataliz koşulları bilinmelidir.

Bağ yapan antimikrobiyallerin yıkama dayanımları çoğunlukla bağ yapmayan ajanlara göre daha fazladır. Ancak yıkama dayanımı antimikrobiyal fonksiyonun kalıcılığını garanti etmez. Kir ve ölü mikroorganizma adsorbsiyonu, ajan ile anyonik deterjan arasında yıkama sırasında kompleks oluşumu gibi sebeplerle antimikrobiyal aktivite azalabilir veya tamamen ortadan kalkabilir.

Tekstil endüstrisinde sadece ajanın antimikrobiyal etkinliği önemli değildir. Çevresel etkileri, sağlık ve güvenlik ile ilgili hususlarda göz önünde bulundurulmalıdır. Tekstil ürünlerinden çevreye salınan ajanlar özellikle suda yaşayan organizmaları olumsuz etkileyebilmektedir. Bağ yapabilen ajanlar çevre açısından daha güvenli kabul edilebilir. Bu nedenle leaching ajanlara alternatif ürünler geliştirilmesi konusunda yoğun araştırmalar yürütülmektedir.

Tekstil teknolojisinde kullanılan ajan ve lif çeşidine göre pek çok farklı uygulama yöntemi vardır. Bu uygulamaları temelde iki şekilde gruplamak mümkündür:

1. Kimyasal lif üretimi sırasında lif polimerine katmak veya liflerin yüzeyini antibakteriyel ajan ile kaplamak:

Termoplastik sentetik lif üretiminde antimikrobiyal ajanlar lif çekme işlemi öncesinde ekstrüderde polimere katılabilir. Bu uygulama yönteminde aktif ajanlar fiziksel olarak malzemenin içine gömüldüğü için dayanımları yüksek ve salınımları da yavaştır. Termoplastik olmayan kimyasal liflerde lif çekiminden sonra yüzeye kaplama yapılabilir.

2. Kumaşlara bitim işlemleri ile uygulamak: Geleneksel apre yöntemleri olan çektirme ve emdirme uygulamalarında antimikrobiyal kimyasallar sentetik, doğal ve bunların karışımlarından yapılmış kumaşlara uygulanabilmektedir. Emdirme yöntemi bu uygulamalarda çoğunlukla tercih edilmektedir. Ayrıca sprey ve köpük bitim işlemleri silikon esaslı quarterner ajanlar için kullanılmaktadır. [1-4-5-7]

1.3 Tekstilde Kullanılan Antimikrobiyal Ajanlar

Antimikrobiyal lif ve apre kimyasalı geliştirilmesinde genellikle gıda, kozmetik ve tıpta yaygın olarak kullanılan antimikrobiyal etken maddeler modifiye edilmektedir. Bu alanlardan farklı olarak etken maddeler tekstil ürünlerinde çok daha düşük konsantrasyonlarda kullanılmaktadır.

Antimikrobiyal malzemelerin uygulama miktarları esas olarak MIC (Minimal Inhibitory Concentration, Minimum Durdurucu Konsantrasyon) ve MBC (Minimum Biocidal Concentration, Minimum Biyosidal Konsantrasyon) değerine göre belirlenir. Biyosidal aktivite için MBC değeri aşılmalıdır. Biyostatik aktivite için MIC gereklidir. Etken madde miktarı MIC değerinin altına düştüğünde antimikrobiyal etki de hızlı biçimde düşmektedir. Bu nedenle uygulamalarda MIC değerinin üzerinde bir değerin ürüne bağlanması hedeflenmelidir.

Gao ve Cranston tekstil ürünlerinde kullanılan antimikrobiyal ajanları aşağıdaki gibi sınıflandırmışlardır:

- Metaller ve metal tuzları (gümüş vb),
- Kuaterner amonyum tuzları,
- PHMB (polyhexamethylene biguanide),
- Triklosan,
- Kitosan,
- N-halamin. [4]

1.3.1 Kuaterner Amonyum Bileşikleri

Katyonik yüzey aktif ajanlar (kuaterner amonyum tuzları gibi), uzun yıllardır antiseptik ve dezenfektan olarak bilinmektedirler. Tekstil ürünlerinde monoamonyum ve “gemini” veya “dimerik” amonyum sörfektantlar alkil, alkilaril ve perflorinlenmiş hidrokarbon grupları kullanılmaktadır.

QAS’ın katyonik amonyum grupları ile mikrobun negatif yüklü hücre membranı interaksiyonları antimikrobiyal fonksiyonu arttırmaktadır. Bu interaksiyonlar sörfektan-mikrop komplekslerinin oluşmasına neden olur. Bu hücre membranının yaşamsal fonksiyonlarının ve protein aktivitesinin kesilmesini sağlar. QAS’lar ayrıca bakteri DNA’sını etkiler ve çoğalma aktivitesinin yok edilmesine sebep olurlar. Pozitif özelliklerinin yanında QAS’ların zayıf yönü tekstil ürünlerinden salınmalarıdır. QAS’ların yapısında life kimyasal olarak bağlanmalarını sağlayacak reaktif fonksiyonel gruplar yoktur. Kalıcı bağ yapabilen QAS’lar geliştirilmesi konusunda çok sayıda çalışma vardır. [1-4-6]

1.3.2 N-halaminler

N-halaminler azot ve halojen (çoğunlukla klorin) arasında oluşan bir veya iki kovalent bağ içeren heteroçiklik organik bileşiklerdir (N-X). N-halaminler pek çok bakteri, mantar ve virüse karşı etkilidir. Antimikrobiyal özellik N-Cl bağındaki Cl'nin H ile elektrofilik yer değiştirmesinden kaynaklanmaktadır.

Bu reaksiyon suyun varlığında gerçekleşir ve Cl^+ iyonları mikroorganizmanın aseptör bölgelerine bağlanır. N-H bağlarının antimikrobiyal aktiviteleri yoktur. Bu nedenle antimikrobiyal aktivitenin tekrar kazanılması için sodyum hipoklorite ihtiyaç vardır. [4-7]

1.3.3 Kitosan

Kitosan kitinin deasetillenmiş türevidir. Doğal polisakkarittir ve kabuklu deniz canlılarından elde edilir. Antimikrobiyal özelliğine ek olarak toksik olmaması, biyoyumlu ve biyo çözünür olması gibi avantajları vardır. Antimikrobiyal lif çekiminde ve bitim işlemlerinde kullanımı ile ilgili çalışmalar vardır. Çoğunlukla selüloz, selüloz/PES ve yün de kullanımına ait çalışmalar vardır. Antimikrobiyal özelliği polikasyonik doğasından gelmektedir. QAS için belirlenen antimikrobiyal fonksiyona benzer fonksiyona sahiptir. Önemli dezavantajı selüloza karşı düşük adhezyonudur. Selüloz liflerine güçlü biçimde bağlamak için çeşitli çapraz bağlayıcılar kullanılmaktadır. Bunların çoğunluğu polikarboksilik asittir. [4-7-8]

1.3.4 PHMB

Polibiguanidler aynı veya farklı uzunlukta hidrokarbon bağlayıcılar ile ayrılmış kasyonik biguanid tekrar eden üniteleri içeren polimerik polikasyonik aminlerdir. Bunların arasında en önemlilerinden birisi 11 biguanid birimi olan poli (hegzametilen biguanid) (PHMB)dir.

PHMB yaygın olarak tıpta antiseptik olarak özellikle yara enfeksiyonlarını engellemek amacıyla antibiyotik direnci olan bakterilere karşı kullanılır. Yüksek biyosidal etkisi ve düşük toksisitesi nedeniyle tekstilde de ilgi çekmektedir. Esas olarak selülozik liflerde kullanılmaktadır. [4-7]

1.3.5 Halojenlenmiş fenoller

Bunların içersinde triklosan 5-kloro-2-(2,4-diklorofenoksi) fenol en yaygın kullanılan biyosittir. Triklosan çok fazla sayıda üründe kullanılmaktadır. Bu yaygın kullanım dirençli mikroorganizma gelişimi riski oluşturmaktadır. Polikarboksilik asit çapraz bağlayıcı ile selülozik liflere uygulanmaktadır. Siklodekstrinlerle ve mikrokapsül halinde uygulamaları konusunda da çalışmalar bulunmaktadır. [4-7]

1.3.6 Metaller ve Metal Tuzları

Birçok ağır metal bileşik içinde veya serbest halde çok az konsantrasyona sahip olsalar bile mikroplara karşı yüksek bir toksik etkiye sahiptir. Bunlar intraselüler proteinlere bağlanır ve onları inaktive ederler. Son yıllarda nanoboyutlu metal ve metal oksit uygulamaları yoğun ilgi çekmektedir. Tekstilde bu uygulamalar esas olarak gümüş (Ag), titanyum dioksit (TiO₂), çinko oksit (ZnO) ve bakır II oksit (CuO) üzerine odaklanmıştır.

Metal iyonlarının mikroorganizmalara karşı gösterdikleri direnç aşağıdaki gibi sıralanabilir:

Ag > Hg > Cu > Cd > Cr > Pb > Co > Au > Zn > Fe > Mn > Mo > Sn

Metal iyonlarının mikroorganizmaların gelişmelerini iki mekanizma ile engellediği düşünülmektedir. İlk olarak hücre membranına zarar verirler veya onu delerek hücresel enzimlerin -SH gruplarına bağlanırlar. Bunun sonucunda oluşan enzimatik aktivitedeki kritik azalma, mikroorganizmanın metabolizmasının değişmesine hücre gelişimi azalmasına ve böylece hücrenin ölümüne kadar giden sürece sebep olur.[4-7]

1.3.7 Gümüş

Gümüş nitrat ve gümüş sülfadiazin 1960’lardan beri yanık yaralarının tamamlayıcı tedavisinde kullanılmaktadır. Bununla beraber gümüş ürünlerinde gümüş salınımı deri yüzeyinde veya yara sıvılarındaki klorit veya proteinler ile çok hızlı biçimde inaktive olmaktadır. Gümüş, deri irritasyonu gibi negatif yan etkilere sahip değildir.

Kimyasal olarak metalik gümüş göreceli inerttir. Fakat deri yüzeyindeki nem ile interaksyonu gümüş iyonlarının serbest kalmasını sağlar. İyonik gümüş hayli reaktiftir ve doku proteinlerine bağlanır. Bu durum bakterinin hücre duvarında, intrasellüler ve nükleer membranlarda yapısal değişikliklere sebep olur. Gümüş, mikroorganizmalardan K^+ salınımına neden olur; sitoplâzma ve sitoplâzma membranındaki pek çok enzim, gümüş etkisinin hedef yeridir. Gümüş iyonları nükleik asitlerle de ilişkiye girer.

Kullanım sırasında gümüş, nemli ortamlarda iyon formuna geçerek liflerin yüzeyine yayılır. Yayılacak gümüş miktarı lifin kimyasal ve fiziksel karakteri ile lif içindeki gümüş miktarına bağlıdır. Kademeli ya da kontrollü salınım biyosidal aktivitenin uzamasını sağlar. [4-7]

Yara örtüsünde olduğu gibi diğer tekstil uygulamalarında da gümüş günümüzde en yaygın kullanılan antimikrobiyal ajandır. Gümüşün *E.Coli* bakterisine karşı etki göstermesi için gerekli MIC değeri 0,05-0,1 mg/l’dir. Nanoboyutlu gümüşün antimikrobiyal özelliği elementel gümüşe göre daha fazladır. Polimer içine katılmış nanoboyutlu gümüşün *E.coli* bakterisine karşı elementel gümüş ile karşılaştırıldığında iki kat etkili olduğunu bildirmektedir.

Gümüşün ticari olarak kullanıldığı çok sayıda antimikrobiyal lif ve iplik bulunmaktadır:

- Thomson Research Associates Ultra-Fresh® ve Silpure® ürünlerini üretmektedir. Milliken firması AlphaSan® isimli gümüşlü antimikrobiyal malzemeyi üretmektedir. Bu malzeme gümüş içeren zirkonyum fosfat esaslı seramik iyon değiştirici reçinedir. Lif çekimi sırasında ekstrüderden katılabilmektedir. Bu malzeme farklı firmalarca kullanılmaktadır.

- O'Mara firmasının ürettiği PET ve naylon ipliklerinde (MicroFresh[®], SoleFresh[®]), Sinterama firmasının PET ipliğinde(Guard-Yarn[®]) gümüş kullanılmaktadır.

- AgION Technologies firması da iyon değiştirme mekanizmasını kullanan gümüş esaslı malzemeler üretmektedir. Bu malzemelerde taşıyıcı olarak zeolit kullanılmaktadır. Polimere ve kaplama malzemelerine katılabilmektedir. Zeolit içindeki gümüş iyonları nemli ortamda sodyum iyonları ile yer değiştirerek bakteriyel gelişimi kontrol etmektedirler.

- Trevira tarafından üretilen Bioactive[®] PET lifleri de gümüş katkıdır. SeaCell[®] Active lifleri gümüş kaplanmış rejenere selüloz esaslı liflerdir.

- Son zamanlarda Nanohorizon Inc. Firması yüne uygulanabilen ticari gümüş esaslı apre malzemesi geliştirmiştir (SmartSilver[®]).

Çizelge 1.2. Gümüşün bazı tekstil malzemelerine uygulama şekilleri

	Lif	Uygulama metodu	Ticari ürün	Yorum
Gümüş	Polyester	Bitim işlemi/ lif çekimi	Var	Yavaş salınım, kalıcı fakat gümüş azalabilmektedir
	Poliamid	Lif çekimi	Var	
	Yün	Bitim işlemi	Var	
	Rejenere selüloz	Bitim işlemi	Var	

1.4 Polyester ipliğinin tarihçesi ve genel bilgileri

İlk olarak poliester lifinin tanıtılması ve tanımı, Dacron ticari ismi ile Dupont firması tarafından 1951 yılında Amerika’da yapılmıştır. Poliester liflerinin çekimi ile ilgili bilgiler esas olarak 1930 yıllarındaki W.H.Carothers (Dupont) patentlerine ve dokümanlarına dayanmaktadır.

1950'lerden 60'lı yıllara kadar Dimetil Teraftalat'ın etilen glikol (EG) ile transesterleşmesi, çoğu zaman diskontinü iki reaktörlü tesislerde, PET üretimi için tek kullanılan önemli bir yöntem idi. 60'lı yılların sonunda Amerikan Amoco ve İngiltere ICI firmaları tarafından endüstriyel ölçekte saflaştırılmış Saf Teraftalik Asit (PTA) üretimi gerçekleştirildi. Bu proses PET üretiminde PTA ve EG'nin esterleşmesi için daha kolay ve ekonomik yollar açtı.

Günümüzde elyafın, ipliklerin, filmlerin ve şişelerin yanında çok değişik türden endüstriyel ürünler PET'den imal edilmektedir. Teknik tekstillere ve endüstriye hitap eden polyester iplikler çok önemli ve hızla yükselen bir pazara sahiptir.

Polyesterin göze çarpan önemli özellikleri; kuru ve ıslak mukavemetinin iyi olması ve ısı uygulaması sonrası çok iyi boyutsal stabilite göstermesidir.

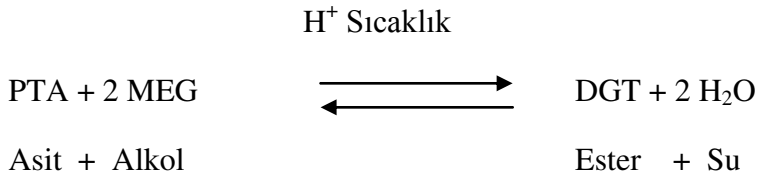
Poliester (PET) tekstil ve plastik endüstrisinde yaygın olarak kullanılan polimerlerden birisidir. Poliester liflerinden üretilmiş giysilik ve döşemelik kumaşlar, halılar ve teknik tekstiller gibi malzemeler günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır. Tekstil malzemelerinde poliester liflerinin tercih edilmesinin nedenleri, düşük maliyet, kolay işlenebilirlik, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet ve kimyasal dayanımlarının iyi olmasıdır. [9-10]

1.4.1 PET'in Kimyasal Reaksiyonu

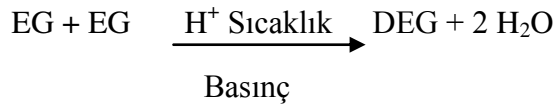
PTA ve Mono Etilen Glikol (MEG) önce pasta tankında karıştırılır daha sonra bu karışım 5 reaktörden oluşan poly tesisine gönderilir.

Reaktörlerde gerçekleştirilen reaksiyonlar iki ana kısımda ele alınabilir.

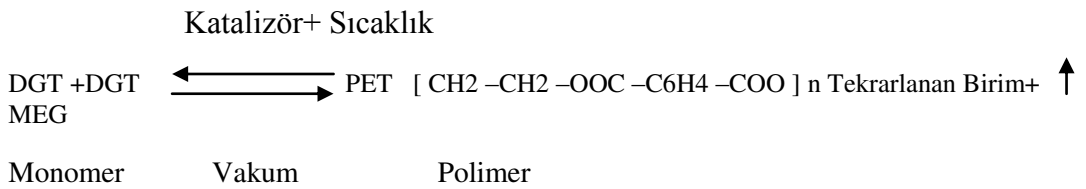
1) Esterleşme Reaksiyonu



Esterleşme reaksiyonunun başlayabilmesi için gerekli minimum sıcaklık 240°C dir. Esterleşme reaksiyonu yan ürün olarak da DEG meydana gelmektedir.



2) Polikondenzasyon Reaksiyonu



Polikondenzasyon düşük molekül ağırlıklı monomerlerin (DGT) zincir polimer molekülü oluşturmak üzere birbirine bağlanması ve bu arada EG'nin ortamdan uzaklaştırılması kademesidir.

Reaksiyon dengesinin sağlanması bakımından özellikle EG'nin R05' ten gaz fazında tamamen ayrılması şarttır. Vakum bu nedenden dolayı bu kademedede öneme sahiptir. Polikondenzasyon reaksiyonu kataliz gerektirir ve Sb(AC)₃ kullanılmaktadır. [10]

1.5 Polyester Filament İplik Üretimi Bilgileri

1.5.1 POY-FDY iplik üretimi

POY-FDY Üretiminde direkt hatlarda beşinci reaktörden eşit zamanda eşit yol prensibine göre polyester eriyiği üretim kasasına gelir. Cips kullanımındaysa cips ekstrüdere beslenir. Masterbatch granülü formatındaki katkı malzemeleri de planlanan dozda ekstrüderin yan beslemesinden dahil edilir. Her iki sistemde de polyester eriyiği spin pompalarına, oradan da belli basınçla düze bloğuna gelir. Çeşitli filtrelerden ve metal kumlardan oluşan düze bloğundan geçen eriyik, sonunda düze deliklerinden aşağıya doğru akmaya başlar.

Bu akış esnasında quench havası denilen sistemle katılır ve spinfinish yağıyla filamanlar birleşerek alt kısımdaki galetlerden belirli sarım sayılarında geçerek winder sistemiyle bobin olarak sarılır.

POY üretiminde iki adet soğuk silindir vardır. İplik sadece belirli sarım hızlarında bobin olarak sarılır. Galetlerin soğuk olması ve galetlerin aralarında hız farkı olmaması nedeniyle iplik kristalin yapısını tam oluşturmaz, amorf bölgeleri fazladır.. POY ipliklerin fiziksel değerleri tekstil proseslerinde bu halleriyle kullanılmalarını engellemektedir. Bu yüzden ard bir işlem olan tekstüre işlemine tabi tutulmalıdırlar.

FDY ipliklerinde ise iplik her biri ikişer galete sahip çift galet sisteminden geçer. Galet sistemleri arasında çekim hızı farkı olması ve ilk üç galetin sıcak olmasından dolayı FDY iplikleri yeterli kristalin bölgeye sahiptir. FDY iplikleri fiziksel değerleri bakımından tekstil proseslerinde direkt kullanılabilirler. Tekstüre iplikten farkı daha düz, az hacimli, elastikiyet ve kıvrım değerlerinin az olmasıdır. [10]

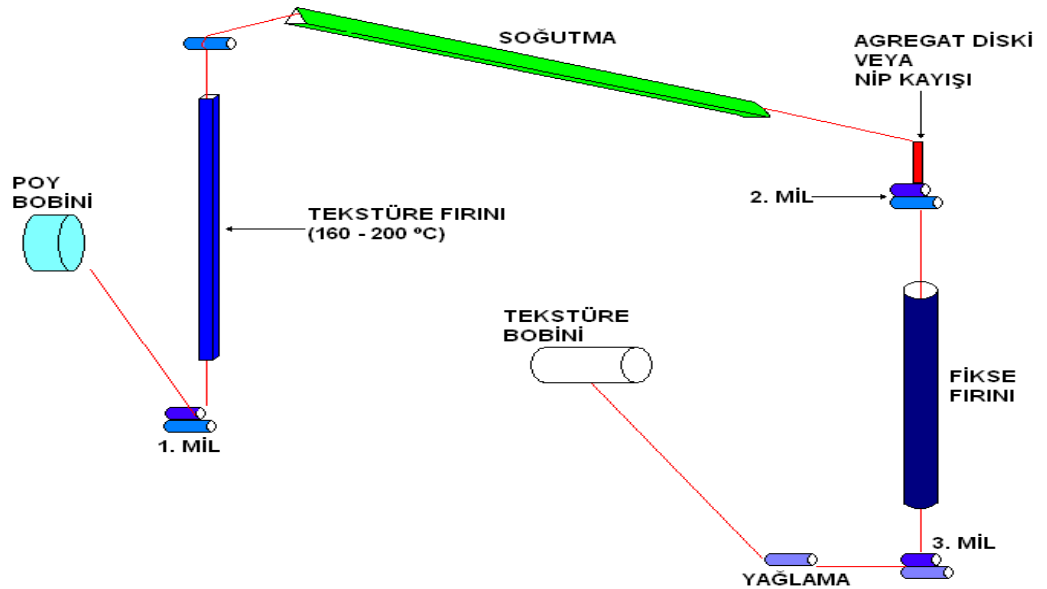
1.5.2 Tekstüre iplik üretimi

POY, tekstüre ipliğin ham maddesidir. POY'lar üretimden, direk hattan işletmeye alınabildiği gibi, ihtiyaç halinde stoktan paketlenmiş olarak da alınabilir.

Tekstüre bölümünde POY üretiminden alınan POY bobinleri tekstüre makinelerinin cağlıklarına yüklenir. 1 ve 2. millerin farklı dönüş hızları sayesinde ısıtma işleminin de yardımı ile yarım kalmış olan çekilme işlemi tamamlanır (İplik tam oryente hale getirilmeye çalışılır).

Flaman kopmalarını engellemek ve oryantasyon işleminin sağlıklı olarak gerçekleşmesini sağlamak amacıyla soğutma plakalarından geçirilerek 70-80 °C' ye kadar soğutulan iplik, agregat disklerinden geçirilerek yalancı büküm metodu ile hacimlendirilir ve doğal ipliğe benzetilmeye çalışılır. Friksiyon esnasında iplik üzerinde oluşan dönme hareketini (iplik canlılığı, dönme) minimum seviyeye indirmek için 2. fikse fırınından geçirilerek friksiyonda kazandırılmış olan kıvrımlar sabitlenmeye çalışılır.

2. fırın çıkışından sonra statik elektriklenmeyi önlemek amacıyla aynı zamanda temizleyici özelliği bulunan kone yağı ortalama %2,7 oranında ipliğe verilip şanjur klavuzu vasıtasıyla plastik veya karton masurana üzerine bikonik sarım açısıyla belirli bir gerginlikte sardırılır.



Şekil 1.1 Tekstürize işleminin şematik gösterimi

Belirtilen bu ipliği elde edebilmek için yukarıda bahsedilen her bir bölgenin bir parametre değeri vardır. Bu parametrelerin toplamı o ipliğin reçetesini oluşturur. [10]

1.6 Tez Kapsamında Yapılan Karakterizasyon Testleri:

1.6.1 Taramalı elektron mikroskop (SEM) analizi

Elektrooptik prensipler çerçevesinde tasarlanmış taramalı elektron mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM), bu amaca hizmet eden cihazlardan birisidir. Taramalı Elektron Mikroskobu, birçok dalda araştırma-geliştirme çalışmalarında kullanımı yanında, mikro elektronikte yonga üretiminde, sanayinin değişik kollarında hata analizlerinde, biyolojik bilimlerde, tıp ve kriminal uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. İlk ticari taramalı elektron mikroskobu 1965'de kullanılmaya başlanmış, bundan sonra teknik gelişmeler birbirini izlemiştir.

Taramalı Elektron Mikroskobunda (SEM) görüntü, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektronların numune üzerine odaklanması, bu elektron demetinin numune yüzeyinde taratılması sırasında elektron ve numune atomları arasında oluşan çeşitli girişimler sonucunda meydana gelen etkilerin uygun algılayıcılarda toplanması ve sinyal güçlendiricilerinden geçirildikten sonra bir katot ışınları tüpünün ekranına aktarılmasıyla elde edilir. Modern sistemlerde bu algılayıcılardan gelen sinyaller dijital sinyallere çevrilip bilgisayar monitörüne verilmektedir.

Malzemeden sökülen elektrondan elde edilecek bilgiler:

Secondary (ikincil) elektron: yüzey morfoloji bilgisi

Back-scattered (geri saçılan) elektron: bileşen farkı ve yüzey topografi bilgisi

X-ray (ışını): element cinsi tespiti

SEM ' de analiz yapılacak numunenin maksimum boyutları:

Eni: maks 7,5 cm

Boyu: maks 7,5 cm

Yüksekliği: maks 1,5 cm olmalıdır. [11]

1.6.2 EDX analizi

Numunenin yüzeyine yüksek enerjili elektronlar çarptığında bu çarpışmalardan dolayı numune yüzeyinden bazı elektronlar kopar. Eğer bu elektronlar içteki (çekirdeğe yakın) orbitallerden koparılmışlarsa atomlar kararlılıklarını kaybederler. Tekrar kararlı hale gelebilmek için dış orbitallerdeki elektronlar iç orbitallerdeki boşlukları doldururlar. Dış orbitallerdeki elektronların enerjileri iç orbitallerdeki elektronların enerjilerinden daha yüksek olduğu için, dış orbital elektronları iç orbitalleri doldururken belli bir miktar enerji kaybetmek zorundadırlar. Bu kaybedilen enerji X-ışını şeklinde ortaya çıkar. Ortaya çıkan X-ışınlarının enerjisi ve dalga boyu sadece atomla ilgili olmayıp o atomun alışverişinde bulunan orbitalleri ile ilgili karakteristik bir özelliktir. [12]

1.6.3 XRD (X ışınımı kırınımı) analizi

X Işını Kırınım yöntemi (XRD) her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Bir kristalin faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar.

İlk kez Max Van Laue tarafından kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir. Çalışma prensibi numuneye X ışını göndererek kırılma ve dağılma verilerinin toplanmasıdır.

X ışını kırınım (XRD) tekniği; Kristalinite oranı, kristal büyüklüğü, kristal yapısı ve bozukluğu gibi polimerin kristalin yapısının analizinde kullanılır. Kristal yapılarının x ışını farklı kırma özelliğinden faydalanılır. [13-14]

Uygulama alanları:

- Metal ve alaşım analizlerinde
- Polimerlerin analizinde
- İnce film kompozisyonu tayininde

1.6.4 DSC (Diferansiyel taramalı kalorimetri) analizi

Diferansiyel Taramalı Kalorimetre termal analizlerde en popüler teknik olup, ilk olarak 1963 de Perkin ELMER firması tarafından piyasaya sürülmüştür. DSC genel olarak linear sıcaklık eğrisinde numuneden kantatif olarak kalorimetri bilgisini öğrenmeye çalışır.

DSC nin belli başlı kullanım alanlarına:

- ✓ Polimer,
- ✓ Plastik,
- ✓ Gıda,
- ✓ Medikasyon,
- ✓ Seramik ve cam sektörleri verilebilir.

DSC analizi parçanın ısıtılması, soğutulması ve eş sıcaklıkta tutulmasıyla oluşan enerji farklılıklarındaki değişimlerini analiz eder. Enerji farklılıklarıyla, numunede nicel olarak gözlenen hal değişimi ve de olduğu noktalarda sıcaklığın bulunmasına ve ayrıca erime sürecine bağlı olarak malzeme karakterizasyonuna, camsı hal değişim ölçümlerini ve bunlar gibi çok sayıda karmaşık durumda kullanıcıya ölçme ve analiz etme olanağı sağlar. DSC sistemlerinin ortam sıcaklığı genellikle başlangıçta 30 C° civarındadır.

Genel olarak termal analizin yaygın olarak kullanılan tarama hızı 10 C°/dk ' dir. Ancak ticari olarak kullanılan aygıtlarda çalışma bölgesi 0.001-500C°/dk arasında olabilir.

Tarama hızı aralığı hassasiyet, sıcaklık ayarı, kararlılık, analiz zamanı, hal değişimi gibi faktörlere göre değişiklik gösterebilir. Saf gaz olarak yaygın olarak genellikle inert atmosfer sağlamak ve numunenin oksitlenmesini engellemek için nitrojen seçilmektedir. Helyum, oksijen ve nitrojen çok düşük sıcaklıklarda sıvı halde olmaları sebebiyle DSC çalışmalarında kullanılır. Argon gibi gazlarsa 600 C° üzeri sıcaklıklardaki çalışmalarda faydalıdır.

DSC tekniği, numune ile referans numune arasındaki ısı akışını ölçülmesi sistemine dayanır. Maddenin fiziksel halinde değişim meydana geldiğinde veya kimyasal reaksiyona girdiğinde, sistem ısı absorblar (Endotermik) veya ısı açığa çıkar (Egzotermik) [11-15]

Analizde numunenin belirli koşullarda ısıtılması sırasında meydana gelen entalpi değişimleri ölçülür. Analiz edilen numune (S) ile referans numune (R) aynı koşullarda ısıtılır. Isıtma sırasında numunede meydana gelen fiziksel hal değişimi veya kimyasal reaksiyonlar sonucunda numunenin sıcaklığı, referans malzemeye göre değişim gösterir. Sonuç olarak S ile R arasında ΔT kadar sıcaklık farkı oluşur.

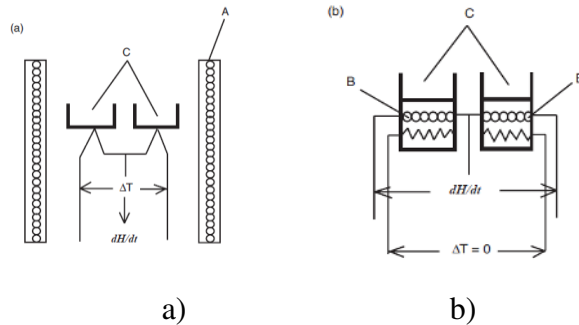
DSC yöntemleriyle analiz edilen termal olaylar;

Durum	ENDO	EXO
Faz değişimi	X	X
Erime	X	
Kristalleşme		X
Buharlaşma	X	
süblimasyon	X	
Oksidasyon		X
Bozunma	X	X
Ön kürleşme (reçine)		X
Camsı geçiş	eğri değişimi	
Cp değişimi	eğri değişimi	

Çizelge 1.3 DSC ile yapılabilecek analizler

Isıl faz değişiklikleri	Erime, kristalleşme, süblimleşme gibi hal değişimleri tespit edilebilir.
Camsı geçiş sıcaklığı (T_g)	Polimerlerin amorf halde bulunan zincirlerinin camsı halden kauçuğumsu hale geçtiği sıcaklık DSC ile ölçülebilir.
Faz değişim entalpisi	Numune faz değiştirirken ölçülen ısı akışı miktarıdır. Genellikle Joule/gram birimiyle gösterilir. Erime entalpisi ΔH_e olarak gösterilir
Kristal yapı oranı	Polimer zincirlerinin eridiği sıcaklık aralığında gözlemlenen ısı alışverişi ölçülerek (ΔH_e ya da ΔH_k), test edilen polimerin kristal yapı oranı hesaplanır ve yüzde birimiyle verilir.
Kristalleşme noktası	Polimer zincirlerinin kristal yapı oluşturmaya başladığı ve bu faz değişiminin maksimum olduğu sıcaklık değerleri ölçülür.
Polimerizasyon dönüşümü	Özellikle termoset reçinelerin sabit bir sıcaklıkta (<i>izoterm</i>) tutularak tepkimeye sokulması sırasında zaman bağlı olarak polimerizasyon dönüşümü hesaplanabilir.

DSC Çeşitleri



Şekil 1.2 DSC teknikleri; a) heat flux DSC, b)power compensated DSC

A → fırın,

B → ısıtıcılar C → numune ve referans numune tutucu

Heat flux DSC

Isı Akışı DSC tekniği aynı zamanda "Kantitatif DCS" olarak da adlandırılır. Çünkü bu teknikle sıcaklık farklılıkları direk olarak ölçülüp, ısı akışı farklılığına çevrilebilir. Sıcaklık farklılıklarından (dT/dt), ısı akışı farklılıklarına (dH/dt) dönüşüm bilgisayara yüklenmiş algoritmalar sayesinde simultane olarak gerçekleştirilir.

Power compensated DSC

Bu teknikde numune ve referans kapları birbirine denk iki ayrı fırında ısıtılmaktadır. Bu ısıtılma sürecinde her iki fırının sıcaklığı birbirine denk olacak şekilde tutulur. Numunede olabilecek endotermik veya ekzotermik bir reaksiyonda veya faz değişiminde fırın enerjisi artırılıp azaltılarak referans fırına denkleştirilir. Bu enerji değeri doğrudan grafiğe aktarılır. Sıcaklık ölçümleri platin dirençli sensörlerle yapılır.

Isı akısının sıcaklığa karşı grafiklerinden elde edilen pikler analiz edilerek maddenin termal davranışı hakkında bilgi edinilir. Piklerin başlangıç ve son sıcaklıkları faz değişim aralığını, pikin altındaki alandan ise faz değişimi sırasında alınan veya verilen ısı hesaplanır. Onset ve endset noktaları elde edilen pike çizilen tanjant doğruların temel çizgi (base line) ile kesiştiği noktalardan elde edilir.

Güç dengeleyici DSC tekniğinde ise numunede oluşan entalpi değişimi direkt olarak ölçülür. Sonuçlar dH/dt , cinsinden verilir. DSC sisteminde numune ve referans numunesinin tutulduğu iki ayrı bölme mevcuttur. Her bölme, ısının kontrol edildiği kendi ısıtma elemanına sahiptir. Cihaz ($T=0$) olacak şekilde sistemi kontrol eder. Numunede ısıl bir olay gerçekleştiğinde, numunenin bulunduğu bölmenin ısıtıcı elemanı referansla numunenin aynı sıcaklığa sahip olması için gereken işlemi yerine getirir. Eğer endotermik bir reaksiyon meydana geliyorsa, referansla numunenin aynı sıcaklıkta olması için ısıtıcıların gücü artırılır.

Egzotermik bir reaksiyon oluşuyorsa, referansla numunenin aynı sıcaklıkta kalması için ısıtıcıların gücü azaltılarak numunede soğuma meydana getirilir. Güç ayarı, reaksiyon ısısının oluşturduğu ısıyı dengeleyecek ısıнын taşınımını sağlayacak şekilde yapılır. [15]

DSC eğrilerini etkileyen faktörler

Isıtma Hızı:

Isıtma hızı artırıldığında, ısı etki sıcaklıkları artar. Pik sıcaklıkları ve pikin genişliği artarken, yakın sıcaklıklarda yer alan piklerin birbirinden ayırt edilebilmeleri güçleşir. Yani ölçüm hassasiyeti azalır. İyi bir ölçüm için 5-10°C /dakikalık ısıtma hızları uygulanır.

Örnek Miktarı, Partikül Boyutu ve Partikül Paketlenmesi:

Numune miktarının artması pik alanının genişlemesine neden olur. DSC eğrileri karşılaştırılırken kullanılan numunenin toz boyutlarının aynı olması sağlanmalıdır. Çünkü boyut reaksiyonun gelişimini etkiler. Sıkı bir partikül paketlenmesi varsa reaksiyonlar engellenebilir veya ayrışan gazların uzaklaşması gecikebilir.

Örnek Şekli:

Örnek toz numune veya disk şeklinde kesilmiş ince film veya membran olabilir.

Kesme:

İşlemi sırasında plastik deformasyon olursa sonuçlar etkilenebilir. [15-16]

1.6.5 Termogravimetrik Analiz (TGA)

Termogravimetrik teknik, herhangi bir maddenin kontrollü bir sıcaklık programına tabi tutulurken, sıcaklığın fonksiyonu olarak ağırlığının ölçülmesine dayanan bir tekniktir. Isıtma işlemi sabit sıcaklıkta (izotermal) yapılabildiği gibi, sıcaklık zamanla lineer olarak değiştirilerek de (izotermal olmayan) yapılabilir.

Genellikle termogravimetrik teknik, maddenin bazı fiziksel parametrelerini, sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçer. Termogravimetri tekniğinde, örnek ısıtılarak bir terazi yardımıyla ağırlığındaki değişim ölçülür; bu değişim sıcaklığa karşın kaydedilerek, “ağırlık kaybı eğrileri” veya “termogram” denilen grafikler elde edilir.

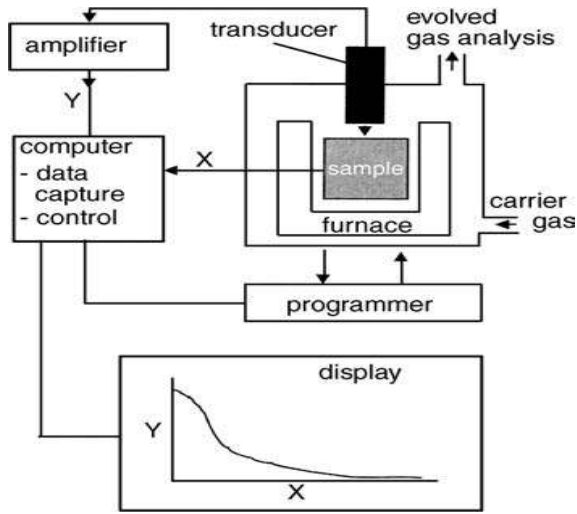
Termoanalitik uygulama açısından, özellikle de bir bileşiğin stabilitesi kontrol edilirken, TGA eğrilerindeki yatay bölgeler en önemli kısımlardır. Bu yöntemin pratikte uygulanmasında önemli sorunlar vardır. Örneğin, eğer iki tepkime çok yakın gerçekleşiyorsa aynı sıcaklık aralığında etkileri birleşmektedir; tepkime hızlarının farklı olması da sorun yaratmaktadır. Böyle durumlarda TGA eğrilerinin yorumlanması zor olmakta ve yöntemin hassasiyeti de azalmaktadır.

Ağırlık kaybı eğrilerinin geometrik şekillerinden yararlanılarak incelenen madde hakkında birçok bilgi elde edilebilir. Bozunan maddenin, stabilitesi ve bileşimi, oluşabilecek herhangi bir ara ürünün termal stabilitesi ile bileşimi ve eğer varsa artığın bileşimi konusunda bilgi verir. Bu teknikle yorumlanabilir bilgi edinebilmek için numunenin çeşitli fiziksel ve kimyasal prosesler sonucu oluşan bir ürün içermesi gerekmektedir.

TGA, yaygın olarak üç değişik şekilde uygulanmaktadır:

- ✓ Numunenin kütlesinin sabit sıcaklıkta zamanın bir fonksiyonu olarak kaydedildiği izotermal Termogravimetrik teknik,
- ✓ Numunenin, artan bir seri sıcaklıktan herbirinde kütlesi sabit kalana kadar ısıtıldığı quasi-izotermal Termogravimetrik teknik,
- ✓ Numunenin, sıcaklığı önceden belirlenmiş bir şekilde değiştirilen bir ortamda ısıtıldığı dinamik Termogravimetrik teknik,

Bir termogravimetrik alet başlıca su bileşenleri içermektedir:



Şekil 1.3 TGA şematik gösterimi

1. Terazî
2. Isıtma cihazı
3. Sıcaklık ölçüm ve kontrol birimi
4. Kütle ve sıcaklık değişimlerini otomatik olarak kaydeden sistem
5. Örneğin içinde bulunduğu atmosferi kontrol eden bir düzenek

Termogravimetrik analize etki eden faktörler

Tüm termal analiz yöntemlerinde olduğu gibi bu yöntemde de analizin ölçüm Doğruluğunu etkileyen bazı değişkenler vardır. Bunlardan en önemlileri olan ve temel olarak kütle-değişimi eğrisini etkileyen faktörler iki sınıfta toplanmaktadır.

Enstrümantal faktörler

- a) Fırın ısıtma hızı
- b) Kaydedici hızı
- c) Fırın atmosferi
- d) Numune kabı ile fırının geometrisi
- e) Kaydedici mekanizmanın hassasiyeti
- f) Numune kabının malzemesi

Numunenin özellikleri

- a) Numune miktarı
- b) Çıkan gazların numune içindeki çözünürlüğü
- c) Tane boyutu
- d) Tepkime ısısı
- e) Numune yığın yoğunluğu
- f) Numunenin yapısı
- g) Termal iletkenlik

TGA analizinin kullanıldığı uygulama alanları

Fiziksel Değişimler

- ✓ Süblimasyon
- ✓ Buharlaşma
- ✓ Absorbsiyon
- ✓ Desorbsiyon
- ✓ Adsorbsiyon

Kimyasal Değişimler

- Katı – Gaz
- Katı1- Katı2 + Gaz
- Gaz + Katı1- Katı2
- Katı1 + Katı2 - Katı3 + Gaz

Termogravimetrimin kullanım alanları şöyle sıralanabilir:

- İnorganik, organik ve polimerik maddelerin ısıl bozunumu
- Metallerin yüksek sıcaklıklarda ve çeşitli atmosferlerdeki korozyonu
- Katı hal tepkimeleri
- Minerallerin pişirilmesi ve kalsinasyonu
- Sıvıların distilasyonu ve evaporasyonu
- Kömür, petrol ve odunun pirolizi
- Rutubet, uçucu bileşen ve kül içeriği tespiti
- Evaporasyon ve süblimleşme hızları
- Dehidrasyon ve higroskopiklik çalışmaları
- Otomatik termogravimetrik analiz
- Polimerik maddelerin ısıl oksidatif bozunması
- Patlayıcı maddelerin bozunması

Termogravimetrik analizde oluşan deneysel hataların kaynakları :

TGA analizinde de birçok hata kaynakları mevcuttur. Bu hataların birçoğu birbiriyle ilgilidir ve ayrı olarak düşünülmez. Bunlardan en önemlileri:

- Numune kabındaki hava etkisi
- Fırındaki konveksiyon akımları ve türbülansın etkisi
- Kayıt mekanizması ve terazide oluşan rastgele dalgalanmaların etkisi
- Fırın indüksiyon etkisi
- Termobalansın çevresinin etkisi
- Numune kabında oluşan yoğunlaşmaların etkisi
- Sıcaklık ölçümü ve kalibrasyonun etkisi
- Terazi kaydedicinin ağırlık kalibrasyonun etkisi [17]

1.6.6 Dynafil ME:

Çekme kuvveti (draw force), büzülme kuvveti ve kıvrım kuvveti testinde kullanılan cihazın kullanım amaçları:

- POY ipliklerinin çekim kuvveti (draw force) değerlerinin ölçülmesi
- Fırıksiyon katsayısı ölçülmesi
- Dinamik, kaynama çekme ve kaynama çekme kuvveti değerlerinin ölçülmesi
- Tekstüre ipliklerde değişik gerginliklerle, krimp ve krimp kuvveti değerlerinin ölçülmesidir. [10]

2 LİTERATÜR ARAŞTIRMASI

Yeo S.Y., Lee H. J., Jeong S. H., PP cips ve çeşitli oranlarda gümüş nanopartikül içeren PP/Ag masterbatch kullanarak kabuk-öz tipi (sheath-core type) nanokompozit lif üretmişlerdir. PP/Ag masterbatchleri çift vidalı konvansiyonel ekstruderde %3 ve %10 (ağırlıkça) gümüş nanopartikül içerecek şekilde iki tipte hazırlanmıştır. İlk proseste PP/Ag masterbatch öz kısmında PP cipsler ise dış kısma yerleştirilmiştir. İkinci lif çekiminde ise PP/Ag masterbatch dış kısma yerleştirilmiştir.

Antibakteriyel analizler AATCC 100 metoduna göre yapılmıştır. Gümüş içerikli masterbatch öz bölümünde kullanıldığında çok yüksek etkinlik göstermiştir. Ancak gümüş ilave edilmiş liflerin kristalinitesi orijinal PP liflerine göre düşme göstermiştir.[18]

Hipler ve ark. gümüş içerikli rejenere selüloz lifi olan SeaCell Active liflerinin in vitro test sisteminde *Candida albicans*, *Candida tropicalis* ve *Candida krusei*'ye karşı antifungal özelliklerini incelemişlerdir. Ayrıca farklı oranlardaki SeaCell Active liflerinin *Staphylococcus aureus* ve *Escherichia coli*'ye karşı antibakteriyel aktiviteleri de test edilmiştir. Antibakteriyel aktivite için inhibasyon alanları belirlenmiştir Selülozik lif materyallerinden 6 mm çaplı parçalar kesilmiştir. Bu parçalar Mueller-Hinton agar plakasının ortasına yerleştirilmiş ve 37 °C'de 24 saat inoküle edilmiştir. Daha sonra inhibisyon zonları ölçülmüştür. Test sonuçlarında *Candida* türlerine karşı çok yüksek antifungal aktivite belirlenmiştir. En yüksek antimikotik (antifungal) aktivite üç *Candida* tipi için de %100 SeaCell Active ile elde edilmiştir. 24 saat inkübasyondan sonra kontrol numunesine göre %10-20 hücre kalmıştır. [19]

Kulinowski nano ve iyonik halde bulunan gümüşün bakterilere karşı yüksek bir etkiye sahip olduğunu, ayrıca mantar ve HIV virüsünün de dahil olduğu birçok virüse karşı etkin olduğunu ileri sürmüştür. Nanogümüş konsantrasyonunun 0,14 µg/mL kadar olmasıyla bile birçok nitrat bakteri türüne zarar verebildiği bulunmuştur. gümüş elementinin nanoparçacık haline, nanogümüş adı verildiğini ifade etmiş ve nano boyutta bulunan farklı gümüş türlerini bir tablo halinde sunmuştur. [20]

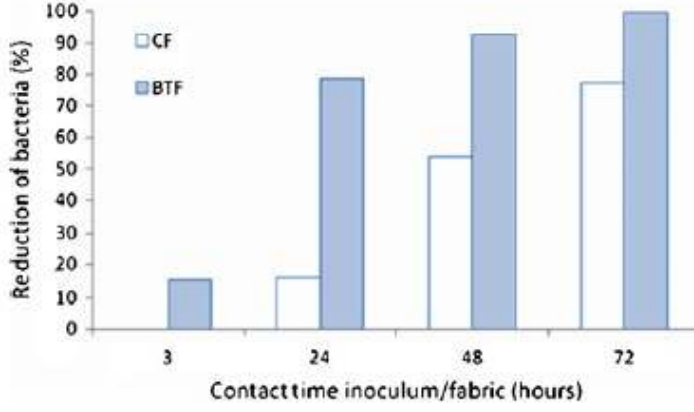
Çizelge 2.1. Gümüşün doğada bulunma formları

Çeşitleri	Sembol	Boyut (nm)	Özellik
Metal element hali	Ag	0,288	Doğada tek bir atom halinde bulunamazlar. Günlük hayatta kullanılan süs ve madeni eşyalarda bulunur.
Gümüş iyonu	Ag ⁺	0,258	Tek bir gümüş iyonu suda çözülebilir ve nanogümüşten daha küçük boyutludur.
Nanogümüş	nano-Ag	1-100	Suda askıda kalabilme özelliği vardır. Kumaş ve plastiklerin içerisine uygulanabilmektedir.
Kolloidal halde bulunan gümüş	-	1-1000	Daha büyük parçacıklar içeren koloidal bir karışımdır ve suda askıda kalabilmektedirler.

Mariscal ve ark. Yaptıkları çalışmada hastane enfeksiyonlarına sebep olan çeşitli klinik bakterilerin gümüş içerikli PET (Bioactive®) ipliği içeren ticari kumaşlardaki canlı kalma potansiyellerini, in vitro aktivitelerini ve klinik uygulamalardaki potansiyel kullanılabilirliklerini araştırmışlardır. İnsan derisinde ve hastanede yaygın olarak bulunan gram pozitif ve gram negatif bakterilerinin hastalara hava, dolaylı olarak temas ve hastane personeli ile bulaştığı vurgulanmıştır. Bu çalışmanın testleri sırasında dört farklı bakteri kullanılmıştır. Bunlar; E. coli, P. Aeruginosa, M. Morganii, S. Aureus'dur.

%80-20 Bioactive PES-pamuk karışimli kumaşlar İspanyol İnterasa firmasından temin edilmiştir. Üreticinin verdiği bilgilere göre ipliklerdeki gümüş konsantrasyonu 180 ppm'dir. Kumaşlar 3, 24, 48, 72 saat süresince teste tabi tutulmuştur.

Kontrol kumaşa göre Bioactive® içeren kumaşlarda bulunan mikroorganizma sayısında önemli derecede azalma görülmüştür. En iyi sonuçlar da 24 saat süresince test uygulanmış olan kumaşlardan alınmıştır (Şekil 2.1)



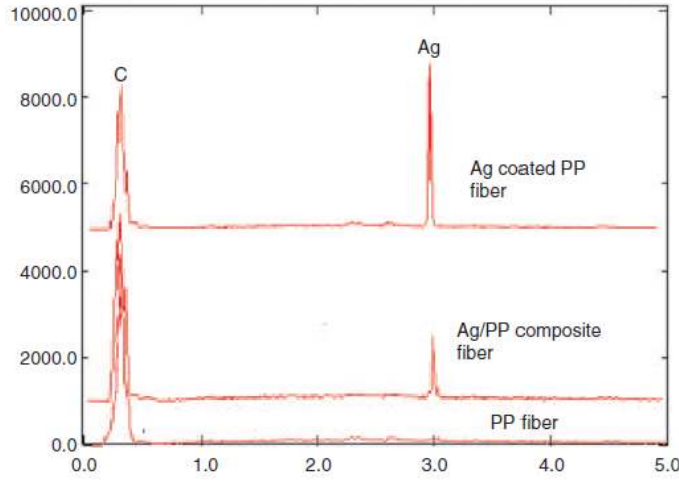
Şekil 2.1. Bioactive ve kontrol kumaşların bakteriyel inhibasyon spektrumları

Şekil 2.1’de bakteriyel azalma kontrol kumaşı (CF) ve Bioactive kumaşlardaki (BTF) her bir kontak zamanındaki mikroorganizma sayılarındaki ortalama log azalmanın yüzdesi olarak gösterilmiştir. [21]

Wei ve ark. Yaptıkları çalışmada iki farklı yöntemle hazırlanan gümüş katkılı polipropilen liflerinin yüzey karakterizasyonlarını incelemiş ve antibakteriyel analizleri karşılaştırmışlardır. Çalışmada MFI değeri 19 gr/10 dk. olan polipropilen lifi kullanılmıştır. Eriyikten çekim ve Sputtering (Püskürtme) teknikleri kullanılarak katkılı polipropilen lifleri hazırlanmıştır. Eriyikten çekim işleminde PP/Ag ağırlık oranları 100:0,3 ve 100:0,5 olarak belirlenmiş ve eğirme işlemi 230 °C’de yapılmıştır. Sputter yöntemi ile hazırlanan PP liflerinde 20 ve 50 nm boyutlarında iki farklı nanogümüş kullanılmıştır. Antibakteriyel analizler bakteri azalma yüzdesine göre hesaplanmıştır.

Hazırlanan 4 farklı PP lifinin yüzey karakterizasyonu atomik kuvvet mikroskobu(AFM) ve EDX kullanılarak yapılmıştır. Yapılan AFM analizlerinde 100:0,3 gümüş oranıyla hazırlanan PP lifin yüzey yapısında agregasyon görülmekte iken 100:0,5 oranında gümüş içeren liflerin yüzeyinde ki gümüş dağılımının homojen olduğunu bulmuşlardır. 50 nm nanogümüş içeren PP liflerinin 20 nm nanogümüş içeren liflere göre daha kalın olduğunu belirlemişlerdir.

Şekil 2.2’ de gösterilen EDX analiz sonuçlarına göre ise kaplama yapılmış PP liflerinin içerdiği gümüş miktarının daha yüksek olduğunu bulmuşlardır.



Şekil 2.2. Wei ve ark. çalışmalarındaki PP liflerinin içerdiği gümüş miktarları

Elde ettikleri sonuçlara göre (Çizelge 2.2) Sputter tekniği ile üretilen liflerin antibakteriyel aktiviteleri eriyik yöntemine göre elde edilmiş olanlara göre daha yüksek çıkmıştır. [22]

Çizelge 2.2. Wei ve ark. çalışmalarındaki elde ettikleri antibakteriyel etkinlik yüzdeleri

			Ag/PP eğrilmiş lif		Ag kaplama yapılmış PP	
		PP lifi	100 : 0,3	100 : 0,5	20 nm	50 nm
Bakteriyel azalma yüzdesi		0	62,5	75,4	100	100

Wilk ve Dziworska Trevira firması tarafından üretilen T140 ve T350 tip antimikrobiyal lifleri ve X-Static lifinin antibakteriyel özelliklerini araştırmışlardır. Bu üç tip lif de gümüş iyonu içermektedir. Çalışma kapsamında üretilen ve test edilen tüm gümüş içerikli kumaşların *Staphylococcus aureus* bakterisine karşı yüksek dayanıma sahip olduğu görülmüştür.

Kumaşlar ayrıca çeşitli mantar ve mayalara karşı da test edilmiştir. Düşük oranlarda bile antimikrobiyal aktivite gözlenmiştir. Bununla beraber gümüş içerikli olmalarına rağmen tüm ürünlerin farklı özellikler sergilediklerini ve karışım oranının da antibakteriyel aktiviteyi etkilediğini göstermişlerdir. [23]

Shuhua ve ark. PET ile antibakteriyel malzemeyi çift vidalı ekstrüderde karıştırarak antibakteriyel masterbatch hazırlamışlardır. Antibakteriyel masterbatch ve saf PET kullanılarak 3500 m/dk ile yüksek hızda eriyikten çekim işlemi uygulanarak kompozit antibakteriyel PET iplik üretilmiştir. Test sonuçlarına göre %5 antibakteriyel malzeme içeren antibakteriyel PET iplikleri bakterilere karşı %90 azaltma etkisi göstermiş ve mekanik özelliklerde bozulmaya sebep olmamışlardır.

Kompozit malzemelerin saf polimerlere göre mekanik, termal ve optik özellikleri bakımından daha üstün bir yapıya sahip olmaları birçok araştırmacının ilgisini çekmiştir. Polimerler arasında PET en yaygın kullanılan ürünlerden biridir.

PET'in sahip olduğu üstün mekanik ve optik özellikleri, sürtünmeye karşı dayanımı, yorulma ve aşınmaya karşı dayanımı sebebiyle iplik, film ve paketleme malzemelerinde geniş uygulama alanı vardır. Bu üstün özelliklerinden dolayı PET tekstil endüstrisinde elektriksel iletkenlik, antibakteriyel aktivite ve güç tutuşurluk özelliği taşıyan ipliklerin üretiminde de kullanılmaktadır.

Bu çalışmada önce 5 g nano SiO₂ 50 ml 0,08 mol/L gümüş nitrat solüsyonuna eklenmiştir. pH değeri 6-8 ' e NH₃.H₂O ile ayarlanmıştır. 75 °C ' de 4 saat karıştırılmıştır. Adsorbsiyon reaksiyonundan sonra süspansiyon filtre kâğıdından geçirilmiş, distile su ile yıkanmış ve 110 °C ' de kurutulmuştur. Böylece gümüş katkılı SiO₂ nano tozlar elde edilmiştir. Elde edilen malzeme beyaz toz şeklinde ve yoğunluğu 80 kg/m³ ' tür.

PET, Tianjin Petroleum&Chemical Corp. (Tianjin, China) firmasından toz formunda satın alınmıştır. Dispergatör Nanjing Shuguang Chemical Plant (Nanjing, China) firmasından alınmıştır.

Antibakteriyel testler *E. coli* ve *S. aureus* bakterilerine karşı yapılmıştır. Antibakteriyel malzeme, PET ve dispergatör compounderda %17:81:2 kütle oranında birleştirilmiştir. 110 °C ' de 24 saat boyunca etüvde kurutma işleminden sonra 260°C'de çift vidalı ekstrüderde işleme tabi tutulmuştur.

35 mm çaplı vida kullanılmış ve 50 rpm hızda çalışılmıştır. Ekstrüde edilmiş malzeme oda sıcaklığında su banyosunda tutulmuş ve granülatörde granül haline getirilmiş ve sonuçta antibakteriyel masterbatch elde edilmiştir. Antibakteriyel masterbatch (kütlece %17 oranında) ve saf PET kullanılarak 3500 m/dk hızda ve 300 °C’de eriyikten çekim işlemi uygulanarak 5 farklı kompozisyonda (%0, 1,5 (No:1), 3 (No:2), 5 (No:3), 7 (No:4), 9 (No:5) kütlece antibakteriyel ajan içeren) kompozit antibakteriyel PET iplikleri üretilmiştir.

Antibakteriyel aktiviteleri State Standard GB1598–1995 ’ e göre yapılmıştır. antibakteriyel etkinin hesaplanması

$$R = \frac{A - B}{A} \times 100\%$$

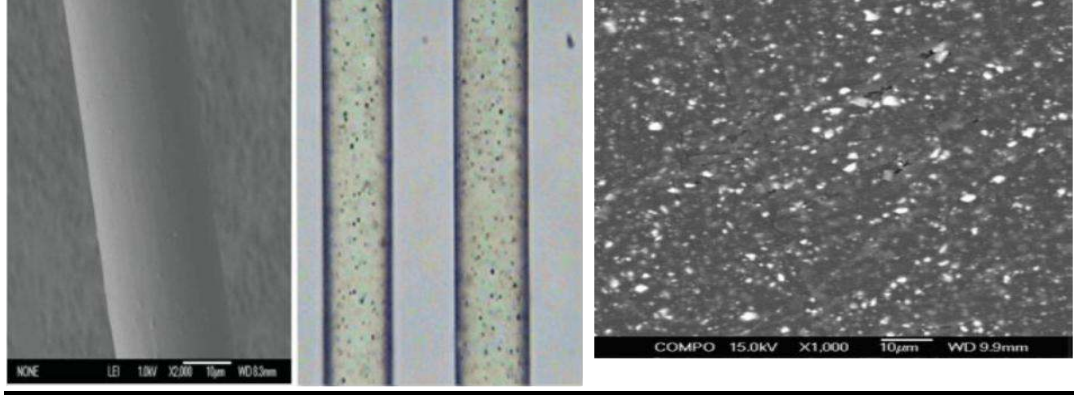
eşitliğine göre yapılmıştır. Üretilen malzemenin SEM, XRD, TGA ve DSC testleri yapılmıştır. Çalışmada üretilen ipliklerin özellikleri Çizelge 2.3 ’ de gösterilmiştir.

Çizelge 2.3. Shuhua ve ark. çalışmalarındaki antibakteriyel PET ipliklerin özellikleri

				Antibakteriyel aktivite			
				<i>S. aureus</i>		<i>E. coli</i>	
Numune	Antibakteriyel ajan miktarı (%)	Kopma mukavemeti (cN/dtex)	Uzama (%)	5 kere yıkanmış	30 kere yıkanmış	5 kere yıkanmış	30 kere yıkanmış
0#	0	2,09	122,0	0		0	
1#	1,5	2,05	123,9	39	16	28	13
2#	3	2,00	125,2	68	45	62	40
3#	5	1,98	126,0	96	86	91	83
4#	7	1,80	124,7	95	83	89	81
5#	9	1,55	125,8	96	85	90	81

Elde edilen sonuçlara göre antibakteriyel malzemenin konulması ile ipliğin kopma mukavemeti değişmiştir. % 5 ’ ten az miktarda antibakteriyel ajan konulduğu zaman kopma mukavemeti azalırken uzama oranı artmıştır. Ayrıca antibakteriyel azalma %80 ’ den daha az çıkmıştır. %5 antibakteriyel ajan içeren PET ipliklerinin uzama oranı 126’ya yükselirken, kopma mukavemeti azalmıştır. Antibakteriyel malzeme oranı %5 ’ ten fazla olduğu zaman ajanlar aglomere olmuş ve bu durum mekanik özelliklerini azaltmıştır.

Taramalı elektron mikroskobu (Şekil 2.3) ile yapılan yüzey karakterizasyonu antibakteriyel masterbatch ve % 5 katkılı PET ipliklerinin içerisindeki gümüş dağılımının homojen olduğunu göstermiştir. [24]



Şekil 2.3. Shuhua ve ark. çalışmalarındaki masterbatch ve pet ipliklerin SEM görüntüleri

3 MATERYAL ve METOD

3.1 Materyal

3.1.1 PET Cips

Projede kullanılan PET cipsleri, Korteks A.Ş. (Bursa) firmasının polietilen teraftalat polimerinden ticari olarak ürettiği ürünler arasından temin edilmiştir. Kuru PET cipslerinin bazı fiziksel ve kimyasal spektleri Çizelge 3.1 de verilmektedir.

Çizelge 3.1. PET cipsinin fiziksel ve kimyasal spektleri

Analiz	Ortalama değer ve tolerans
İntrinsik viskozitesi	$0,645 \pm 0,01$ dl/gr
Karboksil uç grupları	Max. 35 mmol/kg
Dietilen glikol	$\% 0,95 \pm 0,15$
Kül	$\% 0,30 \pm 0,03$
Erime noktası	$261 \pm 2,0$ °C
Nem	40 ppm ($\% 0,004$)
Yoğunluk	$1,35$ g/cm ³

3.1.2 PBT Cipsleri

Taşıyıcı polimer olarak Epinion firmasının herhangi bir katkı maddesi içermeyen PBT cips granülleri kullanılmıştır. PBT cipsinin bazı fiziksel ve kimyasal spektleri Çizelge 3.2 de verilmektedir.

Çizelge 3.2. PBT cipsinin fiziksel ve kimyasal spektleri

Analiz	Ortalama değer ve tolerans
Fiziksel durum	Katı
Rengi	Beyaz
Bozulma sıcaklığı	> 300 °C
Kendiliğinden tutuşma sıcaklığı	> 420 °C
Yoğunluğu	1,3 - 1,4 gr/cm ³
Alevlenme noktası	> 355 °C
Nem	40 ppm (% 0,004)

Bu değerler PBT tedarikçi firmasının verdiği verilerden alınmıştır.

3.1.3 Gümüş içerikli toz

Çalışmalarda kullanılan tozda, Kalsiyum fosfat yapısı gümüş içerecek şekilde sentezlenmiştir. Toz, yaş kimyasal yöntem kullanılarak sentezlenmekte, filtrasyon ve kurutma işlemlerini takiben 200 nm den 70 µm aralığında istenilen tane boyutunda üretilmektedir. Detaylı bilgi 4.1 bölümünde verilmiştir.

3.1.4 Çalışmalarda kullanılan makinalar

3.1.4.1 POY-FDY Makinaları :

Denyesel çalışmalardaki POY üretimi KORTEKS Ar - Ge iplik üretim departmanında bulunan Barmag marka POY - FDY (ekstürderli boyama tertibatlı, 6 bobinli) pilot makinesinde yapılmıştır. Üretim pilot makinasının kapasitesi 50 - 150 denye arasındadır. 50 denyede saatteki tüketim miktarı yaklaşık 9 kg, 150 denyede saatteki tüketim miktarı ise 30 kg'dır.

Makinede ipliğin bobinlere sarıldığı 2 adet winder, POY ve FDY iplik üretimine olanak sağlayan galet sistemleri, pantolon, punta sistemleri, FDY üretimi için yağlama tamburu, elektrik panosu, kurutma ve makine ana bilgisayarı bulunmaktadır.

POY üretim pilot makinesi temel olarak 3 ana bölümden oluşmaktadır:

1) Bobinaj 0,00 m 2) Üretim 6,50 m - 8,75 3) Kurutma 11,10 m



Şekil 3.1 POY-FDY Üretim makinası

FDY iplik üretiminde ayrıca 5 galet sistemli POY-FDY çekimi yapabilen SPINBOY II-CC iplik çekim Makinası kullanılmıştır. [10]



Şekil 3.2 SPINBOY II-CC iplik çekim makinası

3.1.4.2 Tekstüre makinaları

Tekstüre üretimleri Barmag Marka 2 adet friksiyon sistemli AFK M tipi uzun fırın tekstüre pilot makinesi (12 pozisyonlu), 1 adet friksiyon sistemli AFK V tipi uzun fırın tekstüre pilot makinelerinde (12 pozisyonlu) gerçekleştirilmiştir. [10]



Şekil 3.3 Barmag tekstürize makinaları

3.2 Metod

3.2.1 Polimer ve ipliğe yapılan testler

Viskozite (int.): Viskozite sıvının akışa karşı gösterdiği direnç olup polimerlerin en belirleyici özelliklerinden biridir. Testin amacı, elde edilen ürünün sıcaklık ve konsantrasyona bağlı olarak viskozitesinin tespiti.

Test edilecek numune, fenol/1,2-diklorobenzen çözeltisinde çözündürüldükten sonra bir Ubbelohde 1c viskozimetresinde 25 °C ' de akış zamanı ölçülür. Ölçümler Lauda (Viskozimetre) cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Ölçümlerde her numune için 3 ölçüm yapılır, ortalaması alınır. Sonra iki adet aynı numunede şahit numune olarak aynı şekilde 3'er ölçümle test edilir. Son olarak bu üç numunenin ortalaması alınır.

Karboksil uç grupları (mmol/kg) : Testin amacı, polimerizasyon sonucu, ortamda bulunan polimer zincirlerinde karboksil gruplarını tespit etmektir.

Numune, geri soğutma altında o-krezol/kloroform ile hazırlanmış çözelti ile çözündürüldükten sonra, 0.05 N KOH (etanolik) ile potansiyometrik olarak titre edilir. Ölçümler 3 numuneden yapılır ve ortalaması alınır.

Kül (%) : Numuneler, porselen krozede yakılarak küllendirilir. Yanmadan kalan kısım tartılarak aradaki ağırlık farkından kül miktarı hesaplanır. Ölçümler 3 numuneden yapılır ve ortalaması alınır.

Erime noktası (°C): Polimer numunesi, mikroskop altında sabit hızda artan ısı verilerek gözlemlenir. Ergime noktası, kristalin bölgedeki makromoleküler arası bağların koptuğu son parlaklık noktasındaki sıcaklık değeridir. Ergime noktası, maddelerin belirleyici özelliklerinden biridir. Ölçümler 3 numuneden yapılır ve ortalaması alınır.

Nem miktarı (%) : Cipste bulunan nem miktarını ölçmek amacıyla, Kulometre cihazında nem tayini yapılır buna göre fırın yardımıyla cipteki nem uçurulur. Nem kuru azot gazı ile hücreye taşınarak, Karl-Fischer metoduna göre titre edilir. Ölçümler 3 numuneden yapılır ve ortalaması alınır. [10]

3.2.2 Polyester İpliğe Yapılan Testler

Filament düzgünsüzlük testi (Uster Tester-3 cihazı)

- ❖ Amaç iplik kondansatörden geçerken yapısındaki değişiklikleri, iplik yüzey düzgünsüzlüklerini kütleli olarak ölçmektir.
 - ❖ Teste başlamadan önce tüm numuneler iklimlendirilir. İplik, iplik klavuzu, gerilim ayarlayıcı ve roller’lerden geçirilip emme ağzına verilir. Hatasız sonuçlar elde etmek için her numune test hızı, giriş basıncı, büküm yönü ve gerilim kuvvetleri ayarları minimum düzgünsüzlük elde edilebilecek şekilde ayarlanır.
 - ❖ Start tuşuna basıldıktan sonra iplik kendisine uygun belirlenmiş parametreler ile teste başlanır ve sonuçlar yazıcıdan alınır.
 - ❖ Elde edilen test sonuçlarında bir anormallik olduğu düşünülürse numune tekrar test edilir.
 - ❖ Ekrandan veya yazıcıdan alınan sonuçlardan; POY ipliklerden elde edilen %Um ve %CVm değeri, FDY ipliklerde ise half inert ve %CVm değeri alınır.
- [10]

Dynafil Me test cihazı

Cihazın çalışma prensibi:

Çalışmalarda KORTEKS laboratuvarında bulunan Textechno firmasına ait Dynafil ME cihazı kullanılmıştır. Bobinden sağılan iplik belirli bir öngerilimle (0,2 g/tex) cihaza girer. İplik ilk silindir tarafından sabit hızla kompanse edici silindire sevk edilir. İpliğe bu silindir üzerinde gerilim yüklenir. Üzerinden iplik geçen kompanse edici silindir merkezinden sarkaç sistemine mesnetlenmiştir. Sarkaç kolunun bir ucunda kompanse edici silindir diğer ucunda ağırlığın olması nedeniyle silindir ağırlığın uyguladığı kuvvet neticesinde yukarı doğru harekete zorlanması, buna karşın ipliğinde silindiri aşağı bastırmak istemesi sonucu iplik üzerinde ağırlığa bağlı olarak bir gerilim oluşur. Ağırlık sabit olduğundan bu gerilim işlem süresince sabit kalmaktadır. 2. sevk edici silindir 2 kademeli galet olarak tasarlanmıştır.

Arkadaki galet ipligi ölçüm bölgesine sevk ederken, öndeki galet ipligi ölçüm bölgesinden dışarı sevk etmektedir. Bu galetlerin dönme hızları ayarlanabilmektedir. Arka galetten fırına giren iplik, fırın sonunda üzerinde gerilim hissedici bulunan ölçüm silindirene gelir. Ölçüm silindirinden geçen iplik fırının dışından 2.silindirin öndeki galetine gelir. Ölçüm silindirindeki gerilimölçer, ipliğin fazla veya az beslenmesinden ve fırın sıcaklığından kaynaklanan iplik üzerinde oluşan gerilimi ölçer.

Draw-force ölçümü, ipliğin test bölgesinden geçerken (hareket halinde iken) sabit çekmeye (uzatma) maruz kalması ve bu esnada iplik üzerinde oluşan gerilimin ölçülmesi şeklinde yapılır. Sonuç cN cinsinden kuvvet biriminde verilir. İpliğe uygulanacak sabit çekme miktarı ipliğin kopma-uzama diyagramından elde edilir.

Draw-force test işleminde ürün özelliğinin ölçümünde etkili olan cihaz parametreleri; sıcaklık, çekim oranı ve işlem hızıdır. Bu çalışmada bu parametreler sabit tutulmuş olup, sıcaklık, 250 °C, çekim 1,65-1,75, test hızı 250 m/dk, ön gerilim test; edilen iplik denyesinin %5 ' i miktarında (cN) , teste tabi tutulan iplik uzunluğu 100 m olacak şekilde cihaz ayarlanmıştır. [10-25]

Kopma mukavemeti ve uzama oranının belirlenmesi:

Amaç her türlü iplik numunesinin, mukavemet, kopma uzaması, kopma yüklerini eş zamanda eş test hızı prensibine göre test etmektir.

Testten önce numuneler kondisyonlanmalıdır. İplik daha önce herhangi bir testten geçirildi ise veya iklimlendirme süresinin test sonuçlarını etkilemediği tespit edildiğinde iklimlendirme yapılmasına gerek yoktur.

İplik cinsine göre daha önceden parametre ayarı yapılmış program seçilir. POY ipliklerde kısaçlar arasındaki mesafe $200 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, test hızı 1500 mm/dk, ön gerilim 0.05 g/dtex olacak şekilde ayarlanır. Tekstüre, FDY, vb. ipliklerde kısaçlar arasındaki mesafe $500 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$, test hızı ipliğin kopma süresi 20 sn. olacak şekilde ayarlanır.

Test ekipmanlarında dtex değerinde ölçülebildiği “AUTOCOUNT” kısımları mevcuttur. Test edilen ipliğin mukavemetinin tespiti için dtex iplik doğrusal

yoğunluk değeri mutlaka girilmelidir. Çıkrığın dolu olduğu dönemlerde bu ünite vasıtasıyla dtex ölçümleri alınarak kopma-uzama testine geçilebilir.

Test başladığında cihaz numuneyi kopana kadar çekerken sürekli kuvvet kontrol edilir. (İpliğin kopabilmesi için kuvvet sürekli artacaktır)

İpliğin kopmadan önceki max. kuvvet değeri mukavemet tespitinde kullanılır. Maksimum kuvvet anındaki uzama değeri ise o numuneye ait uzama oranı değerinin tespitinde kullanılacaktır.

Değerlendirme :

Sonuçlar ekrandan veya yazıcıdan alınır. Bütün hesaplamalar aşağıdaki eşitliklere göre yapılır.



Şekil 3.4 Statimat Me cihazı

Maksimum kuvvetin hesaplanması

$$\text{Maksimum kuvvet (cN)} = [\sum F_H] / n$$

$$\text{Maksimum kuvvet (g)} = [1.02 \sum F_H] / n$$

F_H : Maksimum kuvvet

n : Her bobin için yapılan test sayısı

Kopma – uzama oranı hesaplanması

$$\text{Kopma – Uzama (\%)} = (E/L_o) \times 100$$

Lo : İlk uzunluk (mm) E : Uzama (mm)

Mukavemetin hesaplanması:

$$\text{Mukavemet (cN/Dtex)} = [\sum F_H] / [n \cdot T_d]$$

F_H : Maksimum kuvvet

T_d : Dtex

n : Bir bobin için yapılan test sayısı [10]

Itemat lab tsi ile Punta sayımı ve kalıcılık testi :

Amacı, ön gerilim altında puntalı POY, tekstüre ve düz iplik’lerdeki puntaları

saymaktır. İpliğin boyunu belirli oranlarda uzatarak puntalı tekstüre ipliklerde punta

kalıcılığını tespit eder. (%3 - % 5 ve % 7,5);



Şekil 3.5 Itemat lab TSI cihazı

Punta’lı iplik makineye bağlanır ve numune ile ilgili bilgiler bilgisayara girilir.

Bilgisayardan Itemat Lab TSI programı çalıştırılır.

- ❖ Cihazın FZK1, FZK2 ve ölçüm sensörü iplik çıkartılarak sıfırlanır. Bilgisayardan “Analysis” ikonu tıklanarak test başlatılır.
- ❖ Ölçüm yapıldıktan sonra ipliğin profil görünümü ekrana gelir.

- ❖ Ekranda bulunan “Autolevel” ikonu tıklanarak Level ayarı yapılır. Punta sayım sonuçları “Measurement” ikonu tıklanarak alınır.
- ❖ Eğer PUNTA kalıcılık testi için ölçüme devam edilecekse “Analysis” programından çıkıp “Proroduction” programına girilir.”Analysis” programındaki level değeri ve numuneye ait bilgilerin sayfaya aktarıldığının kontrolü yapılır. Punta kalıcılık testi uzama değerleri (3,5 ve 7,5) ve belirlenen level değeri bilgisayara girilir.
- ❖ Teste başlanır. Cihaz % 0 Uzamada PUNTA sayımı ve belirlenen uzamalarda da kalıcılığının tespitini yapar. Sonuçları “Measurement” ikonu tıklanarak alınır. Sonuçlar printerden alınır. PUNTA ölçümlerini 10 metre iplik üzerinden yapılır. Cihazdan alınan sonuçlar bu nedenle 10’a bölünerek metredeki punta sayısı tespit edilir. [10]

OXFORD QA 7020 cihazı ile yağ tayini :

Amaç: Üretimi yapılan ipliklerde, kullanılan yağın % miktarının oranının hesaplanması

Nükleer Manyetik Rezonans yöntemiyle ipliklerde yağ tayini:

- ❖ Çıkırıktan iplik numunesi alınır. (POY‘ da ~ 3 gr, tam çekimli ipliklerde ~ 1,5 gr olacak şekilde)
- ❖ Tüp cihazı ölçüm haznesine yerleştirilir.
- ❖ Test metodu seçilerek ölçüme başlanır.
- ❖ Ölçüm süresi 64 saniyedir.
- ❖ Ölçüm bitince numune ye ait % yağ değeri ekrandan okunur. Bu cihazda numune ağırlığının tartılmasına gerek yoktur. [10]



Şekil 3.6 Oxford MQA 7020 cihazı

Kaynar su içinde çekme testi :

Metot: DIN 53866-t2/texturmat

Çile halinde magazine alınmış numuneler kaynama çekme kazanına girmeden önce 1 ölçüm yapılır. Ölçüm için magazin teksturmat cihazının sehpasına konulur ve bilgisayardan “Kaynama Çekme” grubu çağrılarak numunelere ait tamamlayıcı bilgiler girilir.

Kaynama çekme test grubu aktif hale getirilip “Start” butonuna basılarak test başlatılır.

500 gr (2 cN / tex) ağırlık uygulanarak ilk uzunluk ölçülür (L_0).

İlk uzunluk ölçüldükten sonra magazin 95 °C’de, 10 dakika sıcak suda bekletilerek kaynama çekme işlemine tabi tutulur. Kaynama çekme kazanından çıkarılan magazin 2 saat laboratuvar ortamında şartlandırılır. Magazin tekrar Teksturmat cihazına takılarak ölçülür 2. uzunluk ölçümü yapılır(L_g).

Değerlendirme:

$$\% \text{ Kaynama çekme} = [(L_0 - L_g) / L_0] \times 100$$

Yukarıda belirtilen formüllere göre cihaz otomatik olarak sonuçları hesaplayıp yazıcıdan verir. Yazıcıdan alınan sonuçlar üretim değerlerine göre kontrol edilir. [10]

Tekstüre iplik kıvrım değerinin ölçülmesi :

Krimp testlerinin yapılabilmesi için sıcak hava fırınına ihtiyaç vardır.

Test için numune hazırlanması :

Teksturmat cihazında ölçüm yapabilmek için ölçülecek materyal çıkırıktaki çile haline getirilir. Bu çile kalınlığı 2500 dtex’tir. 500 denye’den daha kalın olan ipliklerde ise çile kalınlığı 10000 dtex’tir. Daha sonra bu çile magazine yerleştirilir.

Metot : DIN 53840-t1/texturmat

Sıcak hava fırınında 120 °C’de, 10 dakika bekletilerek kıvrım oluşumu gerçekleştirilir.

Fırından çıkarılan magazin 30 dakika laboratuvar ortamında şartlandırılır. Laboratuvar ortamında şartlandırılan magazin Teksturmat cihazının sehpasına konulur.

Bilgisayardan krimp analiz grubu çağrılarak numunelere ait tamamlayıcı bilgiler girilir/ Krimp analiz grubu aktif hale getirilip “Start” butonuna basılarak test başlatılır.

Cihaz sırasıyla 500 gr (2 cN / Tex) ağırlık basarak “LG” uzunluğunu, 2,5 gr (0,01 cN/Tex) ağırlık basarak “LZ” uzunluğunu, 25 gr (0,1 cN/Tex) ağırlık basarak “LF” uzunluğunu ölçer. “LF” uzunluğu ölçüldükten sonra ölçüm almadan 2500 gr (10 cN / Tex) gr ağırlık basar ve takiben 2,5 gr (0,01 cN / Tex) ağırlık basarak “LB” uzunluğu ölçülür.

Cihaz magazini toplam 5 tur çevirip gerekli ölçümleri aldıktan sonra sonucu yazıcıdan verir.

Değerlendirme :

$$\% \text{ CC (Kıvrım kısalması) } = [(L_g - L_z) / L_g] \times 100$$

$$\% \text{ CM (Kıvrım modülü) } = [(L_g - L_f) / L_g] \times 100$$

$$\% \text{ CS (Kıvrım kalıcılığı) } = [(L_g - L_b) / (L_z - L_b)] \times 100$$

Yukarıda belirtilen formüllere göre cihaz otomatik olarak sonuçları hesaplayıp yazıcıdan verir. Yazıcıdan alınan sonuçlar üretim değerlerine göre kontrol edilir. [10]

3.2.3 Proje kapsamında gerçekleştirilen karakterizasyon testlerine ait bilgiler

DSC testleri: Tez kapsamında yapılan çalışmalarda heat flux tipi Mettler Toledo Stare System DSC 823e Cihazı kullanılmıştır. DSC analizleri 10°C/dk artış hızlarıyla gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.7 Mettler Toledo Stare System DSC 823e Cihazı

Çalışmalarda yapılan çalışmalar sırasıyla

- ❖ Makina çalıştırıldıktan sonra tartım işlemine geçilir.
- ❖ Tartımda boş numune kabı koyulur ve darası alınır, darası alındıktan sonra aynı kabın içine numune koyulur ve tartılır ve ölçüm işlemine geçilir.
- ❖ Deney “Send Experiment” ile gönderilir. Cihaz “Insert Temperature” numune koyma sıcaklığına gitmeye başlayacaktır. Bu sırada modül kontrol penceresinin rengi yeşildir.
- ❖ Eğer “purge gaz” kullanılıyorsa akış hızı kontrol edilir.
- ❖ Fırın kapağı cımbız vasıtası ile açılır.
- ❖ Numunenin bulunduğu kap sensörün “S” (sample) ile tanımlanan sol kısmına dikkatlice yerleştirilir.
- ❖ Sensörün sağ “R” bölümünde referans kabın bulunduğundan kontrol edilir.
- ❖ Fırın kapağı cımbız vasıtası ile tekrar yerine takılır.
- ❖ Modül kontrol penceresinden istenilen ölçüm metodu seçilir. Çalışmalarda 10° C lik artışlarla 300 ° C ye kadar artış sonra soğutma yöntemi seçilmiştir.

Metod “OK” tuşu tıklanarak seçilir ve modül kontrol penceresinde kırmızı ışık yanar. Modül kontrol penceresinde yanan kırmızı ve yeşil ışıkların anlamı aşağıda belirtilmiştir.

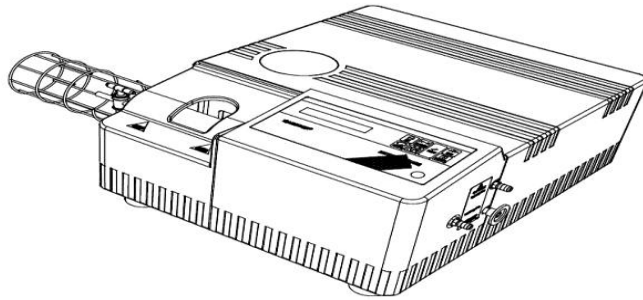
Yeşil ışık: Ölçüm henüz başlamadı.

Kırmızı ışık: Ölçüm yapılıyor.

- ❖ Deney tamamlandığında modül kontrol penceresinde “Remove the Sample” yazısı çıkar. Fırın kapağı açılır ve numune çıkartılır. ‘OK’ ile onaylanır.
- ❖ Modülün bekleme sıcaklığına geri dönmesi için deney tamamlandıktan sonra “Reset” tuşu tıklanır. “Reset” tuşu iki tıklandığında tüm ısıtma işlemi durur.

TGA Testleri:

TGA, malzemede sıcaklığa bağlı olarak meydana gelecek ağırlık değişikliklerini tanımlamada kullanılan bir test yöntemidir. Test sonunda, sıcaklık ile malzemede meydana gelen ağırlık kaybını gösteren eğri ve malzemedan geriye kalan kalıntı yüzdesi elde edilir. Tez kapsamında yapılan çalışmalar KORTEKS firmasında bulunan yatay fırına sahip Mettler Toledo Stare System TGA/SDTA 851e cihazıyla gerçekleştirilmiştir. TGA analizlerindeki ısıtma hızı 20°C/dk dır.



Şekil 3.8 Mettler Toledo Stare System TGA/SDTA 851e cihazı

TGA makinasında yapılan analizlerde yapılan çalışmalar aşağıda sırasıyla belirtilmiştir:

Cihazı açtıktan sonra “Routine Window” penceresinde “Open” sekmesinden uygun bir metot seçilir. Tez çalışmalarında 20 ° C lik artışlarla 750 ° C ye kadar çıkılıp sonrasında soğutma metodu seçildi.

Metot yazılırken çıkan pencereye numune ağırlığı girilir. Test bitiminde “Furnace ” tuşuyla otomatik olarak fırın kapağını açarak test numunesi alınır ve çift “Reset“ tıklamasıyla test sonlandırılır.

SEM Görüntüleri: Analizler Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında SEM, Zeiss Evo 50EP cihazında gerçekleştirilmiştir. Numuneler önce altınla kaplanmıştır. 10 kV enerjide 100 kat büyültmeden 10000 kat büyültme oranları arasında ölçümler yapılmıştır.

EDX Analizi: SEM cihazına bağlı EDX ekipmanıyla gerçekleştirilmiştir.

XRD Analizi: Analizler Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında Rigaku-Rint 2200 gerçekleştirilmiştir. XRD analizleri 10-50° açıları arasında 2 °/dk hız ile yapılmıştır.

Tanecik Boyut Dağılımı Analizleri: Analizler Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Laboratuvarlarında Malvern NanoZS 2000 cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Malzemenin atriör değirmende yapılan öğütmeler sonrası PEG katılarak ölçümler yapılmıştır. Sonuçlar en az üç numunenin ortalamasından elde edilmiştir.

3.2.4 Antibakteriyel Testler

3.2.4.1 Halo test metodu:

Halo test metodunda, steril edilmiş petri kutuları içine bir miktar malzeme konulur, üzerine bir film tabakası oluşturunca şekilde besi yeri dökülür ve bakteri ekimi gerçekleştirilir. Antibakteriyel etkiye sahip olan malzemeler üzerinde bakteriyel gelişme görülmez. Antibakteriyel etkiyi belirlemek amacıyla oksijenli solunum yapan *Escherichia Coli* (*E.coli*, ATCC 25922) bakterileri yaygın olarak kullanılmaktadır. Sonuçlar en az üç numunenin ortalamasından elde edilmiştir. [26] Halo testi sadece sentezlenen tozun bakteriyel etkinliğini tespit etmek için uygulanmıştır.

3.2.4.2 ASTM E2149-10 test metodu:

Bu standart dinamik çalkalamalı yöntemdir. Bu test yöntemi, migrasyon yapmayan antibakteriyel ürünlerle işlem görmüş tekstil malzemelerinin ve hidrofob tekstillerin test edilmesi için idealdir. Bu testte içinde numune kumaş bulunan solüsyonda başlangıç anındaki bakteri sayısı ile bir saatlik çalkalama sonucundaki bakteri sayıları oranlanmaktadır. Elde edilen oranın azalma yönünde olması numune kumaş ile yapılan çalkalama işleminin solüsyon içindeki ortalama bakteri sayısında azalmaya neden olduğunu göstermektedir. Sonuçlar en az üç numunenin ortalamasından elde edilmiştir. ASTM 2149 testi antibakteriyel ipliklerden örülen kumaşlara uygulanmıştır. [27]



Şekil 3.4 ASTM 2149 testinin şematize edilmesi

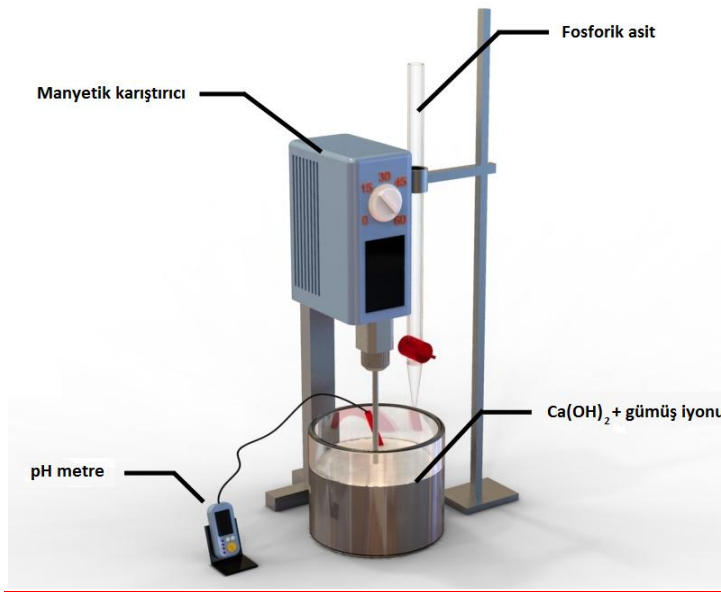
4 ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1 Gümüş Katkılı Antibakteriyel Seramik Tozun Üretimi

Antibakteriyel seramiklerde bir taşıyıcı bünyenin bulunması ve metal iyonlarının yapıya kolay katılması gereklidir. Antibakteriyel seramikler, taşıyıcı bünye baz alınarak; amorf silika, zeolit ve kalsiyum fosfat bünyeli olarak sınıflandırılabilirler. Bu malzemelerin ortak özelliği geniş kristal yapısına sahip olmalarıdır. Böylece metal iyonları sisteme girebilmekte ve bakteriler üzerinde etkin olabilmektedirler.

Bu tür seramikler doğrudan insanla temas halinde olabileceklerinden biyolojik uyumluluk göstermelidirler. Daha önce yapılan çalışmalar hidroksiapatitin ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) biyo uyumluluğunun yüksek olduğunu belirlemiştir. Ameliyatla yapılan birçok implantasyonlarda insan vücudunun çeşitli yerlerinde hidroksiapatit kullanılmaktadır. Ayrıca hidroksiapatitin Ag^{+2} , Cu^{+2} , Zn^{+2} vb. metal iyonları ile katyon değişim hızı çok yüksektir.

Kimyasal arınma yöntemlerinden çoğunun insan sağlığını tehdit edecek yönde zararları olduğu düşünülerek bu çalışma için hazırlanan metal iyon katkılı antimikrobiyal toz üretiminde kullanılan metal iyonu gümüş, taşıyıcı bünye ise biyo uyumlu kalsiyum fosfat türevidir.



Şekil 4.1 Antibakteriyel tozun hazırlanışı

Toz, yaş kimyasal yöntem kullanılarak sentezlenmekte, filtrasyon ve kurutma işlemlerini takiben 200 nm den 70 µm aralığında istenilen tane boyutunda üretilmektedir. Farklı fiziksel özelliklere (farklı iyon değişim katsayısına) sahip toz sentezi de mümkündür.

Yaş kimyasal yöntemde önce metal iyonları (Ag^+ ve Zn^{+2}) saf suda manyetik karıştırıcı yardımıyla tamamen çözülmüştür. Çözeltinin içerisine kalsiyum hidroksit eklenerek süspansiyon hazırlanmıştır. Daha sonra bu süspansiyona yavaş yavaş fosforik asit ilave edilerek devamlı karıştırma işlemi ile kimyasal reaksiyona girmesi sağlanmıştır. Kalsiyum fosfat yapısına yakın bir yapı oluşturmak için pH belirli bir değerde sabitlenmiştir. Tozun sentezlenmesi şematik olarak şekil 4.1 gösterilmiştir. Oluşan çözelti filtreden geçirilip 80 °C’de etüvde kurutulmuştur

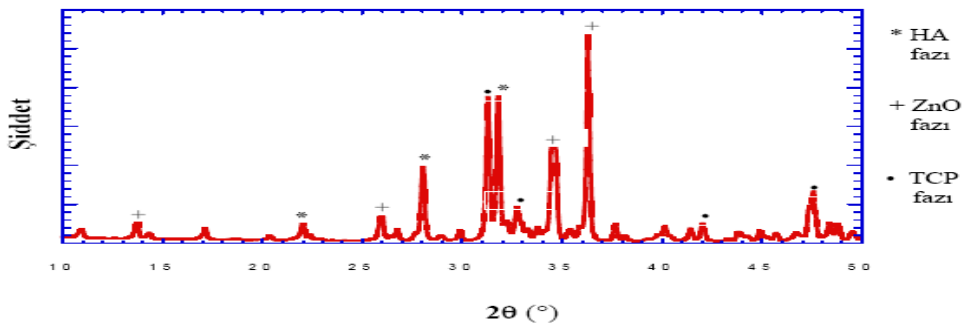
Elde edilen tozun tane boyutu kuru öğütme ve atritör değirmende yaş öğütme yöntemleri ile düşürülmektedir. Atritör değirmende sulu ortamda yapılan öğütmenin ardından dondurmali kurutucudan geçirilerek lif polimerine katılabilir hale getirilmektedir. İşlem parametrelerinde yapılan değişiklikler ve öğütme sırasında kullanılan çeşitli katkı maddeleri ve stabilizatörler ile de tozların tane boyutları ve polimer ile uyumlulukları değiştirilebilmektedir.

4.2 Sentezlenen Antibakteriyel Tozun Karakterizasyonu

Elde edilen toz numunelerinin faz analizleri X-ışınları difraktometresi (XRD, Rigaku-Rint 2200) ile tane boyutu analizleri Malvern NanoZS 2000 ile ve yüzey morfolojilerinin analizleri taramalı elektron mikroskobu (SEM, Zeiss Evo 50EP) ile analiz edilmiştir.

4.2.1 XRD analizi sonuçları

XRD analizleri 10-50° açıları arasında 2 °/dk hız ile yapılmıştır. Elde edilen grafikteki (Şekil 4.2) pikler JCPDS kataloğundaki verilerle karşılaştırılmış, antibakteriyel tozun hidroksiapatit (HA), tri-kalsiyum fosfat (TCP) ve çinko oksit fazlarını içerdiği tespit edilmiştir.



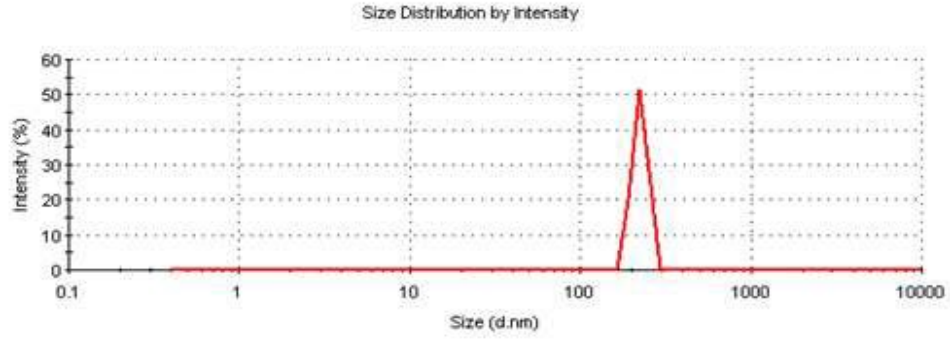
Şekil 4.2 Antibakteriyel tozun XRD grafiği

4.2.2 Tane boyutu sonuçları

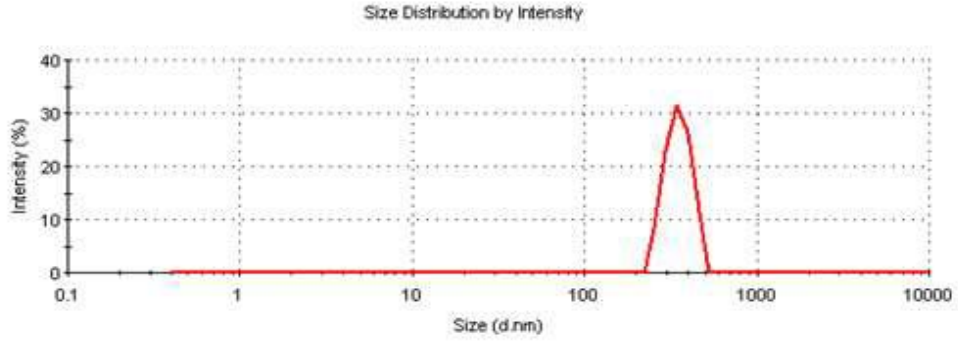
Sentezlenmeye başlayan antibakteriyel tozlar 3 farklı yöntemler modifiye edilmiş ve Zetasizer cihazında etil alkol ortamında tane boyutu ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar tozların ortalama tane boyutlarının 200-400 nm aralığına düşürülebildiğini göstermektedir. Çizelge 4.1 tane boyutu değerleri tablo ve grafik halinde sunulmuştur.

Çizelge 4.1 Sentezlenen antibakteriyel tozların tane boyutları

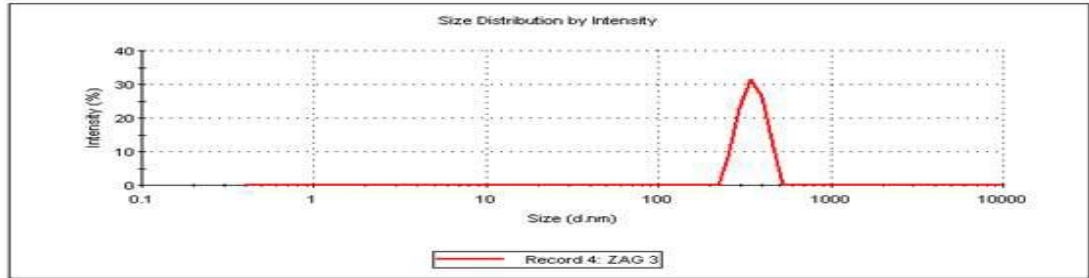
Numune kodu Ortalama tane	Boyutu (nm)	Genişlik (nm)
1. Antibakteriyel toz	224	22,6
2. Antibakteriyel toz	321,7	43,09
3. Antibakteriyel toz	351,6	53,87



Şekil 4.3 1. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği



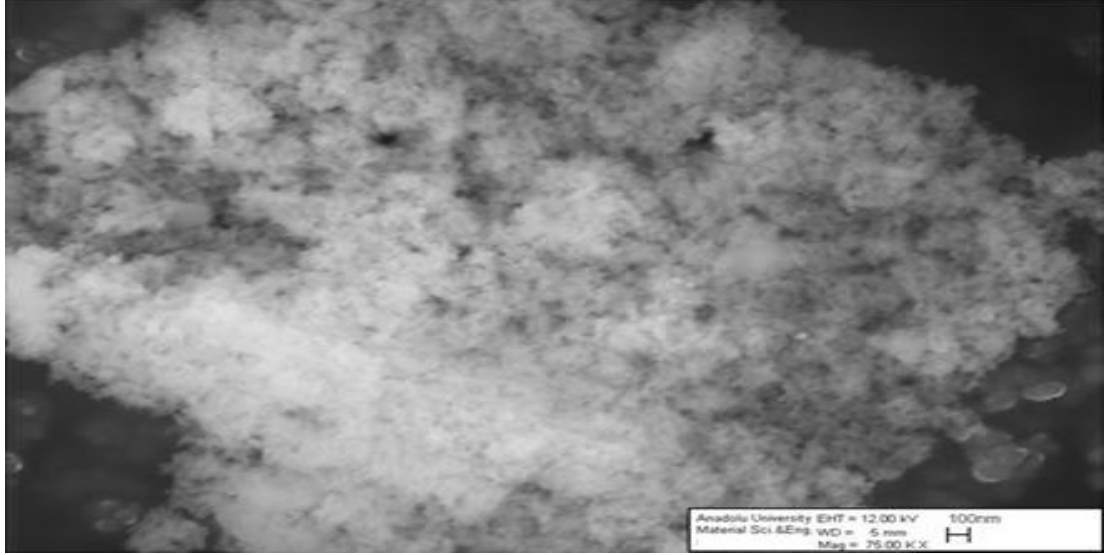
Şekil 4.4 2. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği



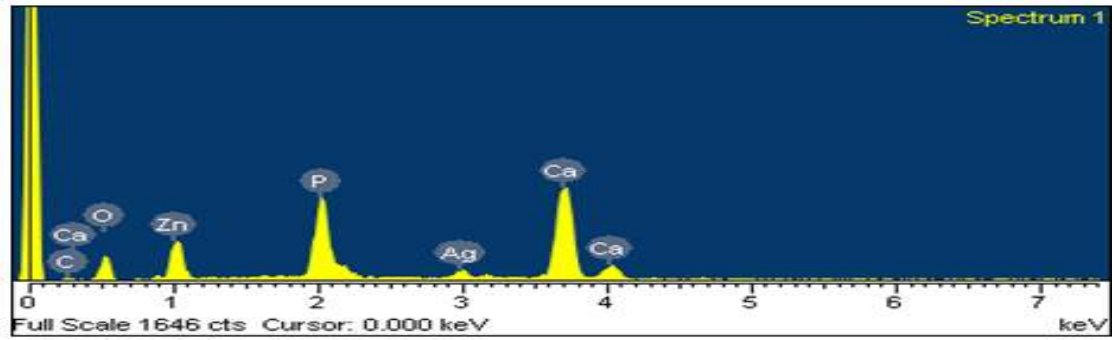
Şekil 4.5 3. Antibakteriyel nanokompozitin nano-sizer boyut dağılımı grafiği

4.2.3 Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve EDX çekimleri

Sentezlenen antibakteriyel tozun yüzey morfolojisi ve tane boyut dağılımı, taramalı elektron mikroskobu kullanılarak belirlenmiştir. Şekil 4.6 ve 4.7 de sentez sonrası yapılan SEM ve EDX görüntüleri verilmiştir. Sonuçlar tozun yapısındaki gümüşün varlığını göstermektedir.



Şekil 4.6 Antibakteriyel tozun öğütme sonrası SEM görüntüsü

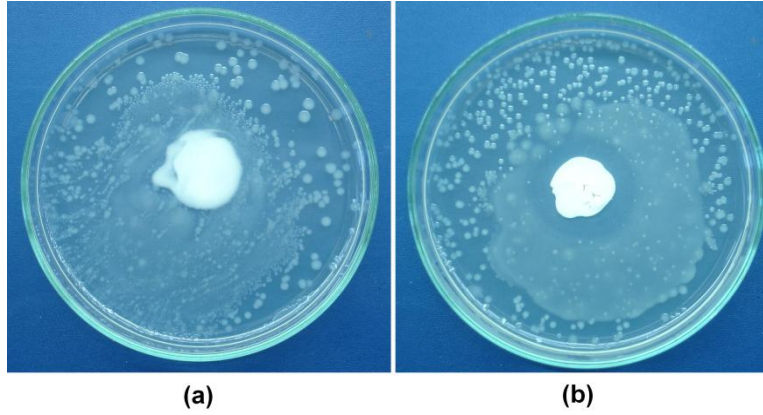


Element	Weight%	Atomic%	Compd%	Formula
P K	14.70	13.11	33.67	P ₂ O ₅
Ca K	24.08	16.60	33.70	CaO
Zn K	23.08	9.76	28.73	ZnO
Ag L	3.63	0.93	3.90	Ag ₂ O
O	34.51	59.60		
Totals	100.00			

Şekil 4.7 Antibakteriyel tozun EDX analizi sonucu

4.3 Antibakteriyel Tozun Mikrobiyolojik Analiz Sonucu

Anadolu Üniversitesi Çevre Sorunları Uygulama ve Araştırma Merkezi Mikrobiyoloji Laboratuvarlarında Halo Test metodu kullanılarak *E.coli* bakterisine karşı yapılan analiz sonucunda tozun antibakteriyel etkinliği gösterilmiştir. Şekil 4.8’de gümüş katkılı toz ve gümüş katkılı olmayan tozların fotoğrafları gösterilmektedir.



Şekil 4.8 Geliştirilmiş tozun antibakteriyel analiz sonucu (a) gümüş katkısız toz, (b) gümüş katkılı toz

Halo test metodunda petri kapları ve toz numuneler 200°C’de 2 saat süre ile steril edilmiştir. Katı besi yerinde bulunan saf *E.coli* kültüründen öze ucu ile bir miktar alınarak sıvı besi yerine aktarılmış ve sıvı besi yeri 37 °C’de, 24 saat inkübe edilerek kültür hazırlanmıştır. Öze ucunun ve deney tüpünün ağız kısmı ateşten geçirilerek steril edilmiştir. Bu bakteri kültüründen 10^3 , 10^4 , 10^5 oranlarında dilüsyon hazırlanmıştır. Her bir deney tüpünden diğerine aktarım yapılırken vorteks tüp karıştırıcı kullanılarak sıvı besi yerinin homojen hale gelmesi sağlanmıştır. Besi yerleri malzemeler üzerinde ince bir film tabakası oluşturacak şekilde dökülüp, hazırlanan dilüsyonlardan 200 µl’lik bakteri ekimi yapılmıştır. Ekim steril dragalski özesi kullanılarak yüzeye yayma yöntemi ile yapılmıştır. Petriler ters çevirilerek 37°C’de, sıcak hava sirkülasyonu engellenmeyecek şekilde yerleştirilmiş ve 24 saat süre ile inkübe edilmiştir. 24 saat sonunda numunelerin fotoğrafları çekilerek antimikrobiyal etkinlikleri belirlenmiştir. Antibakteriyel tozdaki bakteri azalmasının daha az olduğu şekillerde görülmektedir.

4.4 Antibakteriyel Masterbatch Geliştirilmesi

Sentezlenen nanokompozit malzeme, taşıyıcı polimer PBT ile çeşitli oranlarda karıştırılarak masterbatch ekstrüder cihazında eritilerek katkılı masterbatch granülleri elde edilmektedir. Masterbatch üretimi, Korteks Firması'nda çift vidalı Leistritz 44 L/D model masterbatch üretim makinasında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.9 Masterbatch ekstrüderi

4.4.1 Masterbatch öncesi karışım hazırlama

Tozların polimer içinde aglomere olmadan dağılmalarını sağlamak amacıyla çeşitli yardımcı ajanlar ve binderler denenmiştir (kayganlaştırıcı ve yapıştırıcı ajanlar). Elde edilen sonuçlardan yola çıkarak üç farklı masterbatch numunesi hazırlanmıştır.

İlk olarak ağırlıkça %10 antibakteriyel toz ile %90 PBT polimeri Henschel yüksek devirli karıştırıcıda 10 - 12 dakika süresince 3.600 devir/dak hızla karıştırılmıştır. Karışımlar etüvde 110 °C'de, 3 saat süresince kurutulmuştur. Her bir numune daha sonra çift vidalı ekstrüdere beslenmiştir.



a)

b)

Şekil 4.10 ekstrüder öncesi malzemelerin yüksek hızla karıştırılması a) Henschel Karıştırıcı b) Karıştırma sonrası görünüm

4.4.2 Masterbatch ekstrüderinde yapılan çalışmalar, analizler ve diyagramlar

Masterbatch üretimi, Korteks Firması'nda çift vidalı Leistritz 44 L/D model Masterbatch üretim makinasında gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan karışım ekstrüderin ana girişindeki hopperdan ekstrüdere beslenmiştir. Ekstrüderde bulunan 8 zone sıcaklıkları:

Zone 1-2-3-4: 240 °C

Zone 5-6-7-8: 245 °C

Çift vidalı ekstrüder 350 rpm'de çalıştırılmış ve herhangi bir kesikli akış olmadan karışım eriyik halde düzelerden çekilmiştir. Eriyik su soğutmasında katılaştırılmış ve akabinde pelletizer da belirli boyutlarda kesilerek masterbatch granülleri elde edilmiştir.



Şekil 4.11 Pelletizer’da kesilerek elde edilen masterbatch granülleri

Geliştirilen üç farklı masterbatch numunesi Korteks Kimya Laboratuvarında analiz edilmiştir. Elde edilen değerler Çizelge 4.2’de sunulmuştur.

Çizelge 4.2 Masterbatch numunelerinin analiz sonuçları

	Masterbatch’ler			
	Referans PBT	Antibakteriyel 1 Masterbatch	Antibakteriyel 2 masterbatch	Antibakteriyel 3 Masterbatch
Viskozite (int.)	0,814	0,692	0,694	0,601
Nem (%)	-	0,17	0,18	0,14
Kül (%)	0,06	9,76	9,55	9,82
Erime sıcaklığı (C°)	227,8	225,6	224,9	225,6
COOH (mmol/kg)	19,5	21,3	21,7	14,9

Karşılaştırmalı grafikleri Şekil ek 1 ve Şekil ek 2 de verilmiştir.

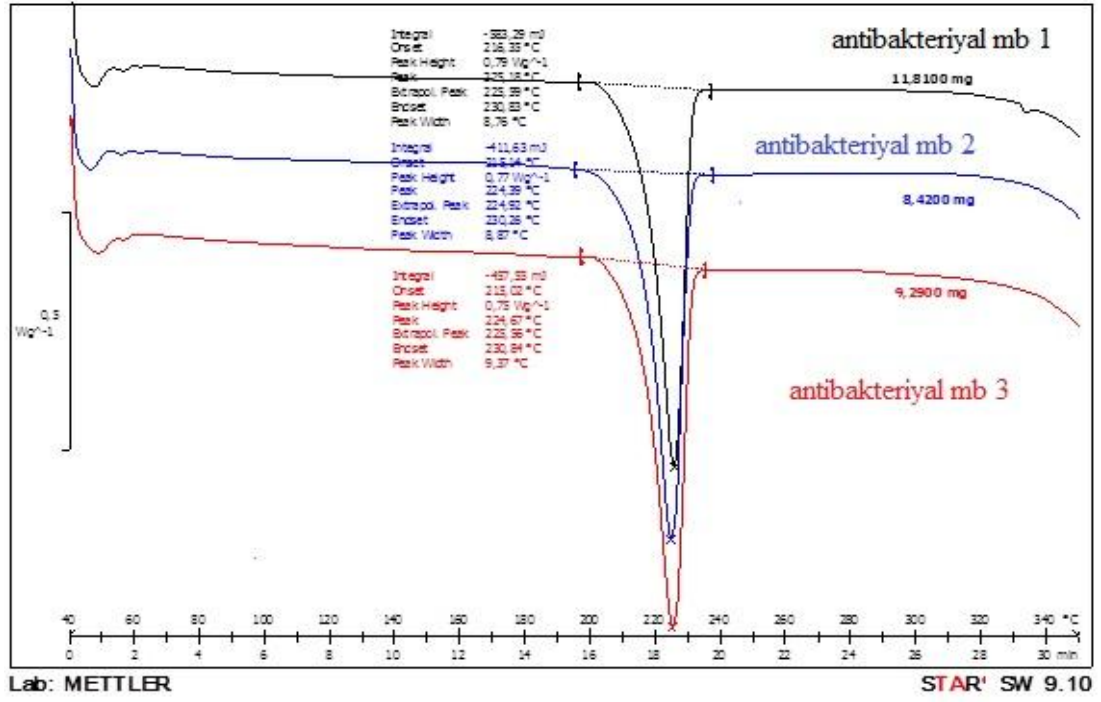
Viskozite sonuçları (IV) : Beklendiği gibi polimer viskozitesinde azalma olduğu gözlenmiştir.

Kül miktarı (%) : Kül miktarı sentezlenen gümüş bazlı antibakteriyel katkı nedeniyle artmıştır. Hazırladığımız toz karışımının ekstrüderde homojen karışarak istediğimiz miktarın masterbatch’de temin edildiği kanıtlanmıştır.

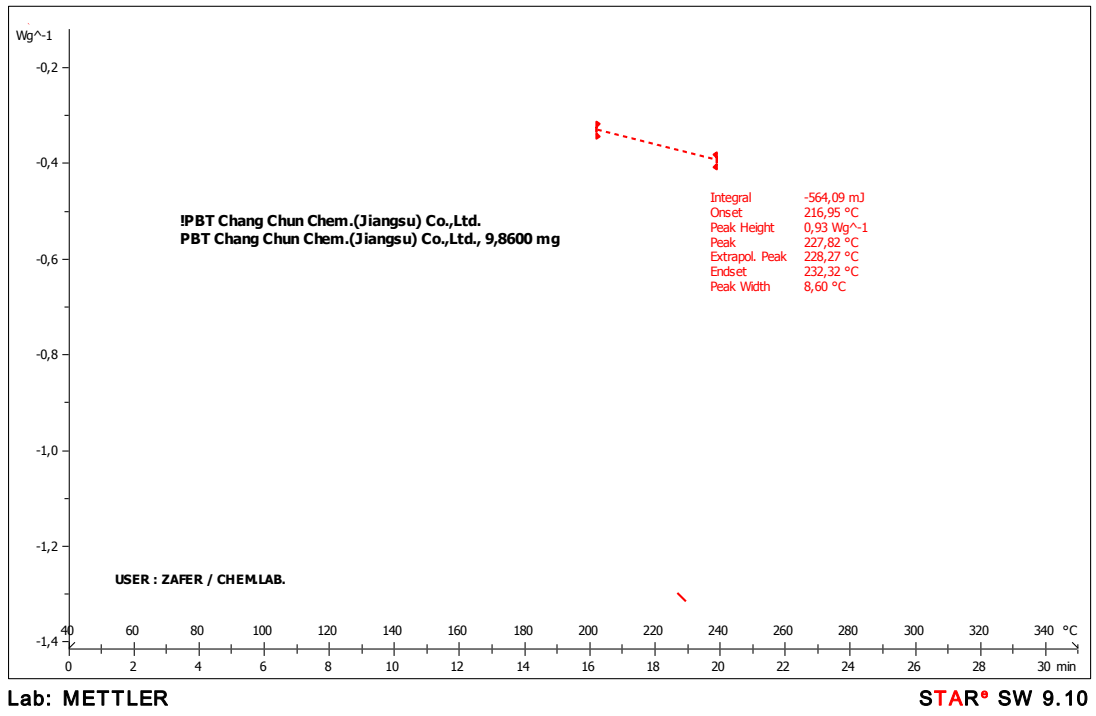
Erime sıcaklığı : Erime sıcaklığında katkılı masterbatch’ler referans PBT yaklaşık 2 °C azalma belirlenmiştir.

COOH (mmol/kg) : COOH miktarı birinci ve ikinci antibakteriyel masterbatchde % 2 seviyesinde artarken üçüncü masterbatchde %4,5 civarında düşmüştür.

4.5 DSC Analizleri

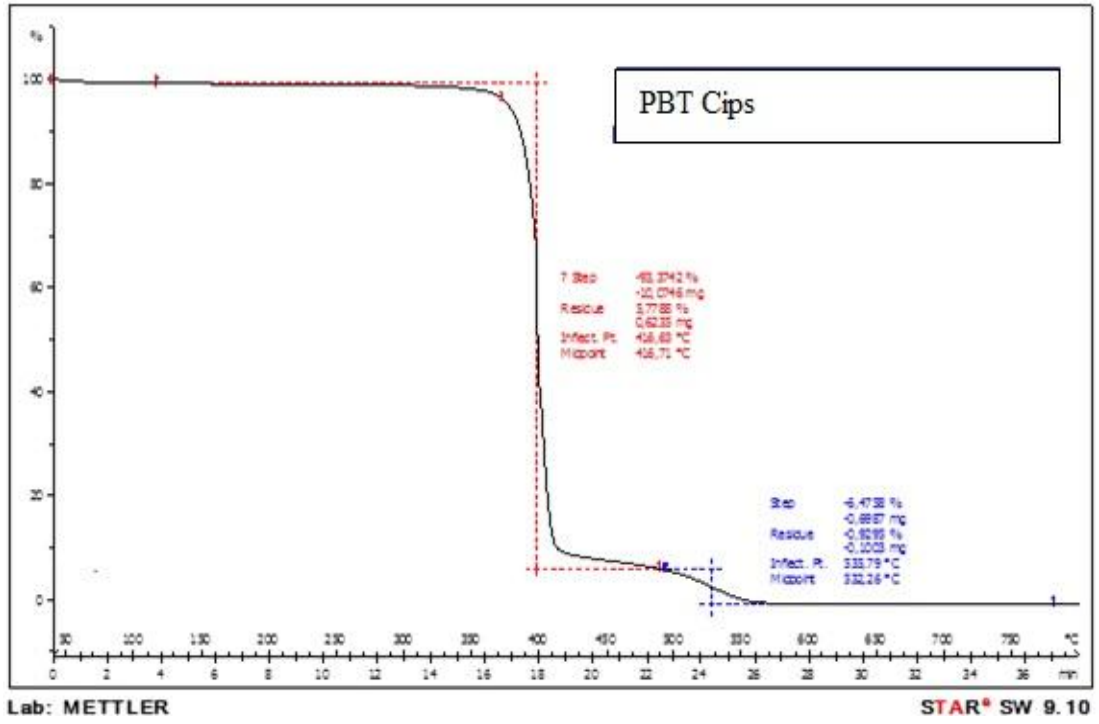


Şekil 4.12 Geliştirilen antibakteriyel masterbachtlerin DSC grafikleri

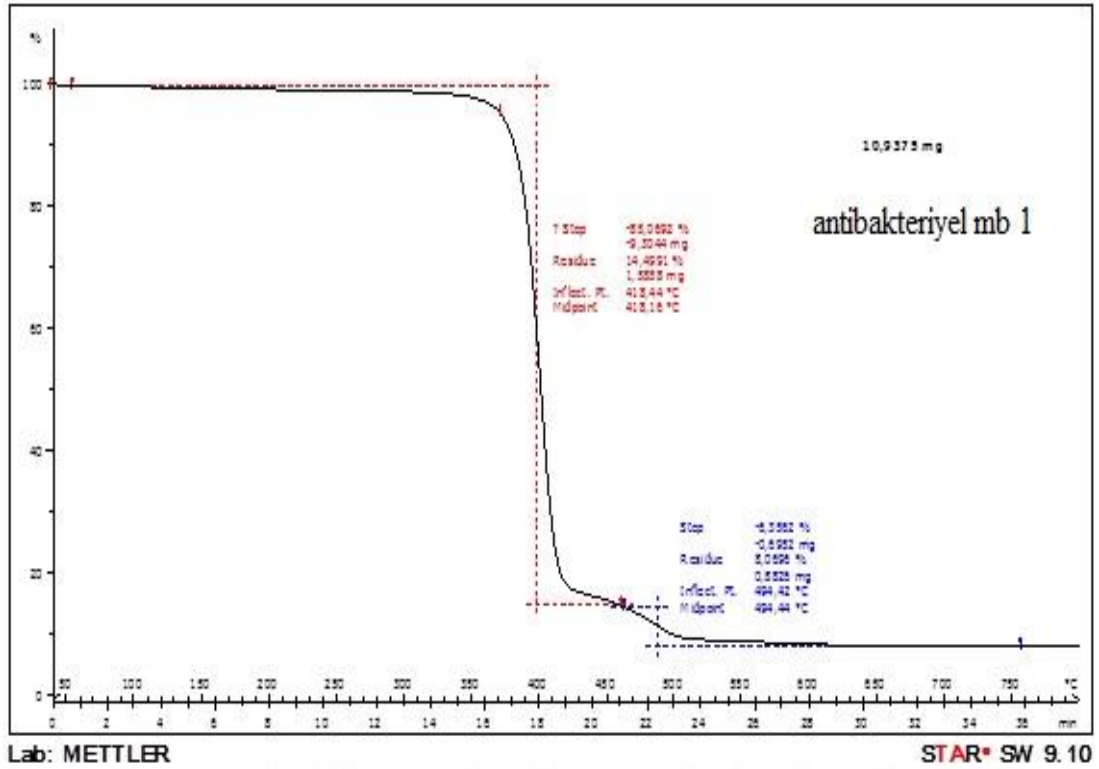


Şekil 4.13 Referans PBT DSC grafiği

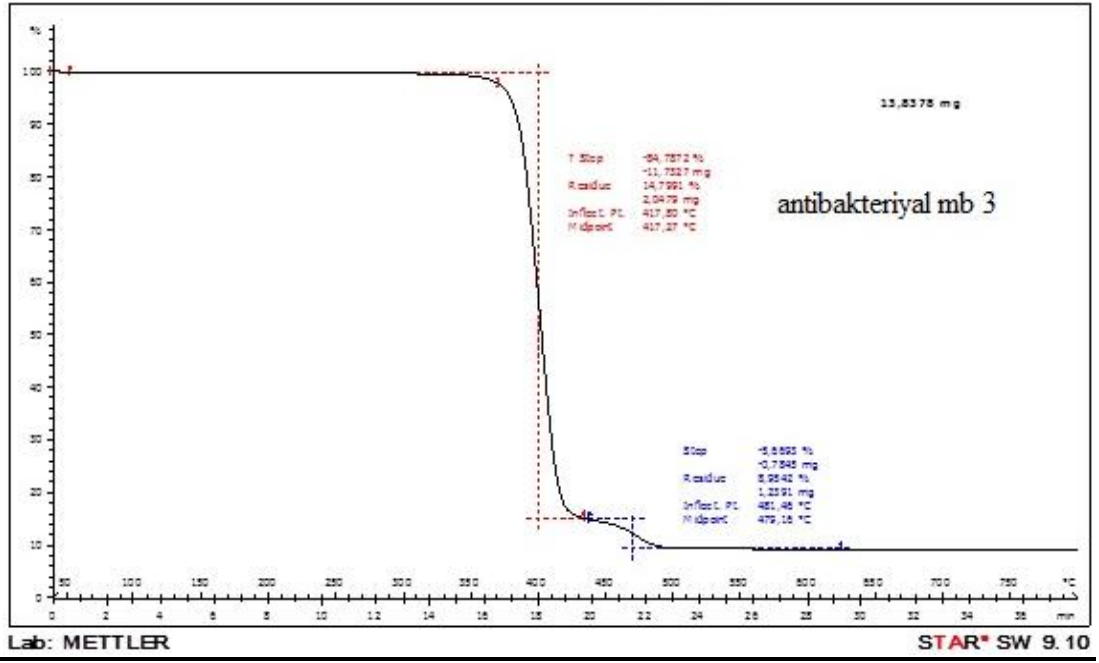
4.6 TGA Analizleri



Şekil 4.14 Referans PBT masterbatchinin TGA grafiği



Şekil 4.15 1 nolu antibakteriyel masterbatchin TGA grafiği

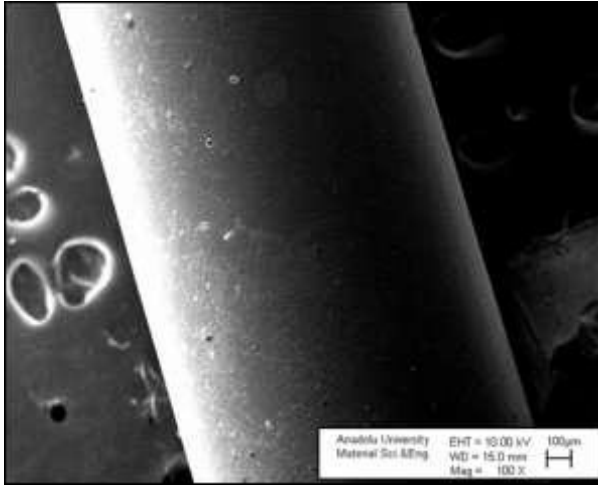


Şekil 4.16 3 nolu antibakteriyel masterbatchin TGA grafiği

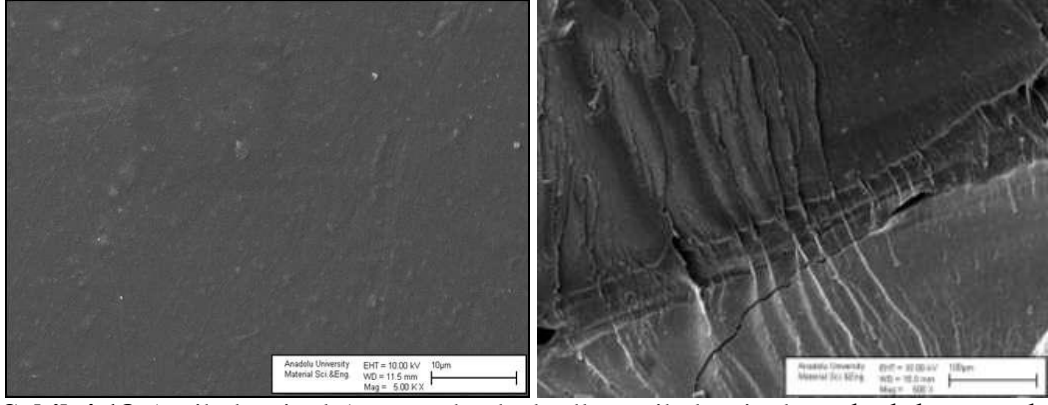
4.7 Masterbatch ve Masterbatchlerden Üretilen İpliklerin SEM ve Diğer Test Analiz Yöntemiyle Karakterize Edilmesi

SEM çekim görüntüleri, Anadolu Üniversitesi'nde gerçekleştirilmiştir. SEM analizleri her bir masterbatch numunesindeki antibakteriyel toz dağılımını incelemek üzere gerçekleştirilmiştir. Masterbatch numunelerinin bir bölümü kırılmış ve iç yüzeyleri görüntülenmiş, bir bölümünün de doğrudan dış yüzeylerinden görüntü alınmıştır. Böylece, masterbatch granülleri içindeki nano gümüş tozlarının dağılımı ve boyutları hakkında bir fikir edinilmesi hedeflenmiştir. Ayrıca masterbatch'lerden üretilen ipliklerin SEM görüntüleri hemen ardından verilerek proseslerde aglomerasyon olup olmadığı, gümüşlerin dağılımları incelenerek nano gümüşün ipliğin morfolojisine etkisi belirlenmiştir.

4.7.1 Antibakteriyel 1 Masterbatch SEM görüntüleri



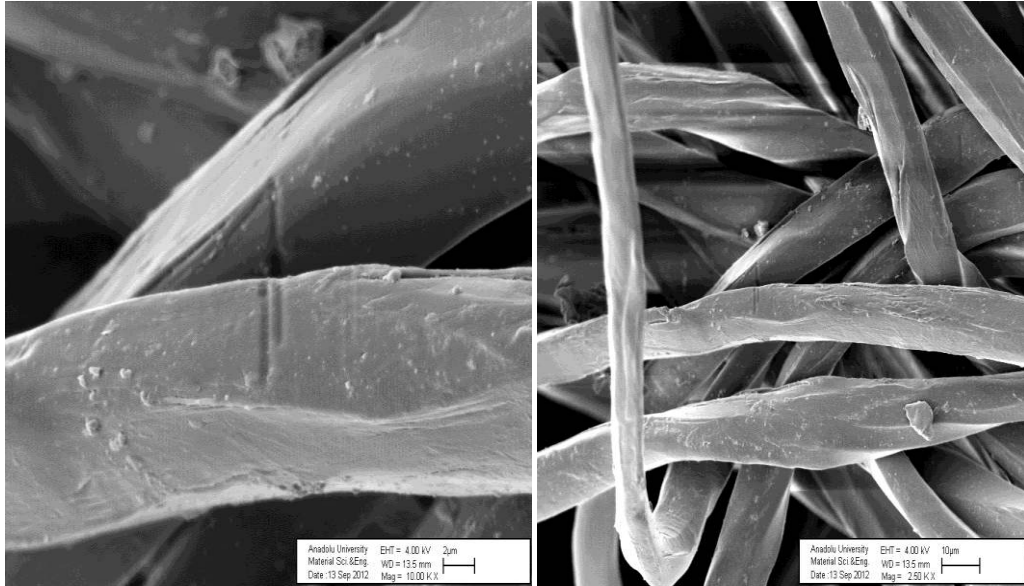
Şekil 4.17 Antibakteriyel 1 Masterbatch kodlu antibakteriyel toz katkılı masterbatch numunesinin dış görünümü (100 büyütme)



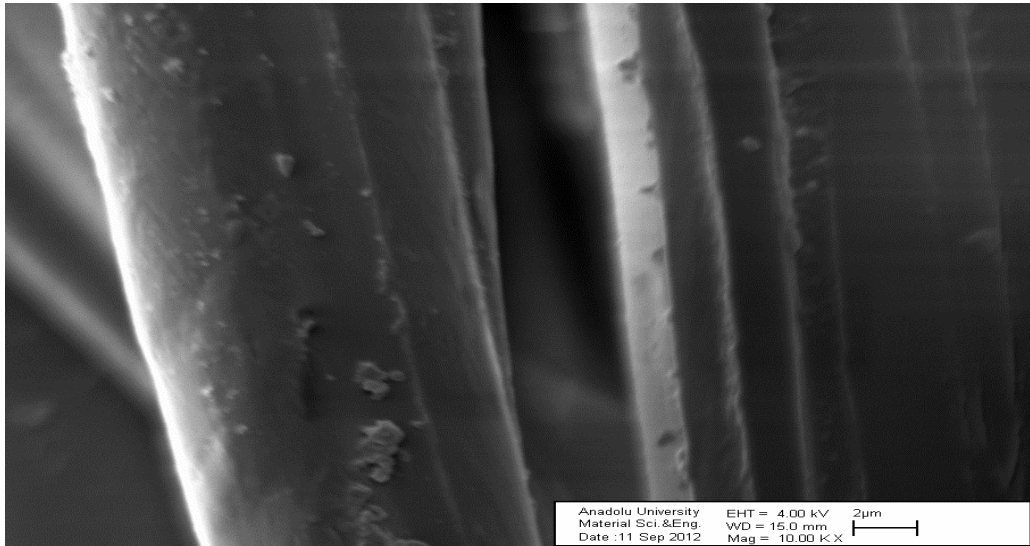
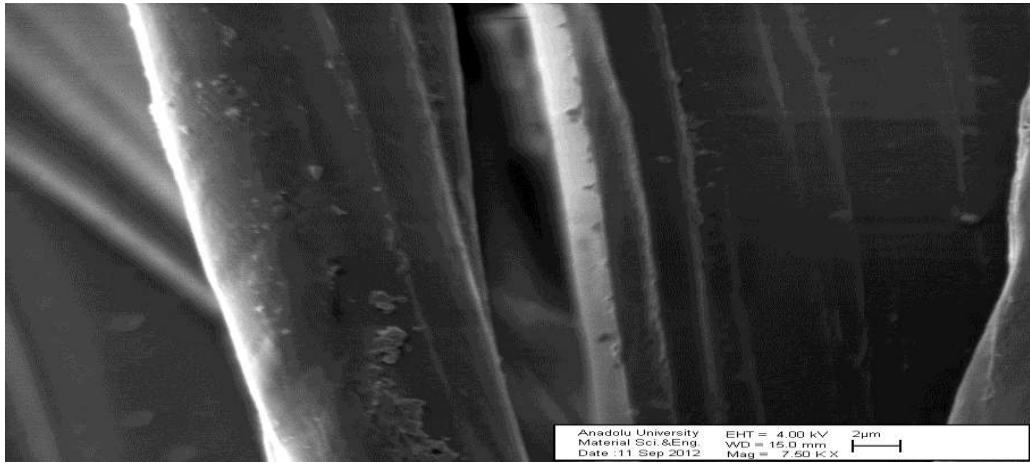
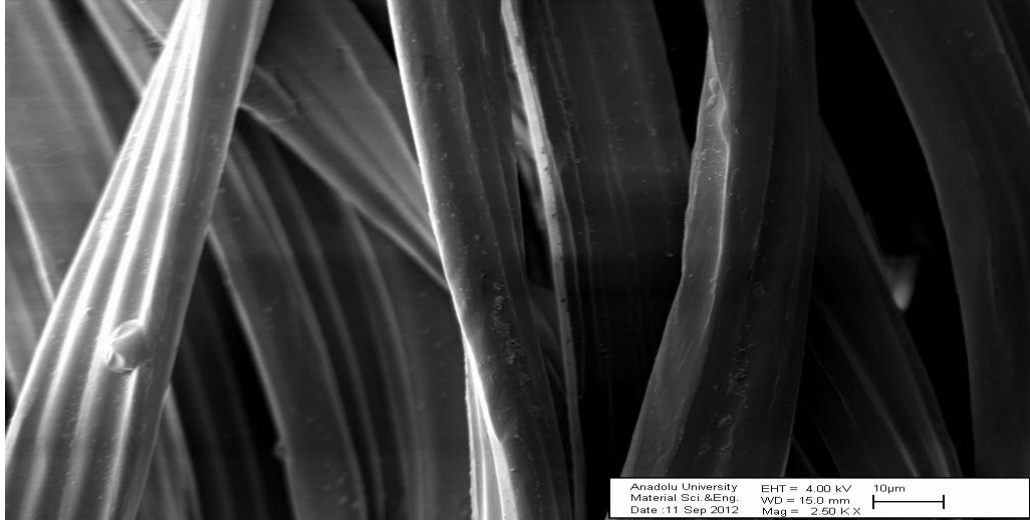
Şekil 4.18 Antibakteriyel 1 masterbatch kodlu antibakteriyel toz katkılı masterbatch numunesinin 500 büyütme dış ve iç görünümü (sağ dış, sol iç)

SEM görüntüleri polimer içinde antibakteriyel tozların homojen biçimde dağıldıklarını ve aglomere olmadıklarını göstermiştir. Görüntüler tozların tane boyutlarını da teyit etmektedir.

4.7.2 Antibakteriyel 1 Masterbatch'den üretilen polyester tekstürize ipliklerin SEM görüntüleri

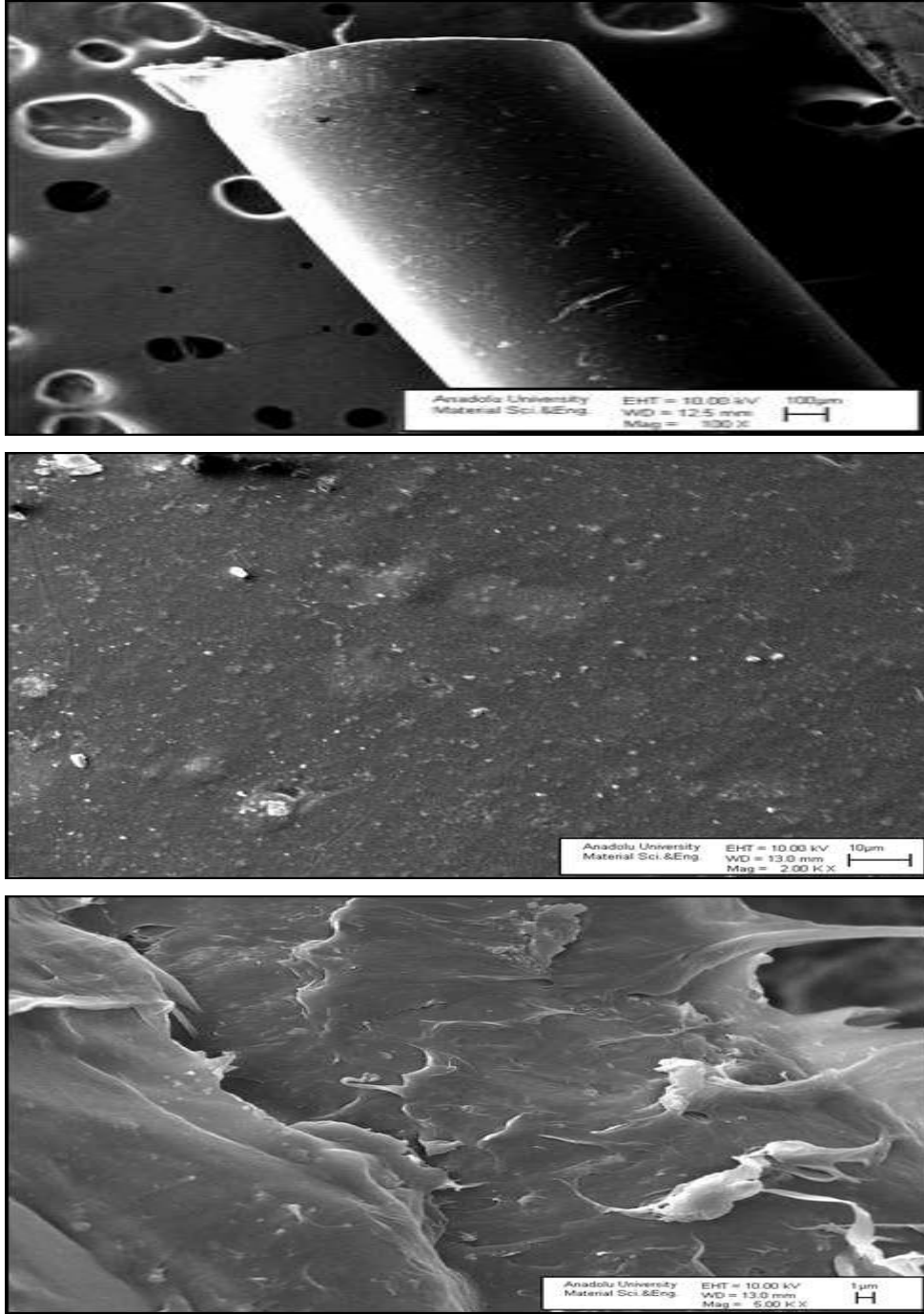


Şekil 4.19 Antibakteriyel 1 Masterbatch kodundan üretilen 75/72 R Y.mat Tekstürize İpliklerin SEM Görüntüleri (sağ görüntü 2500, sol görüntü 10000 büyütme)



Şekil 4.20 Antibakteriyel 1 Masterbatch kodundan üretilen 75/48 W yarım at tekstürize ipliklerin SEM görüntüleri (üst 2500, orta 7500, alt görüntü 10000 büyütme)

4.7.3 Antibakteriyel 2 Masterbatch SEM görüntüleri

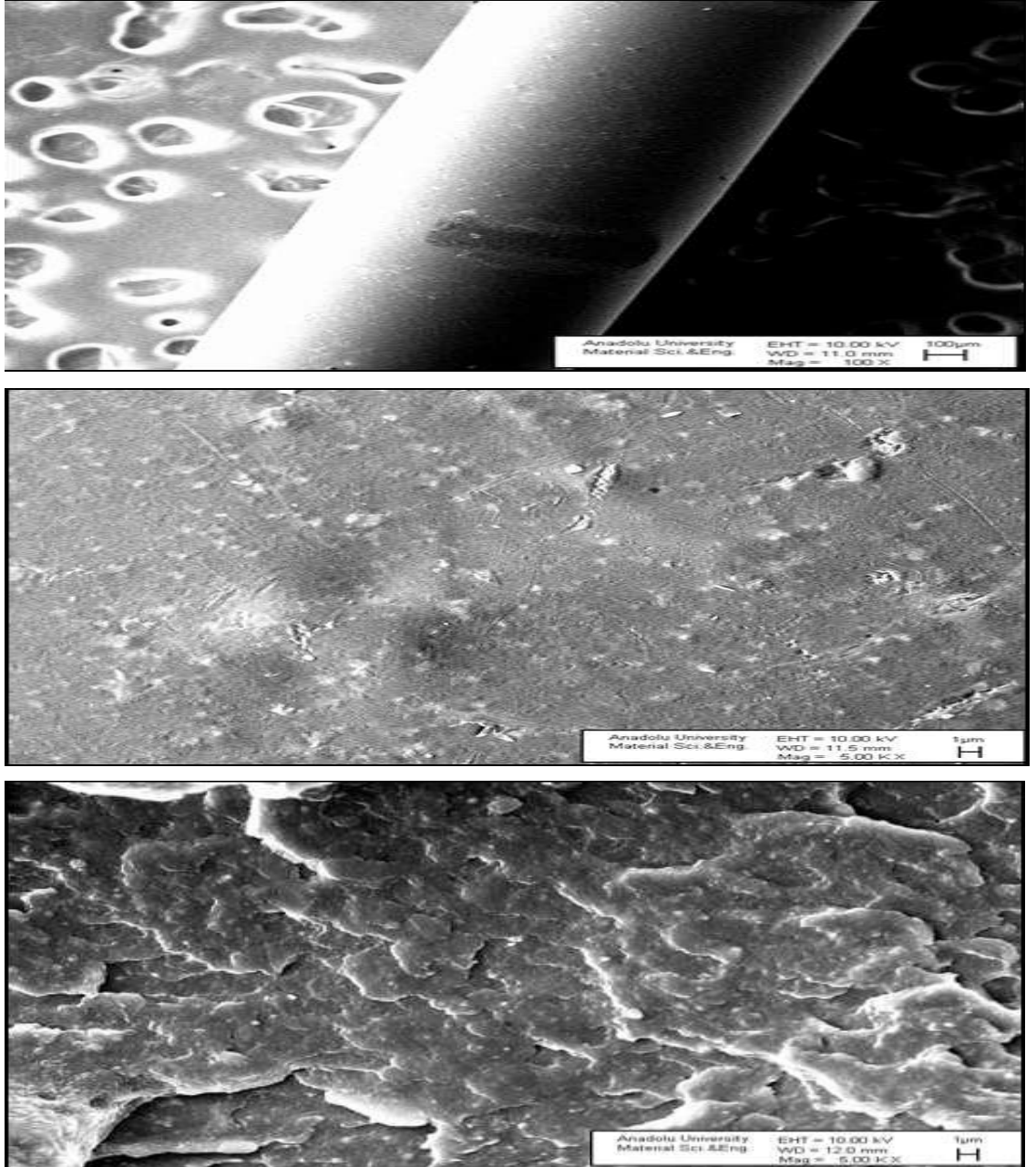


Şekil 4.21 Antibakteriyel 2 Masterbatch numunesinin dış görünümü. 100X (üst resim), 2.000X (orta resim), 5.000X (alt resim)

Dış yüzey görüntülerinde bazı partiküllerin aglomere oldukları ve yaklaşık iki mikron civarında topaklar oluşturdukları görülmektedir. İç yüzey görüntülerinde bu tip aglomerasyonlara rastlanmamıştır.

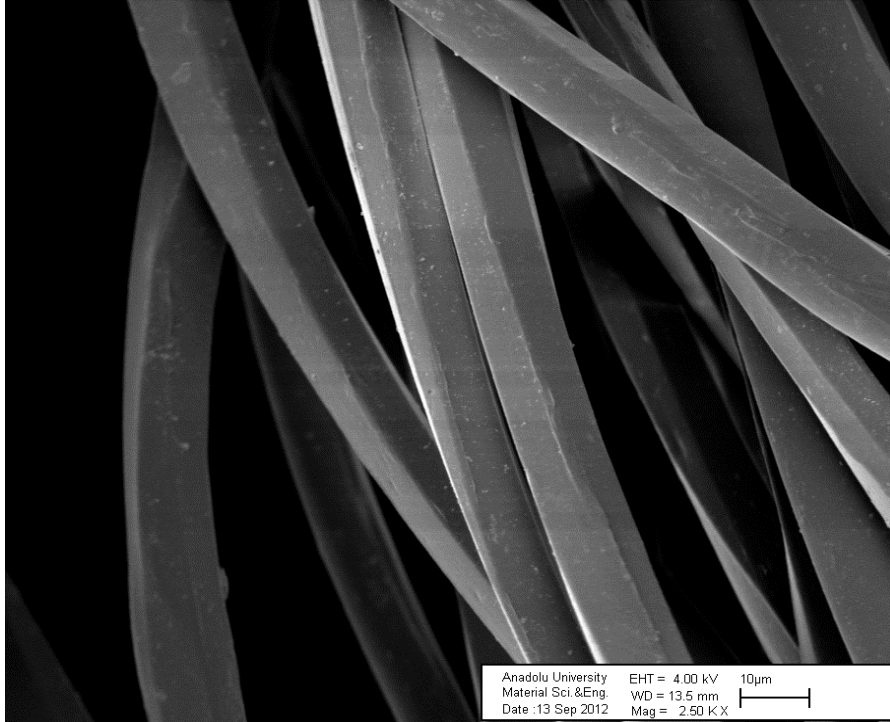
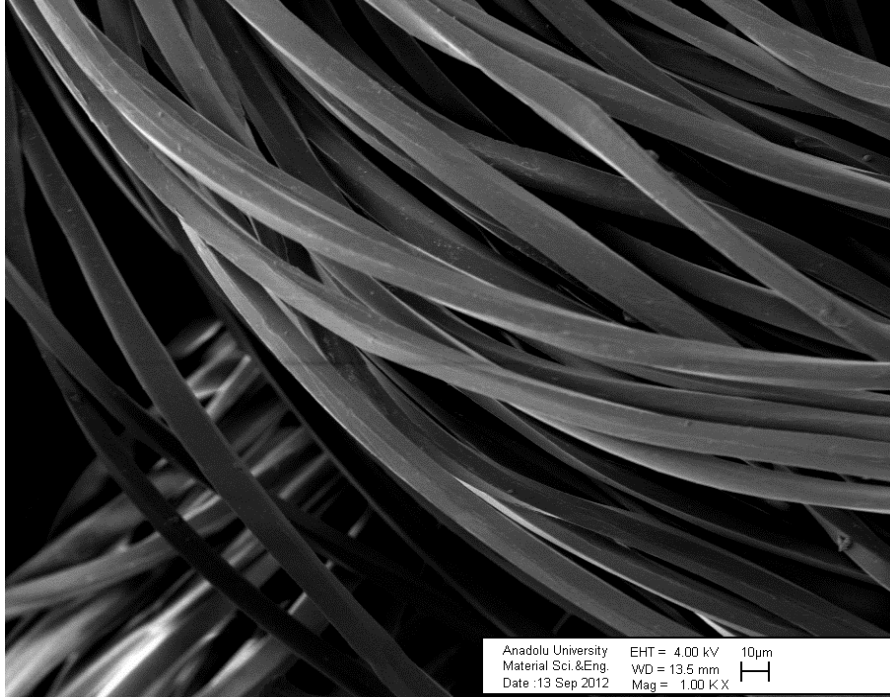
Fakat bu masterbatchten üretilmeye çalışılan 75/72 R ve 75/48W Kesitli POY ipliklerin denemelerinde düze pompa arası basınç çok ani bir şekilde yükseldiğinden çok az iplik çekilebilmiştir ve bu masterbatchin kullanılmamasına karar verilmiştir.

4.7.4 Antibakteriyel 3 Masterbatch SEM görüntüleri:

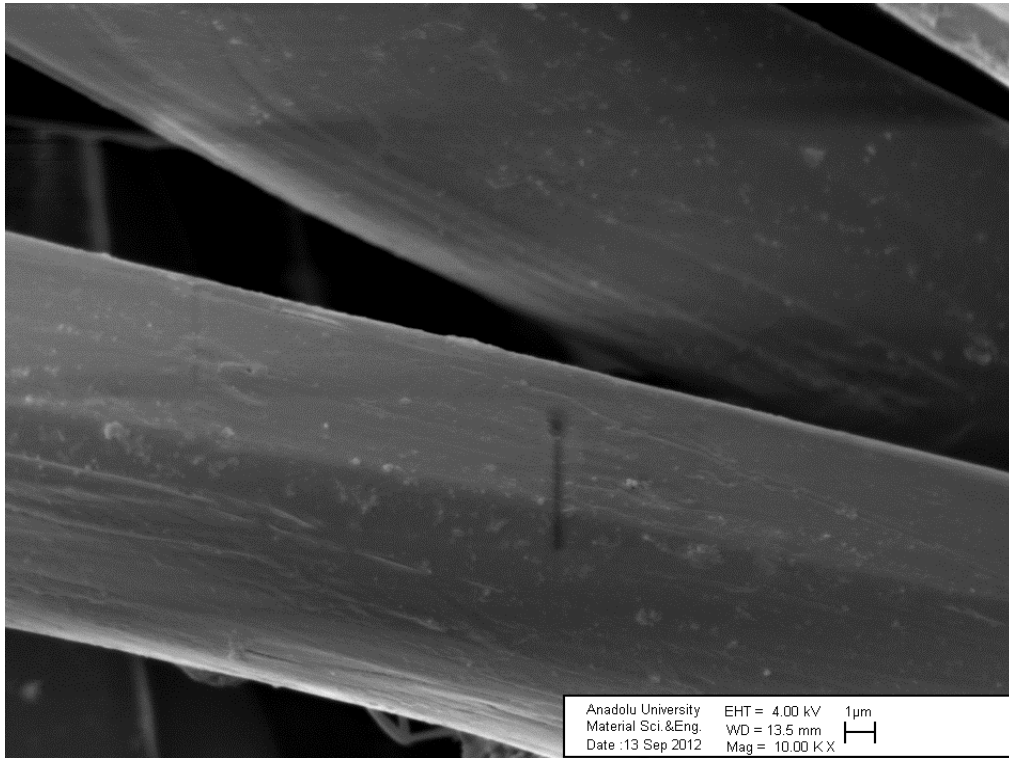
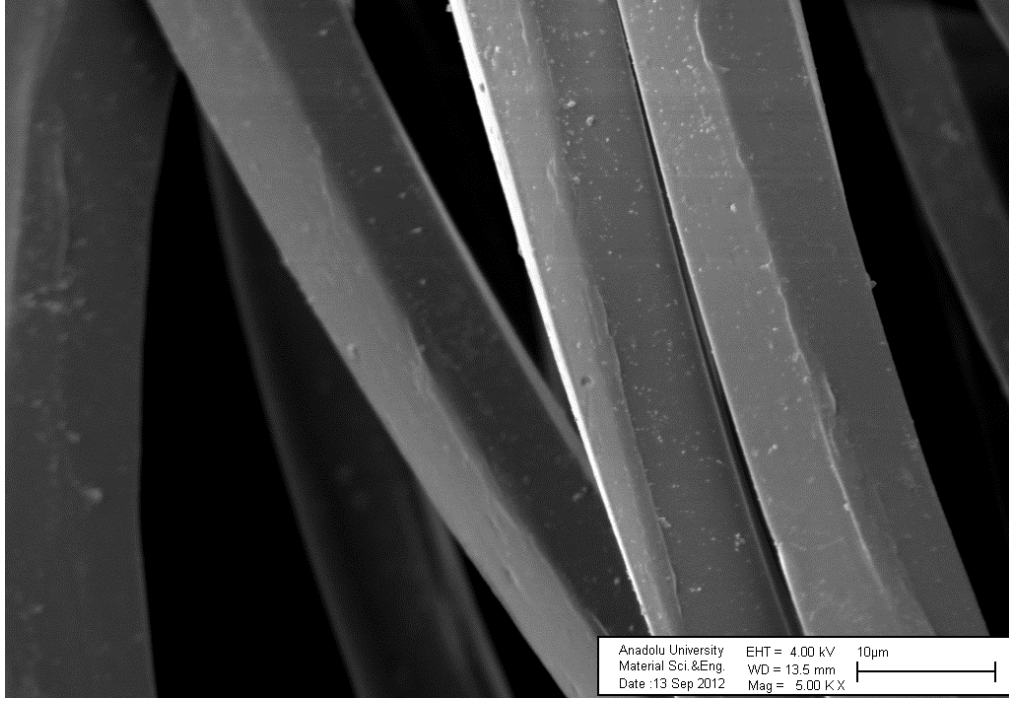


Şekil 4.22 Antibakteriyel 3 Masterbatch numunesinin iç görünümü. 100 X (üst resim), 2.000X (orta resim), 5.000X (alt resim)

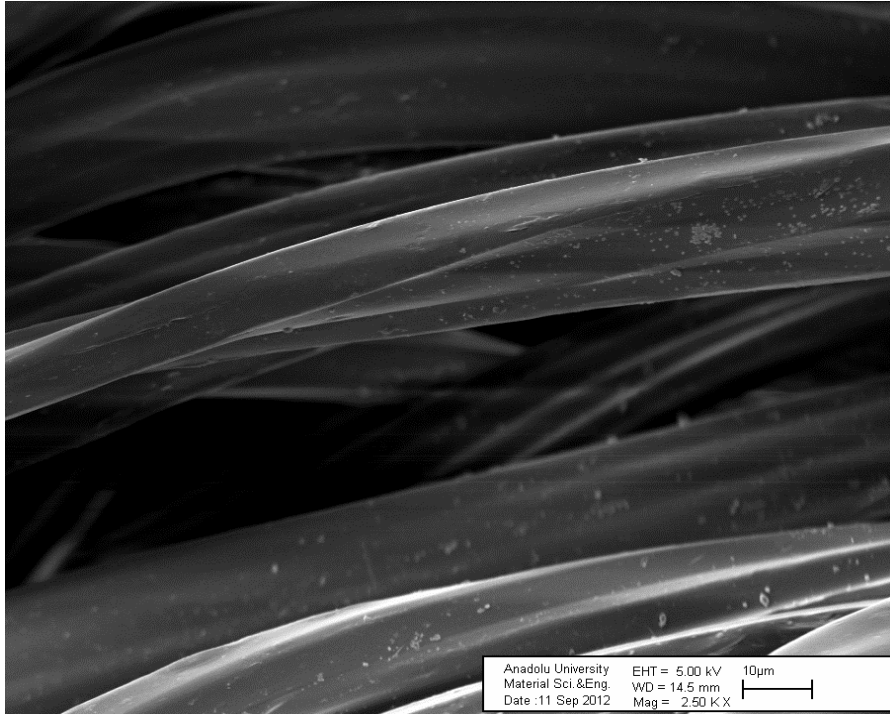
4.7.5 Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen Antibakteriyel ipliklerin SEM görüntüleri



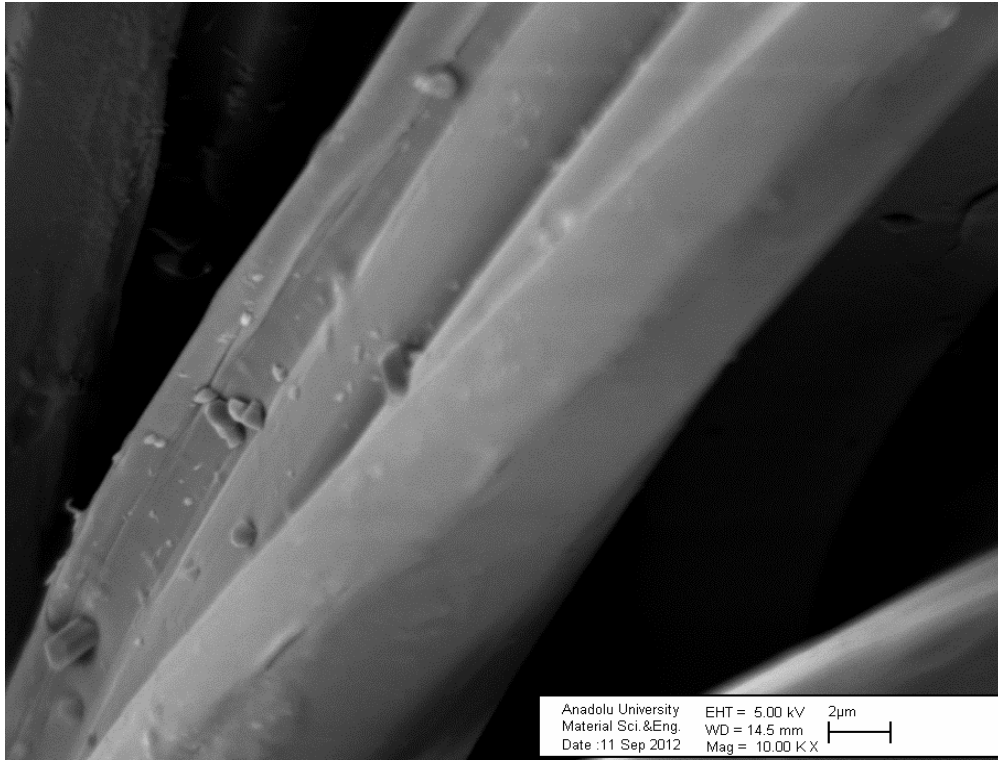
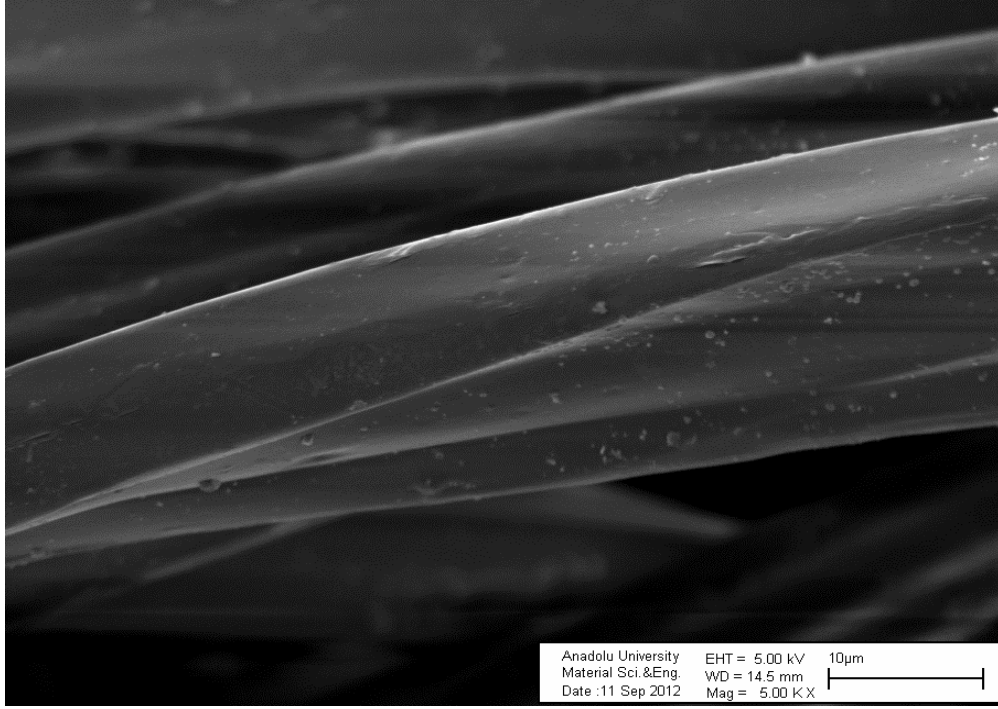
Şekil 4.23 Antibakteriyel 1 Masterbatch'den geliştirilen 75 f 72 tekstüre ipliklerden örülmüş ekru kumaşların SEM görüntüleri (üst 1.000X, alt 2.500X)



Şekil 4.24 Antibakteriyel 3 Masterbatch' den geliştirilen 75 f 72 tekstüre ipliklerden örülmüş ekru kumaşların SEM görüntüleri üst (üst 5.000X, alt 10.000X)



Şekil 4.25 Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen 75f48 W kesit Tekstürize ipliklerden örülmüş lacivert kumaşların SEM görüntüleri (üst 1.000X, alt 2.500X)



Şekil 4.26 Antibakteriyel 3 Masterbatch'den geliştirilen 75f48 W kesit Tekstürize ipliklerden örülmüş lacivert kumaşların SEM görüntüleri (üst 5.000X, alt 10.000X)

4.8 Nanogümüş Katkılı Polyester İpliklerin Üretimi ve Özelliklerinin Tayini

Bu aşamada, masterbatchin yapısına katılmış nanogümüş malzemesi, iplik eğirme prosesinde PET polimeri ile karıştırılarak nano gümüş içeren poliester ipliği üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla % 10 nano gümüş içeren masterbatch granülleri ekstrüderde çeşitli oranında dozajlanarak PET cipsleri ile karıştırılmış ve iplik çekimi gerçekleştirilmiştir. Böylece; farklı oranlarda nano gümüş içeren poliester iplik elde edilmesi hedeflenmiştir.

Nano gümüş içeren polyester iplikler ve referans polyester ipliklerine, Korteks Firması laboratuvarlarında çeşitli fiziksel iplik testleri uygulanmıştır. Yapılan testlerin standartları ve cihaz bilgileri Çizelge 4.3 verilmektedir.

Çizelge 4.3 Üretilmiş ipliklere uygulanan iplik test standartları

Test Adı	Kullanılan metot / Cihaz	Kullanılan standart
İplik numarası tayini	Skein Metot / İplik çıkırığı	DIN EN ISO 2060
Düzgünsüzlük tayini	Half - inert % / Uster Tester 3	Korteks Uygulaması
Kopma uzaması tayini	Statimat / Statimat	DIN EN ISO 2062
Kopma mukavemeti tayini	Statimat / Statimat	DIN EN ISO 2062
Yağ oranı	N.M.R. Method / Oxford	Korteks Uygulaması

Çizelge 4.4 Antibakteriyel y. mat POY ipliklerin fiziksel test sonuçları - 1

Masterbatch İçeriği	İplik Cinsi	Numara (Dtex)	Uster		Uzama	
			Uster	Uster CV %	%	% CV
-	75/48W POY	137	1,24	1,36	99,4	1,7
Antibakteriyel 1 MB	75/48W POY	137	1,66	1,98	100,57	2,4
Antibakteriyel 3 MB	75/48W POY	138	1,31	1,6	105,84	2,8
-	75/72R POY	132	1	1,02	118,2	1,9
Antibakteriyel 1 MB	75/72R POY	138	1,17	1,47	123,34	2,5
Antibakteriyel 3 MB	75/72R POY	138	1,35	1,65	119,2	2,3

Çizelge 4.5 Antibakteriyel y. mat POY ipliklerin fiziksel test sonuçları - 2

Masterbatch İçeriği	İplik Cinsi	Mukavemet		Kaynama Çekme % kaynar Suda	Yağ %	Punta sayısı
		cN/dtex	CV %			
Referans	75/48W POY	2,16	0,9	65,3	0,45	23
Antibakteriyel 1 MB	75/48W POY	2,03	2,2	64,1	0,47	22
Antibakteriyel 3 MB	75/48W POY	2,09	2,5	64,6	0,48	25
Referans	75/72R POY	2,50	1,2	64,8	0,51	24
Antibakteriyel 1 MB	75/72R POY	2,16	2,1	67,2	0,52	30
Antibakteriyel 3 MB	75/72R POY	2,05	1,2	66,7	0,5	26

Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 3, Şekil ek 4, Şekil ek 5 ve Şekil ek 6 da verilmiştir.

Çizelge 4.6 Antibakteriyel y. mat tekstüre ipliklerin fiziksel test sonuçları

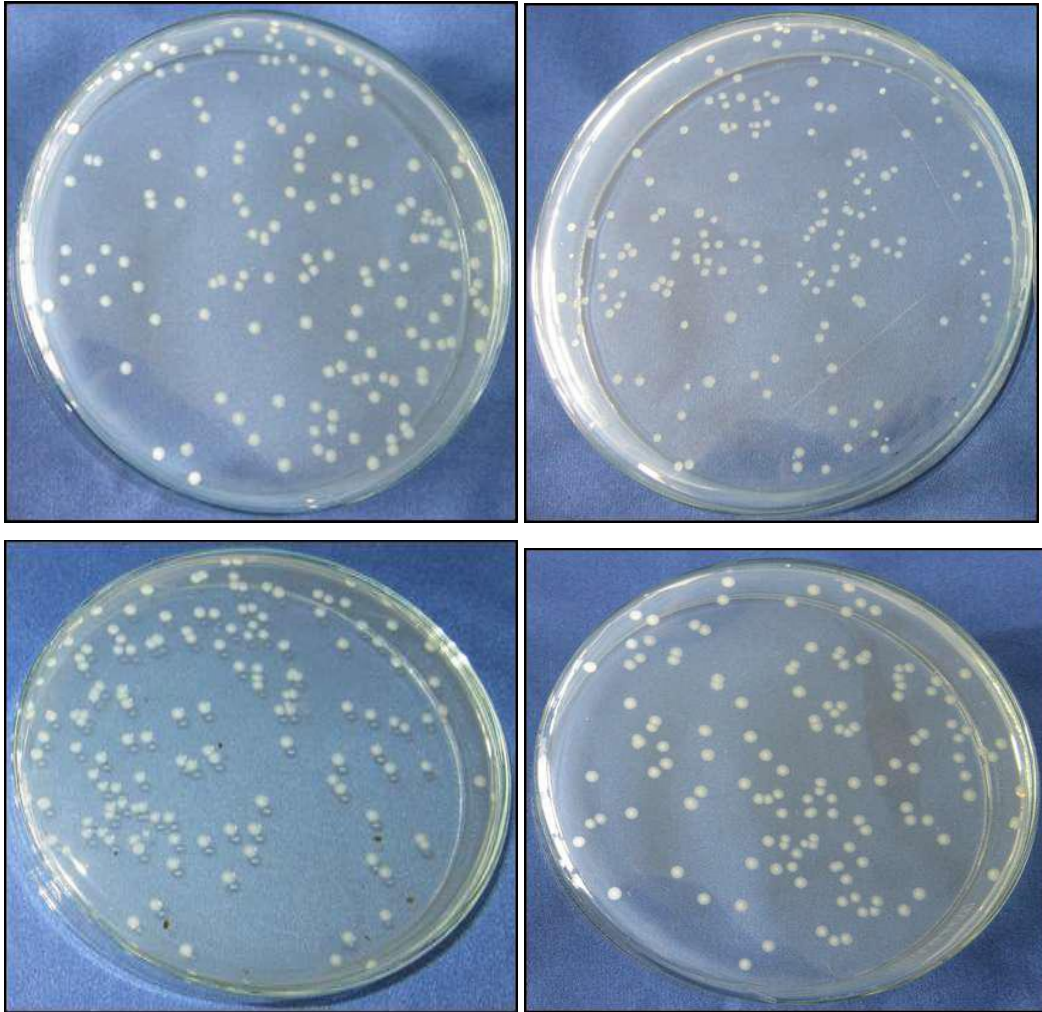
Antibakteriyel toz	İplik Cinsi	dte x	Uzama		Mukavemet		Kıvrım değerleri			Kaynama Çekme	
			(%)	C V (%)	cN/dte x	CV (%)	EK %	KK %	KB %	sud a	kuru havada
-	75/48 W	88	23,5 5	2,3	3,25	1,5	8,76	5,4 2	73,6 8	1,5	4,9
Antibakteriyel 1 MB	75/48 W	92	17,7	4,5	3,06	2,7	7,39	4,7 2	77,0 7	1,6	5,8
Antibakteriyel 3 MB	75/48 W	91	17,6	5,2	3,08	3	7,52	4,8	76,1 7	1,6 0	5,80
-	75/72 R	84	21,7 7	1,9	3,74	1,4 5	16,2 2	8,7 9	80,8 9	3,1	7,7
Antibakteriyel 1 MB	75/72 R	92	22,2	6,2	3,17	2,9	8,52	5	77,8 4	1,2	4,9
Antibakteriyel 3 MB	75/72 R	92	21,4	6,8	3,13	3,6	8,34	4,9 2	77,6 7	1,3	5,1

Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 7, Şekil ek 8, Şekil ek 9 ve Şekil ek 10 da verilmiştir.

4.9 Gümüş İçeren Tekstürize Polyester İpliklerin Fonksiyonellik Testleri

Kumaş üzerinde örme işleminden ve / veya dışarıdan gelen kalıntıları uzaklaştırmak amacıyla tüm kumaşlar öncelikle wascatorde TS 5720 EN ISO 6330 standartına göre 7A programında bir kez deterjanlı, bir kez de deterjansız olarak yıkanmışlardır.

Antibakteriyel 1 Masterbatch ve Antibakteriyel 3 Masterbatch'den üretilen ipliklere ait antibakteriyel test sonuçları Şekil 4.29 gösterilmiştir. Petri kaplarındaki bakteri fotoğrafları üçüncü dilüsyon sonrasında çekilmiştir. Görüldüğü üzere dört kumaşa da iyi antibakteriyel etki elde edilememiştir.



Şekil 4.27 Petri kaplarındaki bakteri kolonileri; 1 numaralı antibakteriyel katkı ekru kumaş (sol üst resim), 1 numaralı antibakteriyel katkı boyanmış kumaş (sağ üst resim), 3 numaralı antibakteriyel katkı ekru kumaş (sol alt resim), 3 numaralı antibakteriyel katkı lacivert kumaş (sağ alt resim)

4.10 Malzeme Modifikasyonuyla Geliştirme Çalışmaları

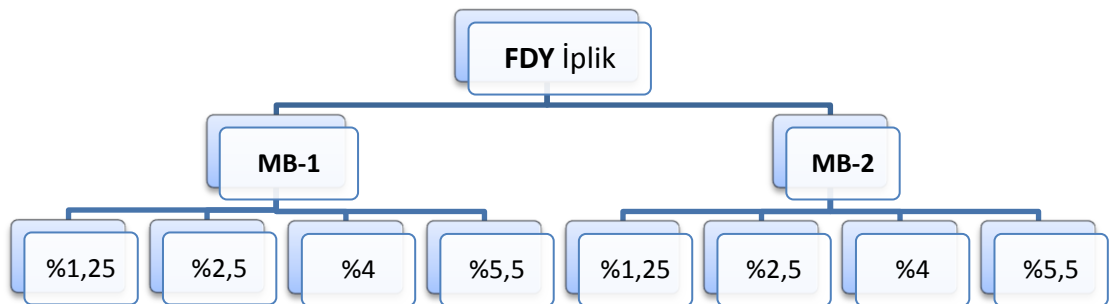
İlk olarak sentezlenen nano gümüş içeren kompozitten üç farklı antibakteriyel toz ve üç farklı antibakteriyel masterbatch geliştirilmişti. Bu masterbatchlerden 2 numaralı olan pilot denemelerde basınç artışı yaratmış ve iplik çekilememiştir. 1 ve 3 nolu masterbatchlerdense high count 75/72 R ve kanal kesitli 75/48 W POY iplikler ardından tekstürize İplikler üretilmiştir. Bu ipliklerden örme kumaş numuneleri hazırlanmış ve yarısı ekru yarısı da boyanmış halde antibakteriyel testlere tabi tutulmuş fakat istenilen antibakteriyel etkenlik sağlanamamıştır. Bu bağlamda etken maddesi yine gümüş olan iki malzeme proje kapsamındaki çalışmalarda kullanılmak üzere seçilmiştir. Bu tozlara N1 ve N2 kodları verilmiştir.

Her iki toz numunesi ile çok sayıda masterbatch numuneleri hazırlanmıştır. Bu masterbatch numunelerinden iki tanesi pilot arge çalışmalarında kullanılmak üzere seçilmiştir. Hazırlanan masterbatchler;

MB-4 numunesi %90 PBT ve %10 ANT1-N1 antibakteriyel katkı malzemesinden oluşmaktadır.

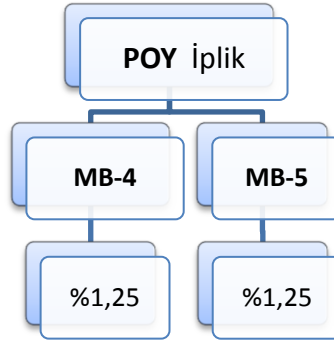
MB-5 numunesi ise %95 PBT ve %5 ANT3 -N2 antibakteriyel katkı malzemesinden oluşmaktadır.

Tüm FDY iplikler Spinboy makinasında 300 f 96 Trilobal Kesit Süper Parlak özelliğinde üretilmişlerdir. Her iki masterbatch numunesi de 4 farklı doz oranda lif çekimi öncesinde PET polimerine dozlanmıştır. Böylece 8 farklı FDY iplik üretilmiştir.



Şekil 4.28 FDY iplik deney matrisi

Buradan yola çıkarak malzemelerin POY ve Tekstürize iplikteki performanslarını görmek amacıyla her iki masterbatch'ten %1,25 PET polimerine dozlanmıştır POY ipliklerse pilot Barmag POY - FDY çekim makinasında 100 f 96 Round y. mat özelliğinde çekilmiştir. Üretilen İplikler ait bilgiler aşağıdaki şekilde belirtilmiştir.



Şekil 4.29 POY- Tekstüre iplik deney matrisi

4.10.1 Masterbatchlerin kimyasal verileri

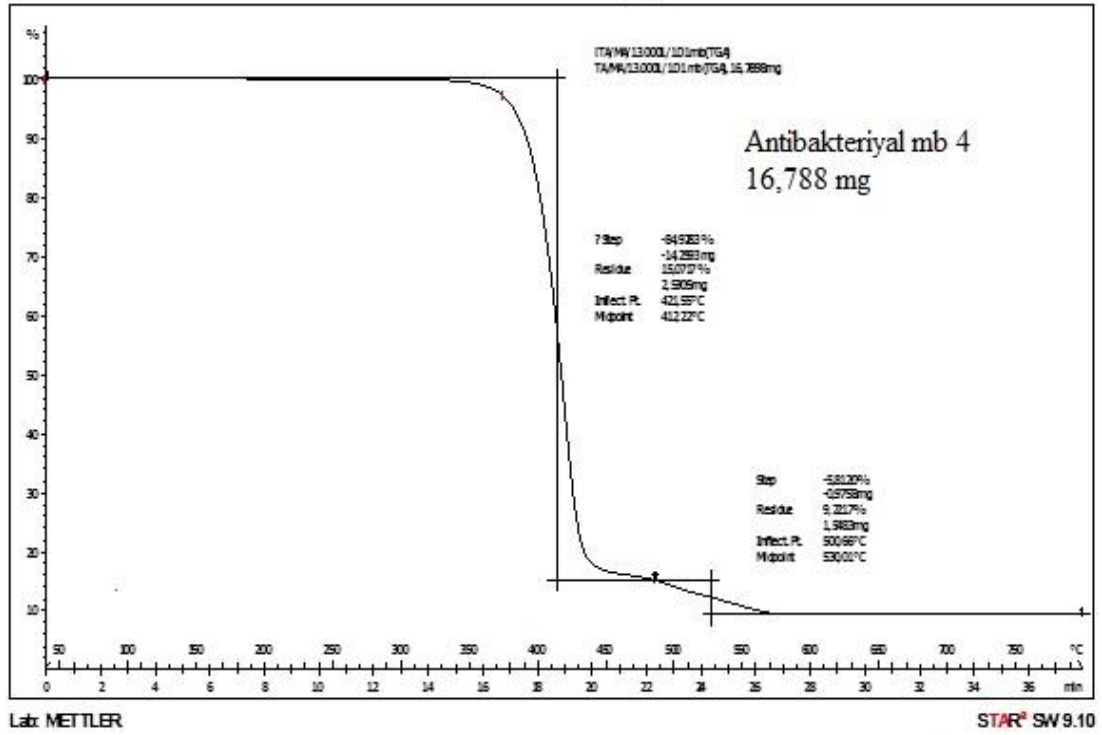
Antibakteriyel fonksiyonelliğin artırılması için iki farklı yeni antibakteriyel masterbatch hazırlanmadığı belirtilmişti. Bu masterbatch numunelerinin kimyasal analizlerinin sonuçları Çizelge 4.7 'de gösterilmiştir. Katkı malzemesinin viskozite de ve kül yüzdesinde değişikliğe sebep olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.7 referans masterbatch, masterbatch 4 ve 5 numunelerinin kimyasal test sonuçları

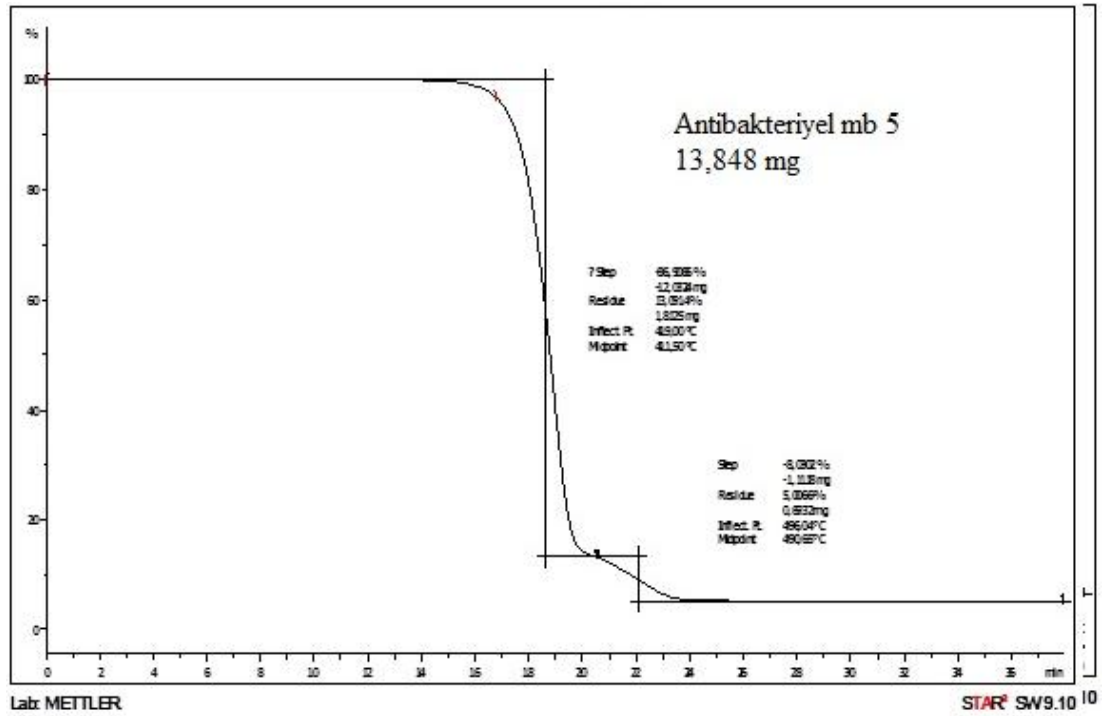
	Referans masterbatch	Antibakteriyel 4 Masterbatch	Antibakteriyel 5 Masterbatch
Viskozite (Int.)	0,814	0,731	0,754
Tane/gr	66	61	65
Kül (%)	0,06	9,44	5,3
MP (C)	227,8	227	226,2
COOH	19,5	17,1	19,9

Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 11 ve Şekil ek 12 de verilmiştir.

4.10.2 TGA Analizleri

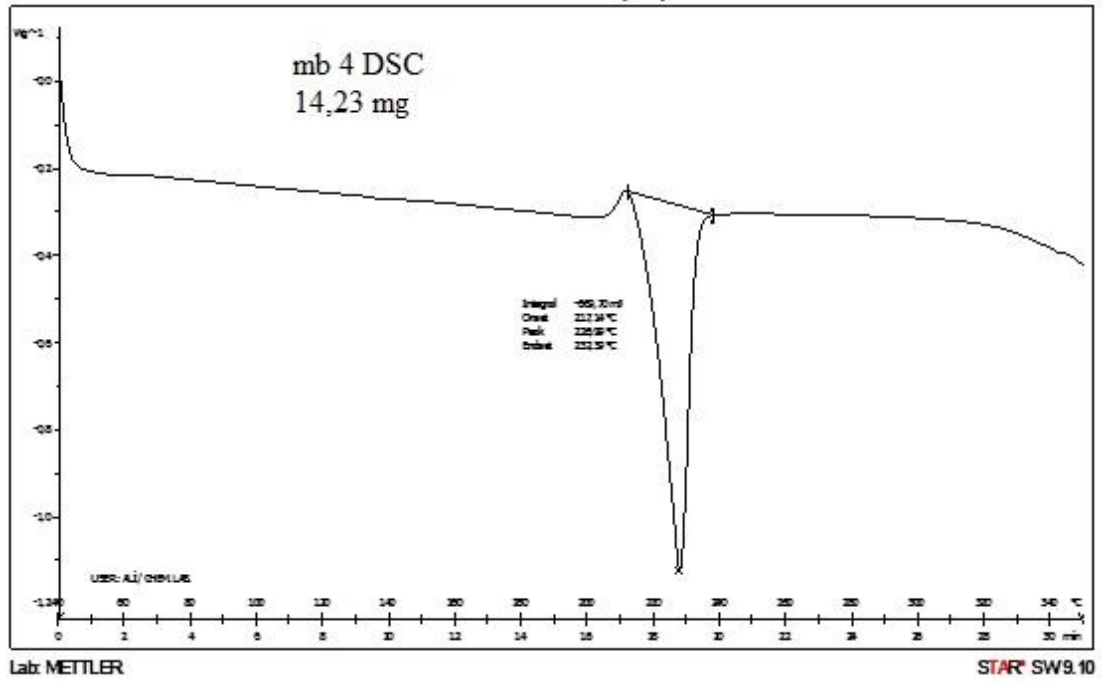


Şekil 4.30 Masterbatch 4'ün TGA analizi

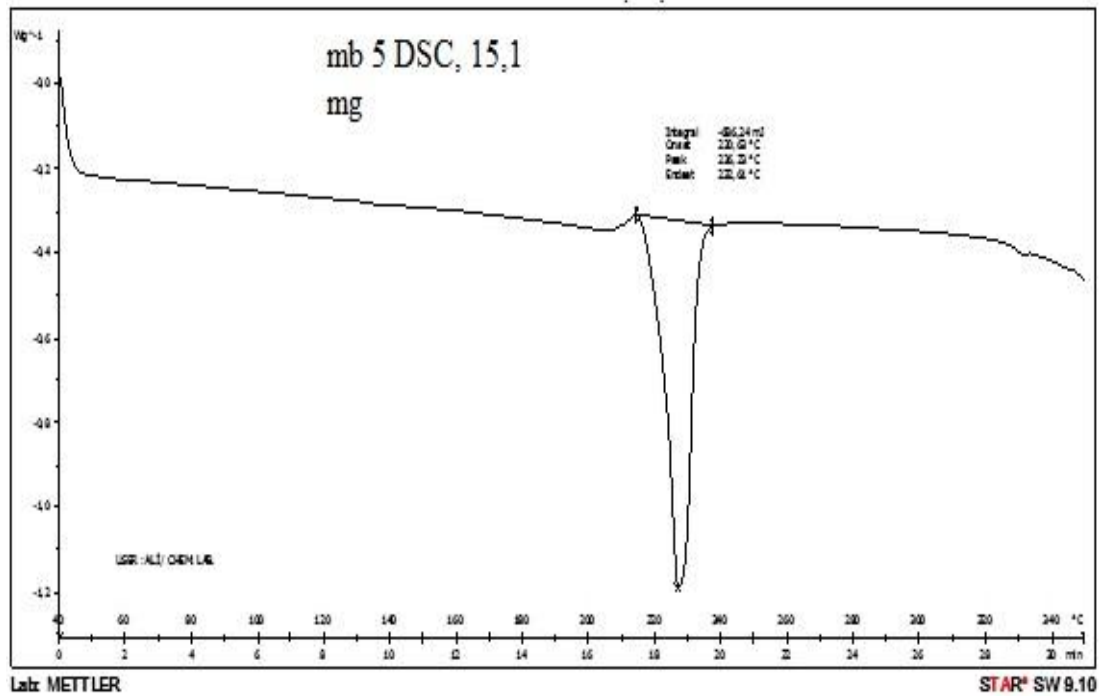


Şekil 4.31 Masterbatch 5'in TGA analizi

4.10.3 DSC Analizleri



Şekil 4.32 Masterbatch 4'e ait DSC grafiği



Şekil 4.33 Masterbatch 5'e ait DSC grafiği

4.10.4 POY- FDY- Tekstürize ipliklerin kimyasal analizleri

Çizelge 4.8 Dört farklı oranda masterbatch 4 içeren 300 f 96 T Süper Parlak FDY ipliklerin kimyasal test sonuçları

		Antibakteriyel 4 Masterbatch Doz Oranı (%)			
	Referans	1,25	2,5	4,0	5,5
Viskozite (Int.)	0,594	0,588	0,589	0,576	0,575
Kül (%)	0,16	0,25	0,35	0,4	0,6
COOH	31,6	33,5	35,6	34,9	34,3

Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 13 ve Şekil ek 14 de verilmiştir.

Çizelge 4.9 Dört farklı oranda masterbatch 5 içeren 300 f 96 T Süper Parlak FDY ipliklerin kimyasal test sonuçları

		Antibakteriyel 5 Masterbatch Doz Oranı (%)			
	Referans	1,25	2,5	4,0	5,5
Viskozite (Int.)	0,594	0,572	0,607	0,610	0,602
Kül (%)	0,16	0,24	0,29	0,36	0,45
COOH	31,6	34,9	31,3	30,2	31,8

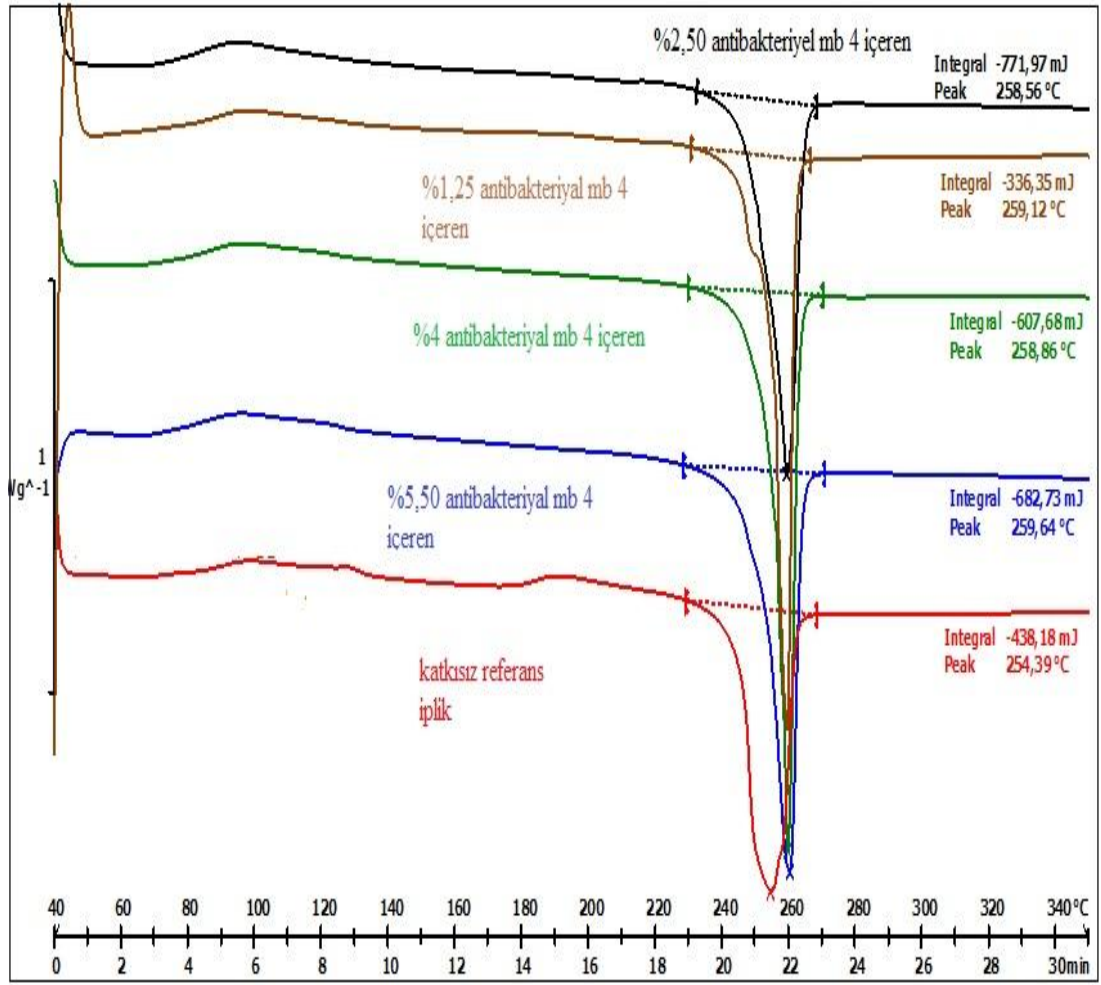
Karşılaştırmalı grafikler EK 15 ve EK 16 de verilmiştir.

Çizelge 4.10 Masterbatch 4 ve 5 katkılı 100 f 96 R y.mat POY ve Tekstürize ipliklerin kimyasal analiz sonuçları

	Referans POY	%1,25MB4 lü POY	%1,25 MB5 li POY	%1,25 MB 4 lü Tekstüre	%1,25 MB 5 li Tekstüre
Viskozite (Int.)	0,630	0,591	0,581	0,575	0,566
Kül (%)	0,33	0,44	0,4	0,43	0,39
COOH	24,3	31,4	36,0	32	33,2

Karşılaştırmalı grafikler EK 17 ve EK 18 de verilmiştir.

4.10.5 FDY ipliklerin DSC analizleri

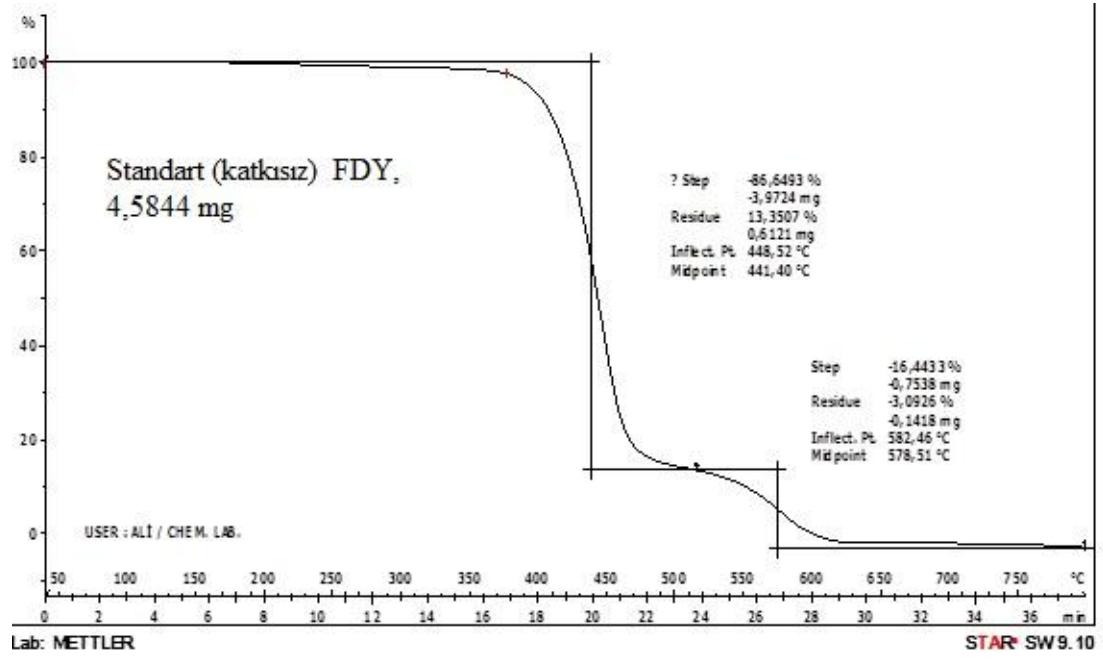


Lab: METTLER

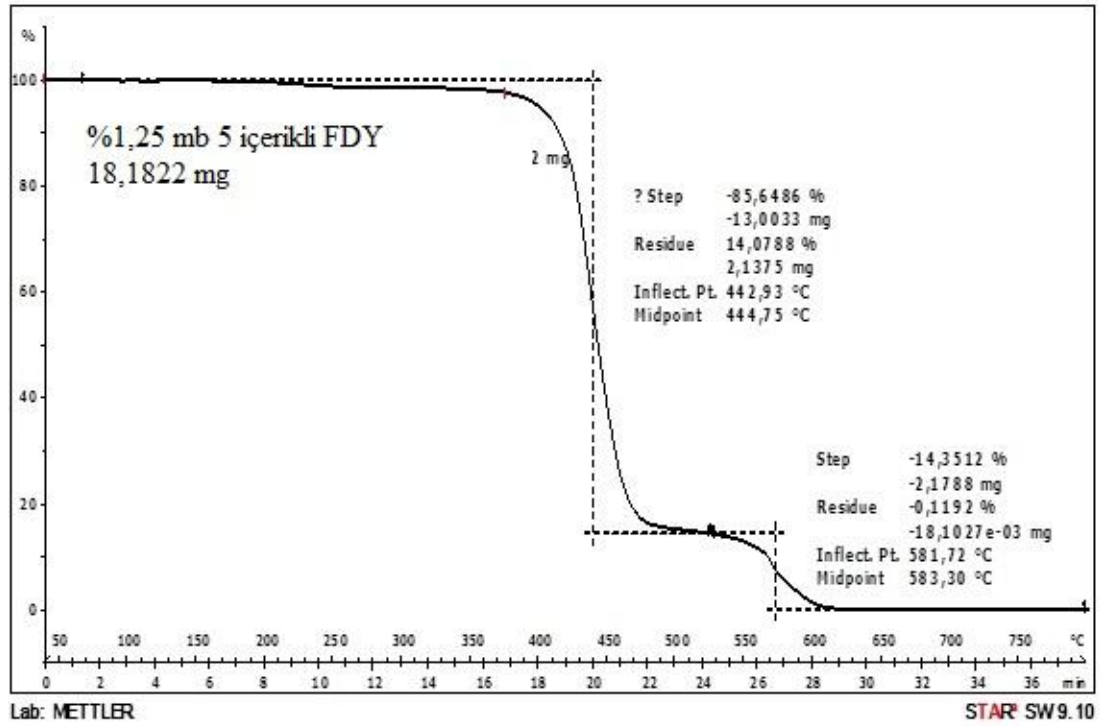
STAR® SW 9.10

Şekil 4.34 Referans (katkısız), %1,25- %2,50- % 4-%5,50 mb 4 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklere ait DSC analizi

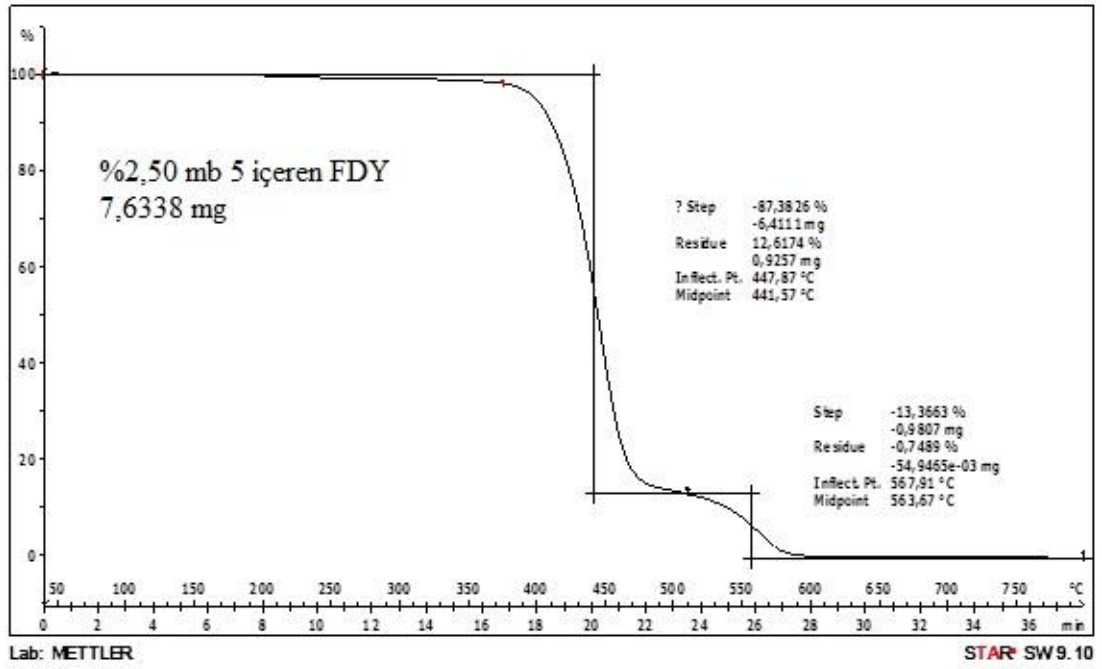
4.10.6 FDY ipliklerin TGA analizleri



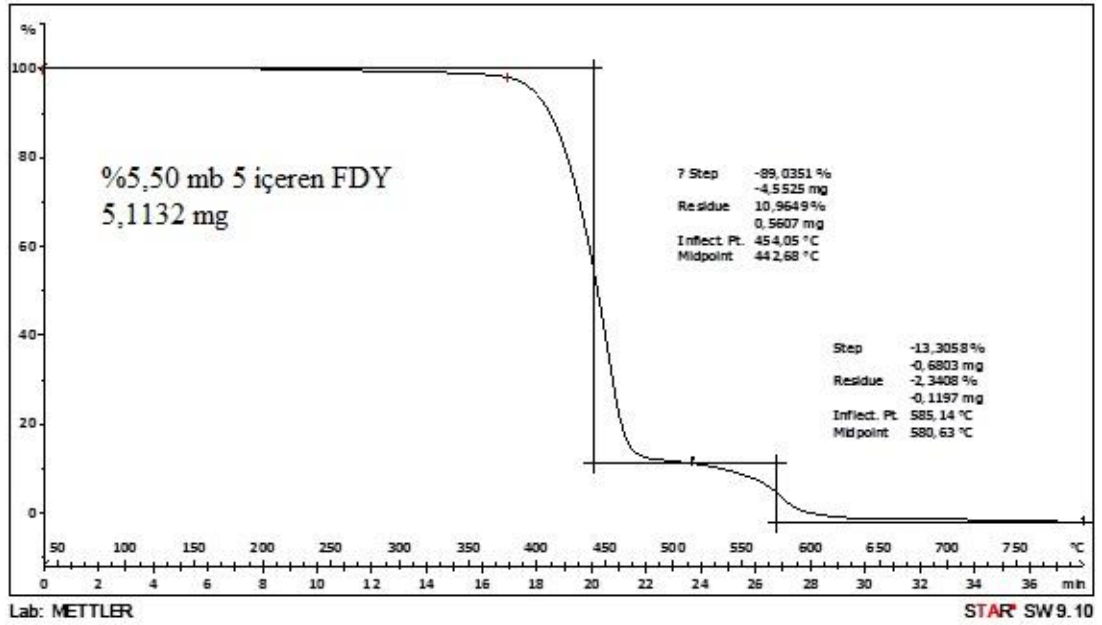
Şekil 4.35 Referans 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğın TGA analizi



Şekil 4.36 %1,25 mb 5 katkılı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğın TGA analizi

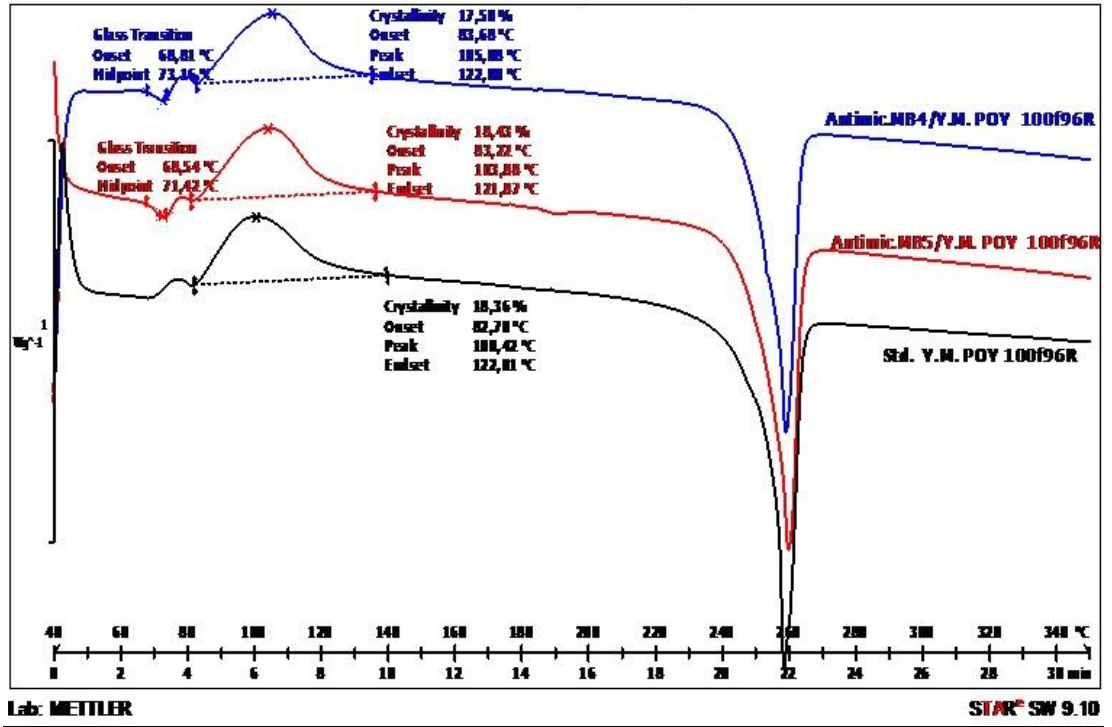


Şekil 4.37 %2,50 mb 5 katkılı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi



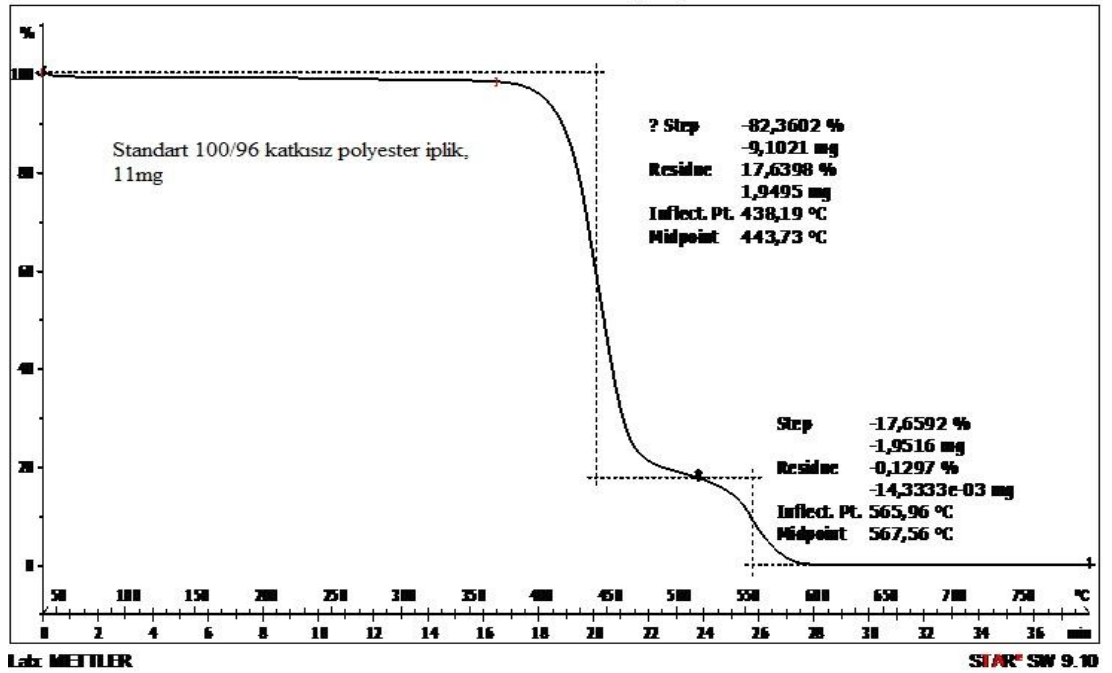
Şekil 4.38 %5,50 mb 5 katkılı 300/96 T Süper Parlak FDY ipliğin TGA analizi

4.10.7 POY ipliklerin DSC analizleri

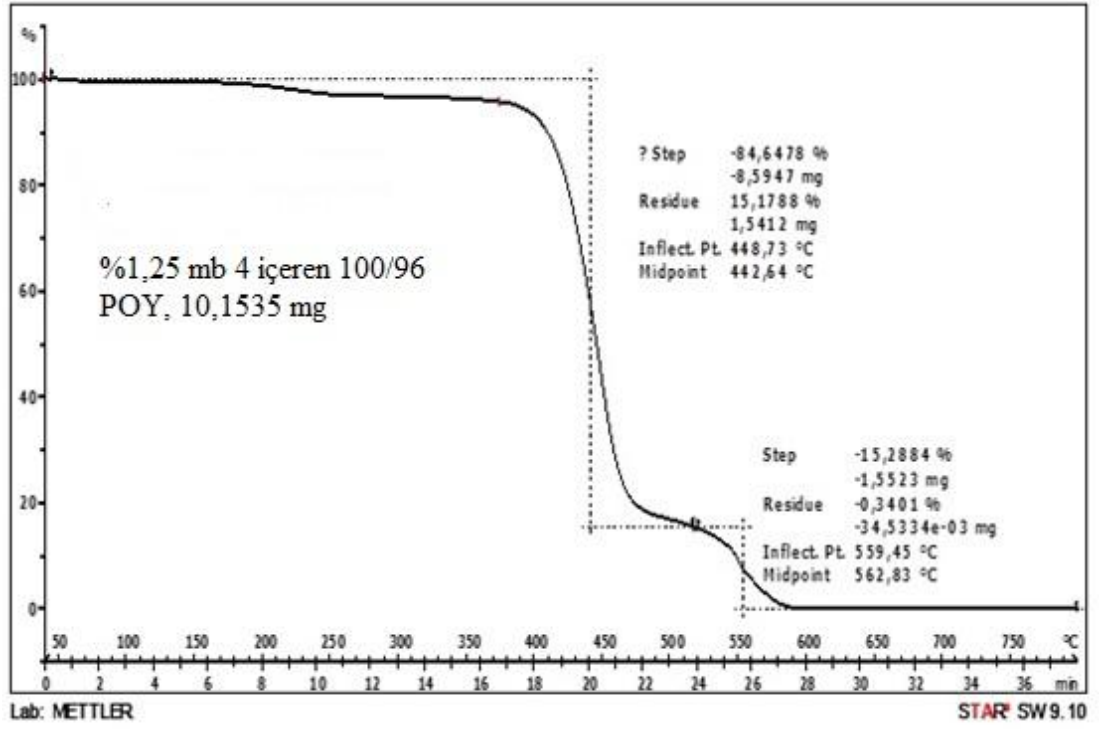


Şekil 4.39 standart (katkısız), %1,25 mb 4 ve %1,25 mb 5 katkılı 100/96 R y.mat POY ipliklerin DSC analizleri

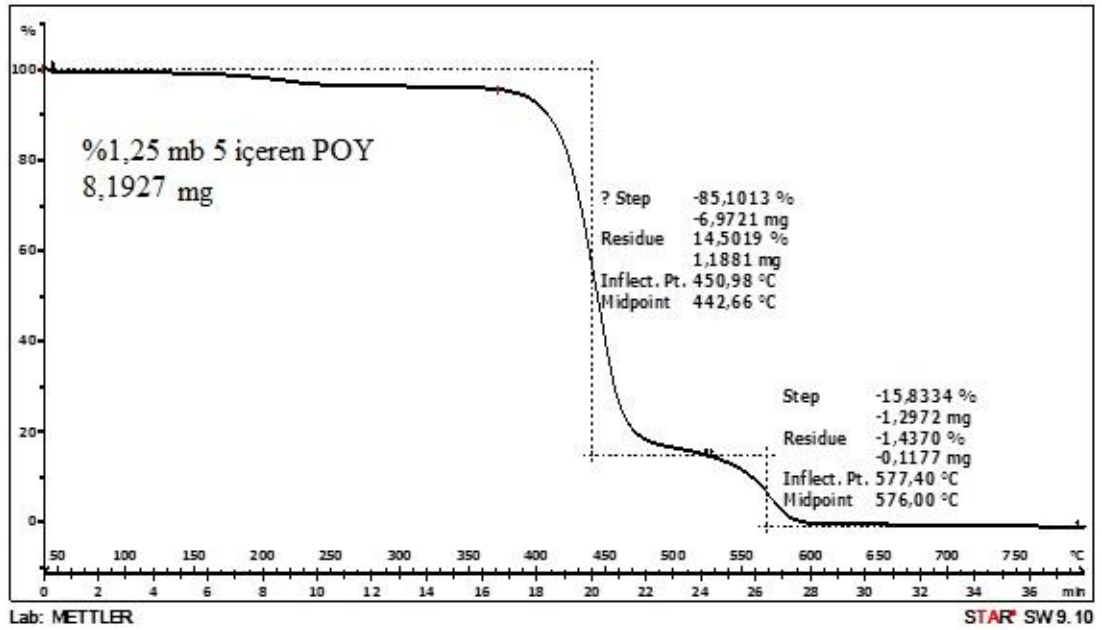
4.10.8 POY ipliklerin TGA analizleri



Şekil 4.40 Referans 100/96 R y.mat POY ipliğe ait TGA analizi



Şekil 4.41 %1,25 mb 4 katkılı 100/96 R y.mat POY iplik TGA analizi



Şekil 4.42 %1,25 mb 5 katkılı 100/96 R y.mat POY iplik TGA analizi

4.10.9 POY-FDY- Tekstürize ipliklerin tekstil Laboratuvarı analizleri

Çizelge 4.11 Dört farklı oranda Masterbatch 4 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklerin fiziksel test sonuçları

MB 4 Doz Oranları	Dtex	Düzensüzlük		Kopma uzaması		Mukavemet		Kaynama çekmesi (%)
		%Um	%CV	%	%C V	cN/dtex	%C V	
Ref	346	1,49	2,08	38,59	11,83	3,11	2,12	15,72
1,25	348	1,98	2,68	41,08	7,42	3,11	3,74	16,20
2,5	348	1,06	1,46	43,28	8,41	3,08	2,78	22,14
4	350	1,56	2,14	41,63	18,50	2,78	7,31	20,39
5,5	348	1,15	1,54	43,17	15,65	2,74	7,23	16,62

.

Çizelge 4.12 Dört farklı oranda Masterbatch 5 içeren 300/96 T Süper Parlak FDY ipliklerin fiziksel test sonuçları

MB 5 Doz Oranları	Dtex	Düzensüzlük		Kopma uzaması		Mukavemet		Kaynama çekmesi (%)
		%Um	%CV	%	%C V	cN/dtex	%C V	
Ref	346	1,49	2,08	38,59	11,83	3,11	2,12	15,72
1,25	346	2,15	2,97	44,43	16,35	3,03	4,70	16,10
2,5	339	1,60	2,18	27,58	9,61	2,8	3,72	17,2
4	346	1,24	1,71	38,85	9,81	2,88	8,96	24,72
5,5	346	1,11	1,57	40,77	5,30	2,97	2,51	16,78

Karşılaştırmalı grafikler EK 19, EK 20 de gösterilmiştir

Çizelge 4.13 %1,25 M 4 ve M 5 içeren y.mat POY ipliklerin fiziksel özellikleri - 1

İplik Türü	İplik Cinsi	Numara (Dtex)	Uster	Uster CV %	Uzama	Uzama CV
Referans İplik	100f96R POY	175	0,80	1,09	120	1,3
Antibakteriyel 4 Masterbatch	100f96R POY	176	1,62	2,04	125,9	2,71
Antibakteriyel 5 Masterbatch	100f96R POY	176	8,31	1,54	126	1,97

Çizelge 4.14 %1,25 M4 ve M5 içeren y. mat POY ipliklerin fiziksel özellikleri-2

İplik Türü	İplik Cinsi	Mukavemet (cN/dtex)	Mukavemet CV %	Çekim Kuvveti	Çekim Kuvveti CV	Kaynama Çekme %
Ref.İplik	100f96RPOY	2,64	1,2	59,37	1,2	66
M4 içerikli	100f96R POY	2,31	2,90	40,82	1,57	63
M5 içerikli	100f96R POY	2,41	1,09	43,52	1,40	67,5

Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 21, Şekil ek 22 de gösterilmiştir.

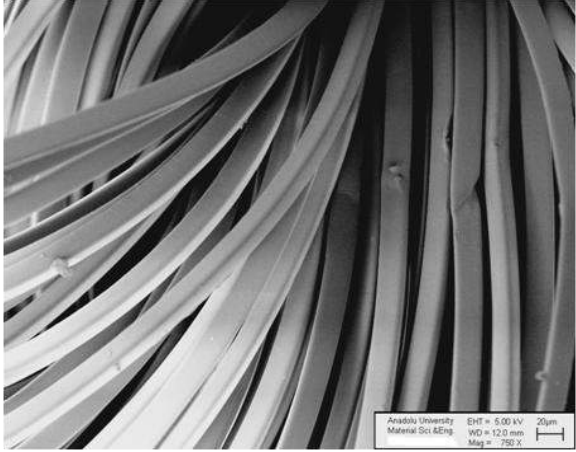
Çizelge 4.15 Y.mat Tekstüre ipliklerin fiziksel özellikleri

İplik Özelliği	dtex	Uzama		Mukavemet		Kıvrım değerleri			Kaynama Çekme	
		(%)	CV (%)	cN/dtex	CV (%)	EK %	KK %	KB %	Suda	Kuru hava
Referans 100f96R Tekstüre	118	23,10	2,3	3,71	1,15	9,24	5,14	81,54	1,8	6,6
100f96R Tekstüre(mb4 içerikli)	116	22,7	6,2	3,5	2,13	12,01	6,74	80,20	1,9	6,8
100f96R Tekstüre(mb5 içerikli)	116	22,7	6,2	3,5	2,13	12,01	6,74	80,20	1,9	6,8

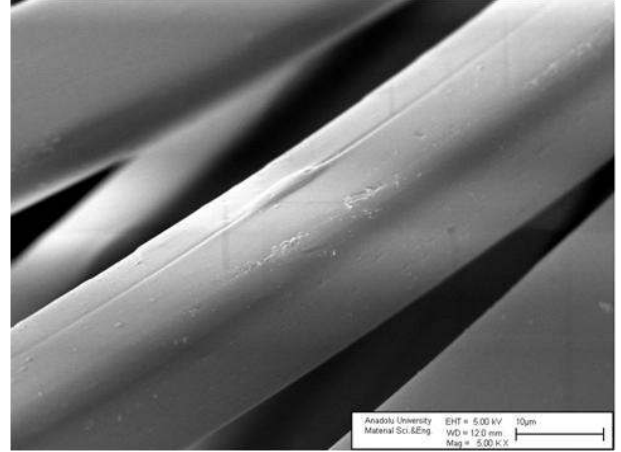
Karşılaştırmalı grafikler Şekil ek 23, Şekil ek 24 de gösterilmiştir.

4.10.10

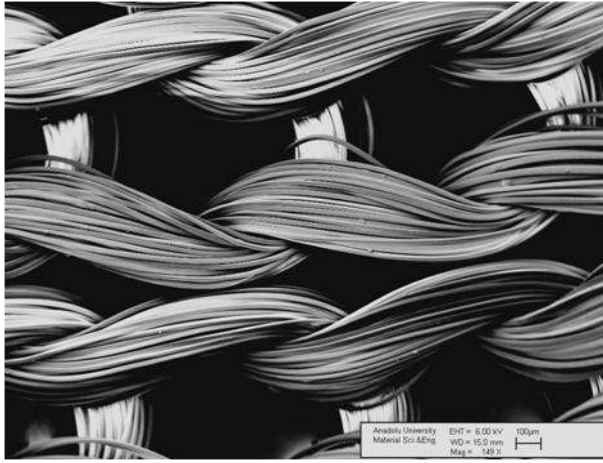
Modifikasyonla Üretilen İpliklerin SEM Analizleri



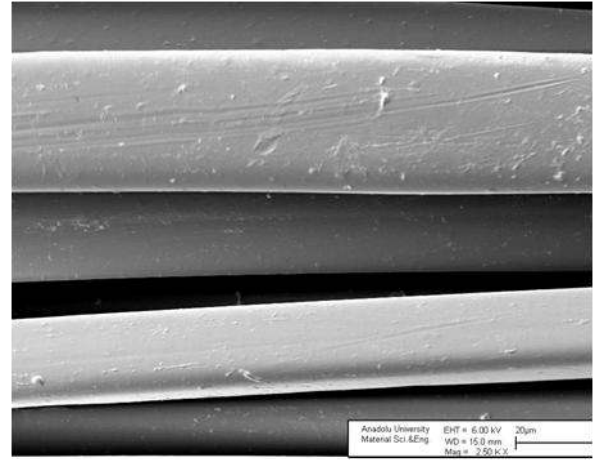
(a)



(b)

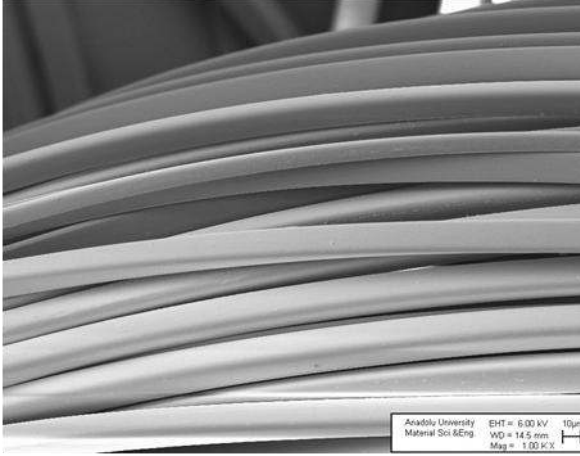


c

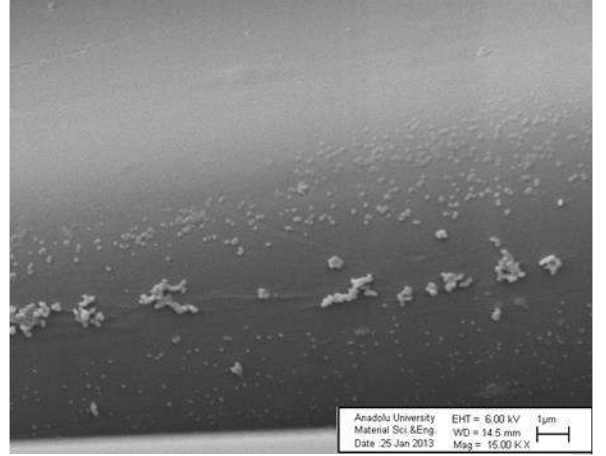


d

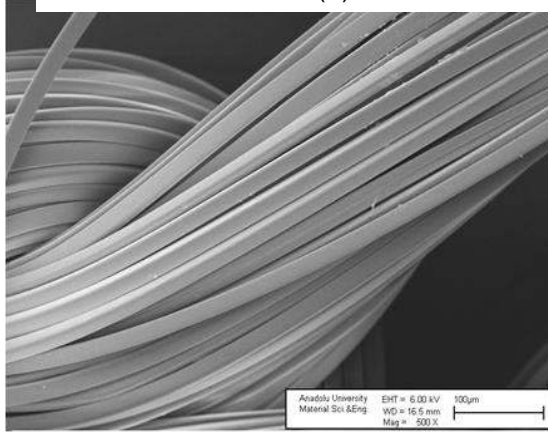
Şekil 4.43 MB 4 kullanılarak üretilmiş 300/96 T Süper Parlak FDY iplikten üretilmiş ekru iplik ve kumaşlar (a) ve (b) %2,5 MB 4 katkılı, (c) ve (d) %5,5 MB 4 katkılı



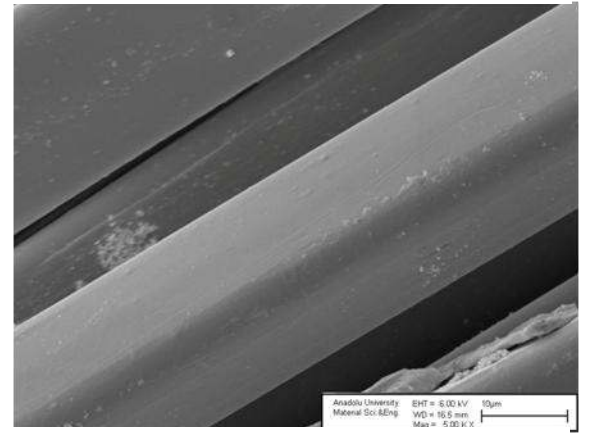
(a)



(b)



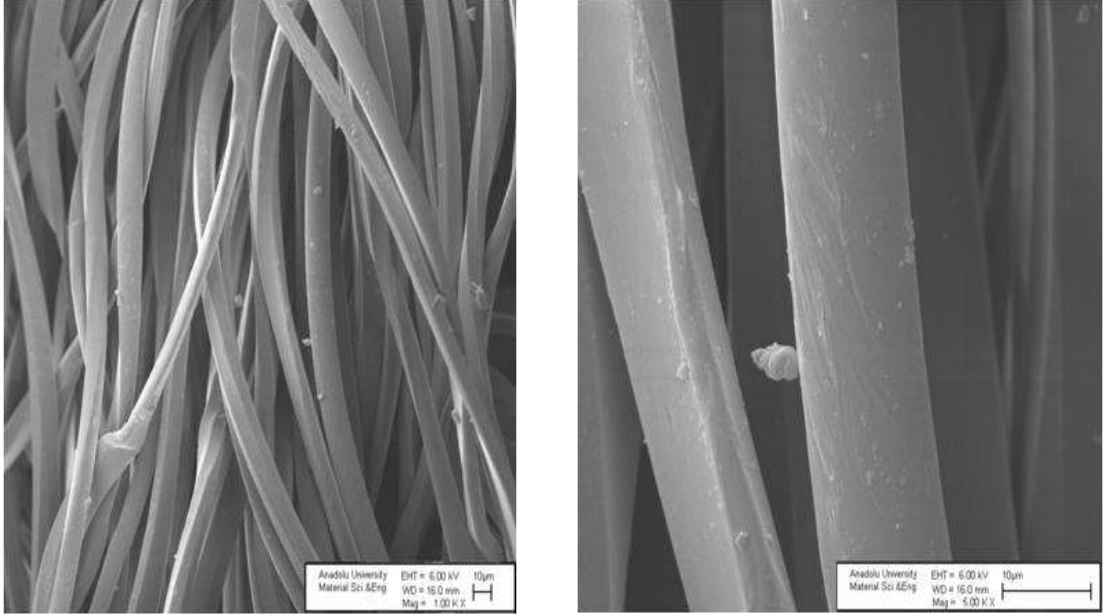
(c)



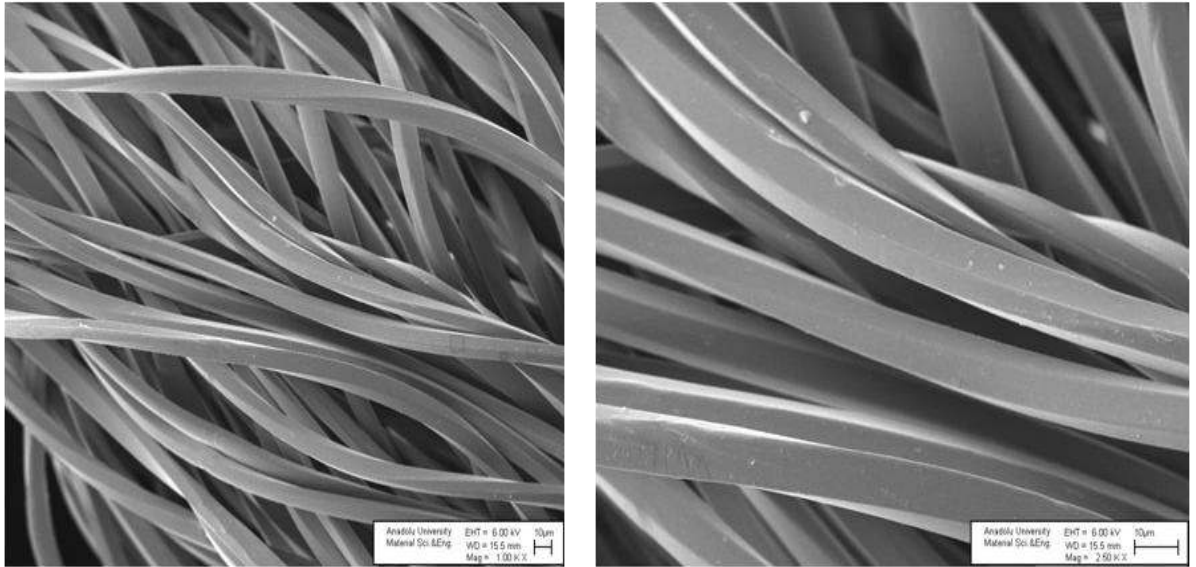
(d)

Şekil 4.44 MB 5 kullanılarak üretilmiş ekru 300f 96 T Süper Parlak FDY iplikler (a) ve (b) %2,5 MB 5 katkılı, (c) ve (d) %5,5 MB 5 katkılı

4.10.11 Tekstüre ipliklerden yapılmış kumaşlardaki ipliklerin SEM görüntüleri



Şekil 4.45 %1,25 oranında MB 4 katkılı Tekstüre ipliklerinden üretilmiş ekru kumaşların SEM görüntüleri



Şekil 4.46 %1,25 oranında MB 5 katkılı Tekstüre ipliklerinden üretilmiş ekru kumaşların SEM görüntüleri

4.11 Kumaşların Antibakteriyel Test Sonuçları

İlk üretilen antibakteriyel tozlar kullanılarak üretilen ipliklerden örülen kumaşların antibakteriyel performansları düşük çıkmıştır. Bunun üzerine geliştirilen yeni iki farklı antibakteriyel katkı malzemesinden üretilen 8 farklı FDY boyalı ve boyasız olmak üzere toplam 16 çeşit kumaş, 2 farklı Tekstürize İplikten boyalı ve boyasız 4 farklı kumaş türü üretilmiştir. Malzemelerin performanslarını görmek üzere 8 farklı çeşit kumaş seçilmiş ve test edilmiştir. %5,5 katkılı kumaşlar test edilmemiştir.

Antibakteriyel etkinliğin ölçümü için örnekler 18 saat öncesinde 37 °C'de inkübasyona bırakılan *Esheria coli* bakteri kolonilerine karşı (sayıca 2×10^5) test edilmiştir. Testler ASTM 2149-10 test metoduna göre gerçekleştirilmiştir. Bu metod dinamik bir metoddur.

Üretilen iki tip %1,25 M 4 ve M 5 içeren Tekstüre ipliklerinden boyalı ve boyasız olmak üzere 4 tip kumaş örülmüştür. Bu kumaşların antibakteriyel etkinlik test sonuçları çizelge 4.18'de sunulmuştur. Sonuçlar bir kumaş hariç olumlu görünmektedir. Tekstüre ipliklerinde tozların daha homojen bir dağılım gösterdikleri belirlenmiştir.

Elde edilen test sonuçları umut vaad edicidir.

Çizelge 4.16 Tekstüre ipliklerinden üretilmiş kumaşların antibakteriyel test sonuçları

Masterbatch katkı oranı	Kumaş	Test Sonucu (Log Azalma)
Referans polyester	Ekru	Bakteri inaktivasyonu
MB 4 - %1,25	Ekru	Log 3
MB 4 - %1,25	Boyalı	<log2 (Yeterli etkinlikte değil)
MB 5 - %1,25	Ekru	Log 3
MB 5 - %1,25	Boyalı	Log 3

Çizelge 4.17 FDY ipliklerinden üretilmiş kumaşların antibakteriyel test sonuçları

Masterbatch ve katkı oranı	Kumaş	Test sonucu (Log Azalma)
Referans polyester	Ekru	Bakteri inaktivasyonu
MB 4 - %1,25	Ekru	Log 3
MB 4 - %1,25	Boyalı	Log 2
MB 4 - %2,5	Ekru	Log 3
MB 4 - %4	Ekru	Log 3
MB 5 - %1,25	Ekru	Log 3
MB 5 - %1,25	Boyalı	<log2 (Yeterli etkinlikte değil)
MB 5 - %2,5	Ekru	<log2 (Yeterli etkinlikte değil)
MB 5 - %4	Ekru	Log 3

Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.17 'te sunulmaktadır. Görüldüğü üzere boyama öncesinde her iki katkı malzemesi ile %1,25 katkı oranında bile yüksek aktivite elde edilebilmiştir. Ancak bu kumaşların boyama sonrasında performanslarında azalma olduğu görülmüştür. Test sonuçları bazı tutarsızlıklar da içermektedir. Üretilen ipliklerde, özellikle boyama sonrasında açıkça görüldüğü üzere, homojen bir dağılım gözlenmemiştir. Bu bağlamda geliştirme çalışmaları da devam etmektedir.

5 SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Gümüş İçerikli Farklı antibakteriyel Tozların Polyester İplik Çekimine Uygun Boyutta ve Formatta Hazırlanması :

Polyester iplik çekiminde polimer eriyiği üretim kasalarına geldikten sonra düze bloğundan geçmektedir. Düze bloğu çeşitli filtreler ve kumlardan oluşmaktadır. Bloğun görevi polimerin içerisindeki safsızlıkları tutmak ve üretim için geçerli basıncın sağlanmasına yardımcı olmaktır (düze içi kombinasyonlarla). Polimer eriyiğine katılan inorganik katkıları bu filtre sisteminden rahatla geçip tıkanma yapmaması için bir mikron boyutundan daha düşük boyutta olmalıdır. Bu bağlamda gümüş içerikli tozun tane boyutu ve boyut dağılımının belirlenmesi gerekmektedir.

Proje çalışmalarında ilk olarak tozlar sentezlendikten ve yüzey işleminden geçirildikten sonra tanecik boyut ölçüm cihazıyla tanecik boyut ölçümleri yapılmıştır. Ölçüm sonuçları sentezlenen tozların tanecik boyutunun başarılı biçimde bir mikronun altına düşürülebildiğini ve masterbatch geliştirme safhasına geçilebileceğini göstermiştir.

SEM görüntüleriyle de antibakteriyel tozun tanecik boyutu ve dağılımları hakkında bilgi edinilmiştir. Görüntülerde tozun mikron altı seviyede ve homojen dağılımda olduğu tespit edilmiştir. SEM analizlerinden elde edilen verilerin tane boyutu test cihazında elde edilen verileri teyit etmesi yapılan testleri doğrulamıştır. SEM görüntülerinin ardından yapılan EDX çekimiyle de toz içerisindeki gümüş varlığı teyid edilmiştir. XRD analiziyle de tozu oluşturan fazların tespiti yapılmıştır. Geliştirilen tozun antibakteriyel etkinliği de Anadolu Üniversitesi Çevre Sorunları Uygulama ve Araştırma Merkezi Mikrobiyoloji Laboratuvarlarında “Halo” test metodu uygulanarak tespit edilmiştir.

Yukarıda belirtilen tüm analiz yöntemlerinden elde ettiğimiz veriler bir sonraki proses adımına geçebilmemizi sağlamıştır.

Geliştirilen Tozların Taşıyıcı Polimer, Dispergatörler ve Diğer Yardımcı Kimyasallarla Özel Formülasyon Çalışmalarıyla Karıştırılarak Polyester İplik Eğirme Prosesine Uygun Masterbatch Granülleri Eldesi:

Geliştirilen tozlar öncelikle ekstürdere girmeden önce taşıyıcı polimer ve diğer yardımcı kimyasallarla firmaya özgü formülasyonlarda yüksek hızlı karıştırıcıda homojen karışım sağlanana kadar karıştırılıp kurutulmuştur. Hazırlanan karışımlar çift vidalı ekstrüderde eritilip akabinde soğutularak masterbatch granülleri elde edilmiştir. Masterbatch granüllerine yapılan testlerde;

Viskozite (int.): Viskozite değerlerinin genel olarak düştüğü tespit edilmiştir. Fakat bu azalma katkılı masterbatchlerin iplik çekiminde negatif bir durum yaşanmasına neden olmamıştır.

Kül (%): Kül miktarı masterbatch içerisinde yanmayan inorganik maddeleri göstermektedir. Ekstürüzyon öncesi hazırlanan karışımdaki antibakteriyel toz oranıyla kül değerlerinin birbirine oldukça yakın olması tozun masterbatch içerisinde de homojen dağıldığı anlamına gelir ki bu iplik çekimi ve iplik fonksiyonelliğin sağlanmasında çok önemli bir role sahiptir. Masterbatchlere katılan antibakteriyel toz miktarıyla kül testinde elde edilen değerlerin doğru orantılı olduğu saptanmıştır.

Erime sıcaklığı: Bir, iki derecelik azalmadan başka önemli bir değişiklik görülmemiştir.

COOH (mmol/kg): Masterbatchlerin içerdiği antibakteriyel toz malzemenin özelliğine göre standarta göre artma ve eksilmeler gözlenmiş olup bir korelasyon kurulamamıştır.

DSC - TGA Analizleri: Gümüş içerikli inorganik malzemenin katıldığı masterbatch ve ipliğin termal ve bozunma davranışlarına olan etkisi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar katkı malzemesinin polimerin termal ve bozunma davranışında proses ve son kullanım açısından önemli bir değişikliğe sebebiyet vermediğini göstermiştir.

SEM görüntüleri: Masterbatchler ve akabinde bu masterbatchlerden üretilen gümüş içerikli polyester ipliklerin değişik büyütme oranında görüntüleri incelenmiştir.

Nanomalzemelerin kullanımında yaşanan önemli problemlerden birisi proseslerde aglomere olabilmeleridir. Tozların masterbatch içerisinde aglomere olması durumunda ekstrüzyon ve iplik çekiminde ciddi sıkıntıların yaşanacağı aşikardır.

SEM görüntüleri bize çalışmanın başarısı için önemli bilgiler vermektedir. Çekilen SEM görüntüleri sentezlenen tozların masterbatch içerisinde topaklanmadan homojen biçimde dağıldığını göstermiştir. Bu sonuç masterbatch tasarımının başarılı biçimde yapılabildiğini teyit ettiğinden iplik çekim aşamasına geçilmesine karar verilmesini sağlamıştır.

Geliştirilen Masterbatchlerin İplik Eğirmede Fonksiyonel Özelliği Sağlayacak Miktarda Katılarak POY-FDY İplikler Halinde Çekilebilmesi, POY İpliklerin Sonrasında Tekstürize İplik Olarak Eğrilebilmesi, Tüm Üretilen İpliklerin Tekstil Proseslerine Uygun Fiziksel Değerlerde Olmasının Sağlanması :

Geliştirilen masterbatchlerin parametre geliştirme çalışmaları sayesinde farklı kesit, farklı parlaklık, farklı dpf (denye/flaman) ve farklı tipte (POY – FDY - Tekstürize) polyester filament iplikler başarıyla üretilebilebilmiştir. Üretilen ipliklere Korteks bünyesindeki laboratuarlarda uygulanan fiziksel testlerde mukavemette bir miktar düşme, Uster değerlerinde bir miktar artma ve diğer özelliklerin cV değerlerinde artışlar tespit edilmiştir. Ancak bu değerler iplik fiziksel spektleri içerisinde kabul edilebilir sınırlar içerisinde kalmıştır. Fonksiyonellik testi için yapılan kumaşlarda da proses açısından herhangi bir negatif durum tespit edilmemiştir.

Üretilen gümüş içerikli ipliklerin antibakteriyel performanslarının test edilebilmesi için örme kumaş üretilmesi, boyama öncesinde ve sonrasında performans testlerinin gerçekleştirilmesi :

İlk geliştirilen üç farklı gümüş içerikli tozdan iki numaralı toz hariç antibakteriyel toz 1 ve antibakteriyel toz 3 katkılarının masterbatch üretimi ve iplik çekimleri başarıyla gerçekleştirilmiştir. Fakat bu ipliklerden yapılan kumaşlar bakteri testinde hedeflenen sonuçları veremediğinden yeniden malzeme geliştirme basamağına geri dönmüş ve tüm çalışmalar ilk aşamadan itibaren tekrar yapılmıştır.

Tekrardan ilk aşamalaradan itibaren başlayan çalışmalarla geliştirilen masterbatch 4 ve masterbatch 5 granülleriyle sorunsuz biçimde iplik çekimi yapılabilmıştır. Elde edilen iplikler fiziksel ve antibakteriyel testlerden başarılı neticeler almıştır.

Sonuç olarak bu tez çalışmasında inorganik toz sentezinden başlayarak, masterbatch hazırlanması, bu masterbatch numunelerinden iplik çekilmesi ve ipliklerin tekstrüze işleminden geçirilmesi aşamaları başarılı biçimde gerçekleştirilebilmiştir. Proseslerin her aşamasında karşılaşılabilecek sorunlar belirlenmiş ve çözüm önerileri geliştirilmiştir. Tüm bu aşamaların başarılı şekilde gerçekleştirilebilmesinde modern karakterizasyon yöntemleri kullanılmış, bu yöntemlerin uygulanması ve elde edilen verilerin yorumlanması deneyimi kazanılmıştır.

Gelecekte Yapılacak Çalışmalar:

- ✓ Daha düşük malzeme katkısı ile istenen antibakteriyel aktivitenin sağlanması, yeni etken maddeler geliştirilmesi veya temin edilerek yüzey modifikasyonlarının ardından prosese uygun hale getirilmesi,
- ✓ Üretilen tüm kumaşların performans testlerinin yapılması,
- ✓ Üretilen antibakteriyel kumaşların yıkama dayanımlarının test edilmesi,
- ✓ Antibakteriyel aktivitenin farklı dış etkenler (UV, deniz suyu, ozon gibi) karşısında gösterdiği davranışların test edilmesi,
- ✓ Farklı fonksiyonel özellikler sağlayan etken maddelerin polimere katılması ile ilgili çalışmalar yapılması, (örnek güç tutuşur+antibakteriyel özellik+eriyikten boyalı)
- ✓ Organik esaslı etken maddelerin polimere katılması ve karakterizasyonu konularında çalışmalar yapılması amaçlanmaktadır.

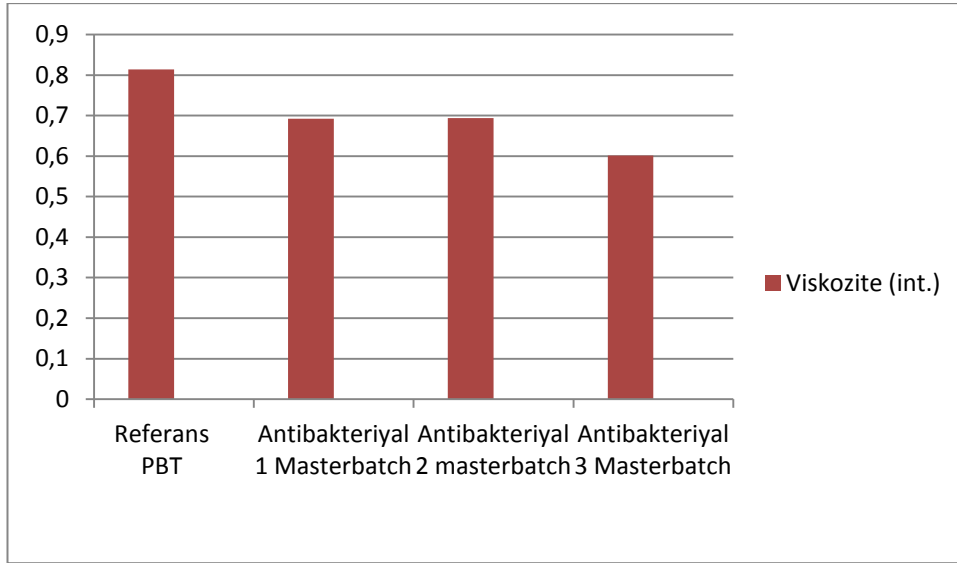
Bu çalışma yukarıda belirtilen alanlarda yapılacak çalışmalar için önemli bir bilgi birikimi ve deneyim elde edilmesini sağlamıştır.

KAYNAKÇA

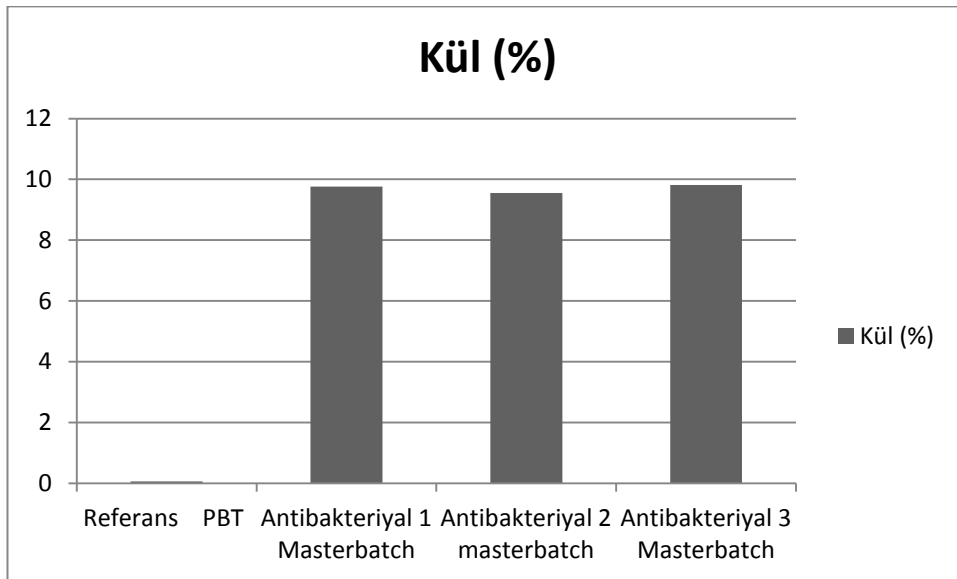
- [1] Ureyen M. Çavdar A., Doğan A., Koparal S., “Yeni Geliştirilen Gümüş Katkılı Antimikrobiyal Tekstil Kimyasalı Ve Bu kimyasal İle İşlem Görmüş Kumaşların Antibakteriyel Performansları” Tekstil ve Mühendis, 2008, Sayı:69, sayfa:26
- [2] Report on Nanotechnology & Textiles Medical Textiles, Sport/Outdoor Textiles
- [3] Aslı ÇAVDAR, Tekstil Sektöründe Kullanılabilecek Gümüş İçerikli Nano Boyutlu Biyo Antibakteriyel Malzemelerin Geliştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, 2009
- [4] Gao, Y. and Cranston, R., Recent Advances In Antimicrobial Treatments Of Textiles, *Text. Res. J.* 2008, 78, 60-72.
- [5] Ramachandran, T. Rajendrakumar, K. and Rajendran, R. Antimicrobial textiles- an overview. *IE (I) Journal-TX*, 2004, 84, 42-47.
- [6] K1 Massi, L. Guittard, F., Levy, R., and Gêribaldi, S., Enhanced Activity of Fluorinated Quaternary Ammonium Surfactants Against *Pseudomonas aeruginosa*, *Eur. J. Med. Chem.* , 2009, 44, 1615–1622
- [7] Simoncic, B. and Tomsic B., Structures of novel antimicrobial agents for textiles - A review, *Text. Res. J.*, 2010, 80, 1721-1737,.
- [8] Ravi Kumar, M. N. V., Muzzarelli, R. A. A., Muzzarelli, C., Sashiwa, H., and Domb, A. J., Chitosan Chemistry and Pharmaceutical Perspectives, *Chem. Rev.*, 2004, 104, 6043–6045.
- [9] Prof. Dr. Necdet SEVENTEKİN, EGE Üniversitesi, Kimyasal Lifler Ders Notları, İzmir, 2003
- [10] Korteks Oryantasyon Notları
- [11] Kenan YILDIRIM, BTÜ, Polimerik Lif Karakterizasyonu Dersi Notları, 2013
- [12] [http://www2.aku.edu.tr/~hitit/dersler/bahar/malzeme%20karakterizasyon%20teknikleri/taramali%20elektron%20mikroskopu\[6\].pdf](http://www2.aku.edu.tr/~hitit/dersler/bahar/malzeme%20karakterizasyon%20teknikleri/taramali%20elektron%20mikroskopu[6].pdf), Şubat, 2013
- [13] “X Işını Kırınımı ile Malzeme Analizleri” Sunumu, Yrd. Doç. Dr. Serdar ALTIN, İnönü Üniversitesi Fizik Bölümü, 2/27/2013
- [14] ARSLAN, “ X Işınları ve Kullanım Alanları”, Bitirme Tezi, 2010
- [15] <http://www.polimernedir.com>
- [16] Doç.Dr. Figen KAYA “Termal Analiz Yöntemleri” Prezantasyonu
- [17] Basak Urhan, Tekstil Elyafının Termal Ve Oksidatif Stabilitesi, Yüksek Lisans Tezi, 2006

- [18] Yeo S.Y., Lee H.J. and Jeong S.H., Preparation of Nanocomposite Fibers For Permanent Antibacterial Effect, *Journal of Mat. Sci*, 2003, 38, 2143-47
- [19] Hipler U.C., Elsner P. and Fluhr J.W., Antifungal and Antibacterial Properties Of A Silver-Loaded Cellulosic Fiber, *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2006, 77, 156-63
- [20] Kulinowski K. M. Environmental Impacts of Nanosilver, *An Icon Backgrounder*, 2008
- [21] Mariscal, A. Lopez-Gigosos, R.M., Varo, M.C. ve Crehuet, J.F., Antimicrobial effect of medical textiles containing bioactive fibres, *Eur J Clin Microbiol Infect Dis*, 2011, 30, 227–232
- [22] Wei, Q. Tao, D., Deng, B. ve Huang, F., Comparative studies of silver nanocomposite fibers, *Journal of Industrial Textiles*, 2009, 38, p. 309-316
- [23] Wilk E. and Dziworska G., Antimicrobial Properties Of Silver Content Textiles. 5th World Textile Conference AUTEX, 267-72, Portorož, Slovenia, 2005.
- [24] Shuhua W. Wensheng H., Liqiao W., Jinming D., Husheng J., Xuguang L., Bingshe X., Structure and Properties of Composite Antibacterial PET Fibers, *Journal of Applied Polymer Science*, 2009, 1927-32.
- [25] Kenan YILDIRIM, “PET İpliğinde Kristalinite Oranını Etkileyen Faktörlerin Etki Derecelerinin Tespiti”, *Doktora Tezi, BURSA*, 2007
- [26] Filiz Bayrakçı Karel, “Antibakteriyel Malzeme ve Sistemlerin Geliştirilmesi ve Dezenfeksiyon Uygulamaları”, *Yüksek Lisans Tezi*, 2008
- [27] ASTM 2149 Test Standartı

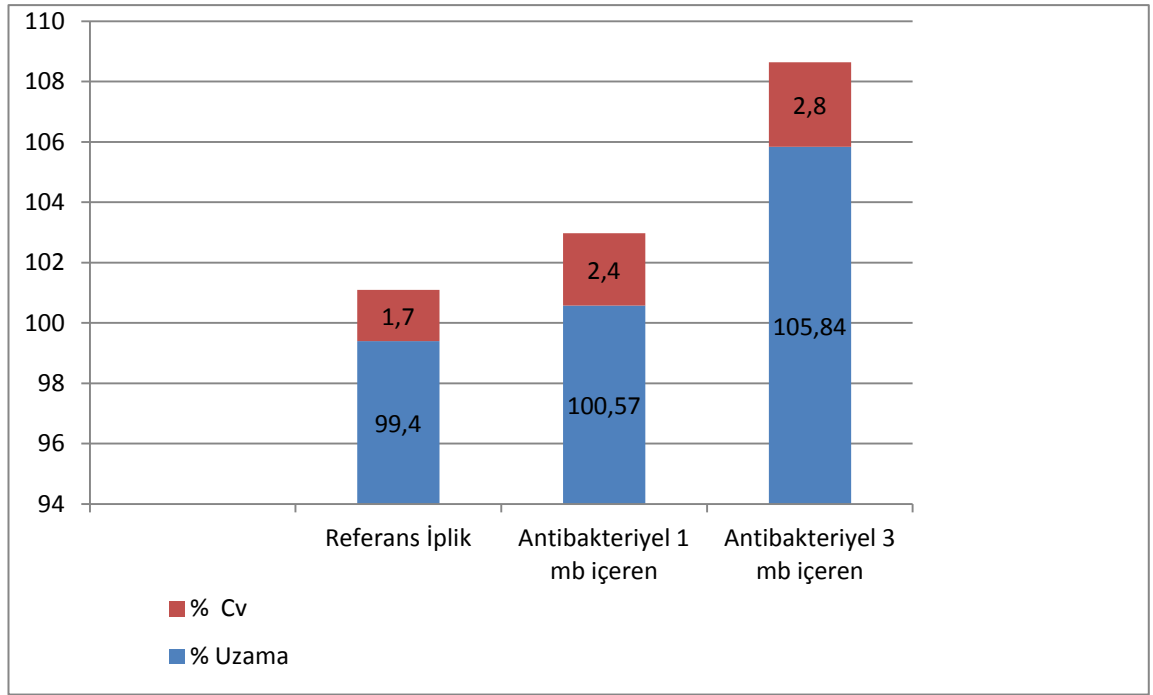
EKLER



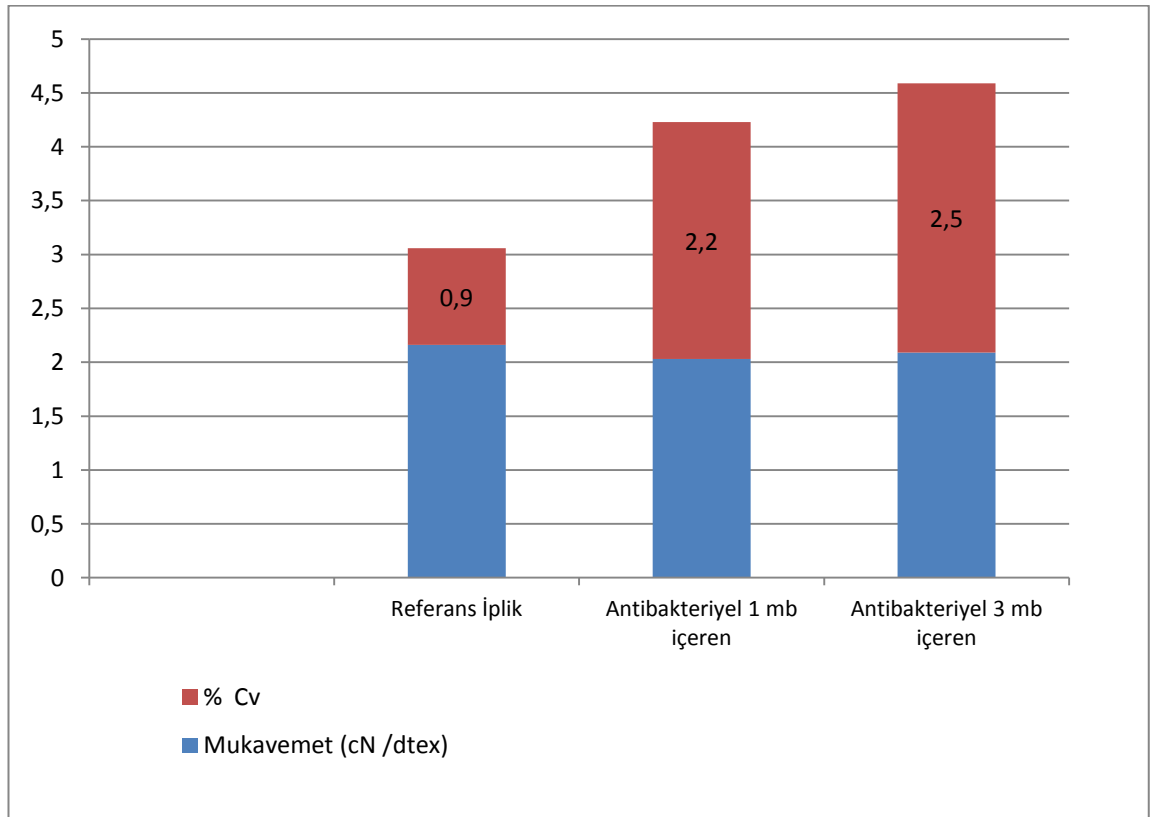
Şekil ek 1 Antibakteriyel masterbatch 1-2-3 ve referans masterbatchin viskozite değerleri



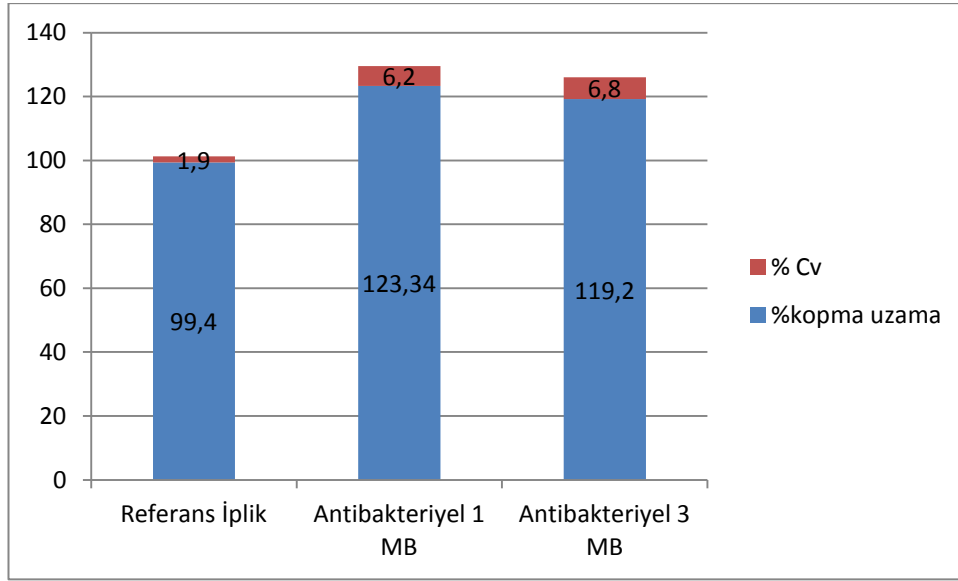
Şekil ek 2 Antibakteriyel masterbatch 1-2-3 ve referans masterbatchin kül değerleri



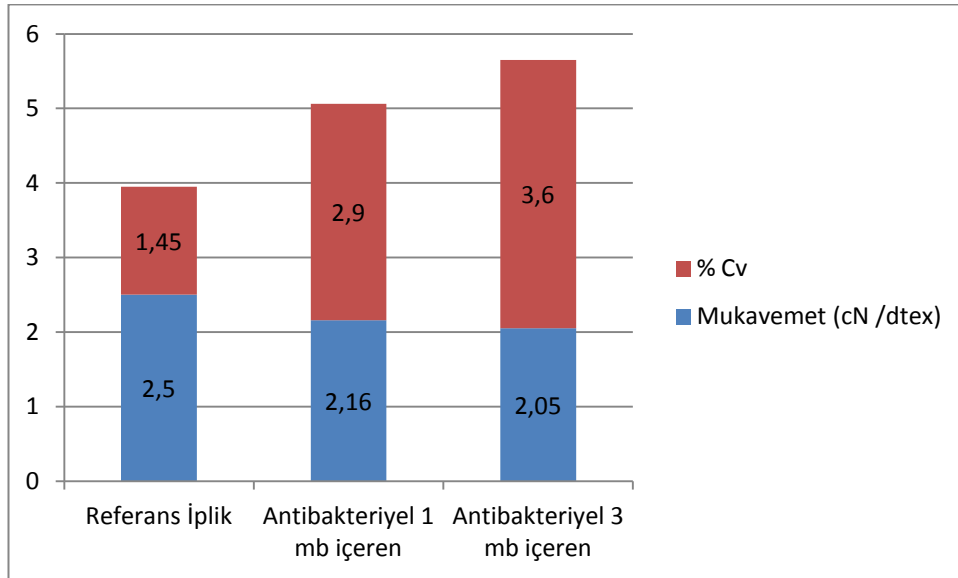
Şekil ek 3 75/48 W Y.mat POY ipliklerin % kopma uzama verileri



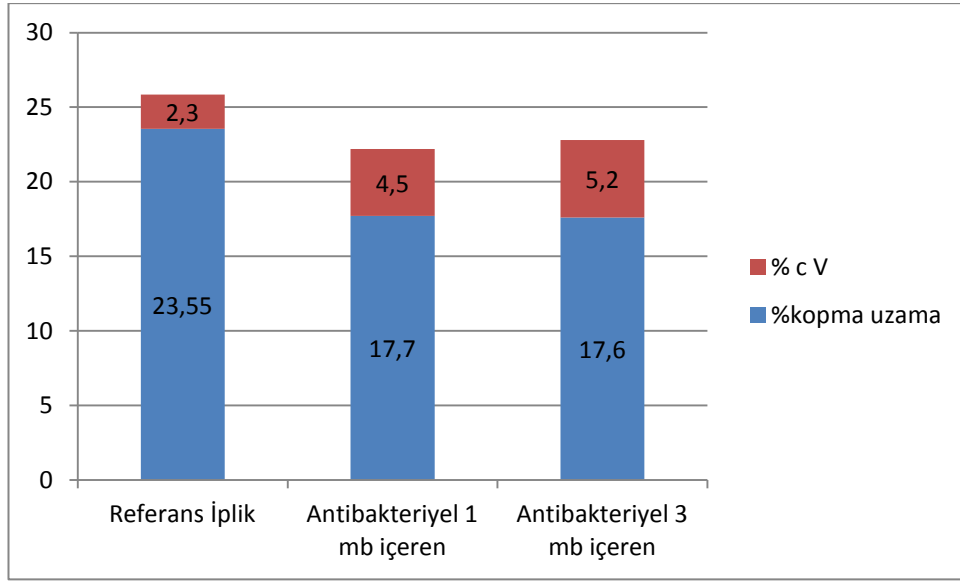
Şekil ek 4 75/48 W Y.mat POY ipliklerin mukavemet verileri



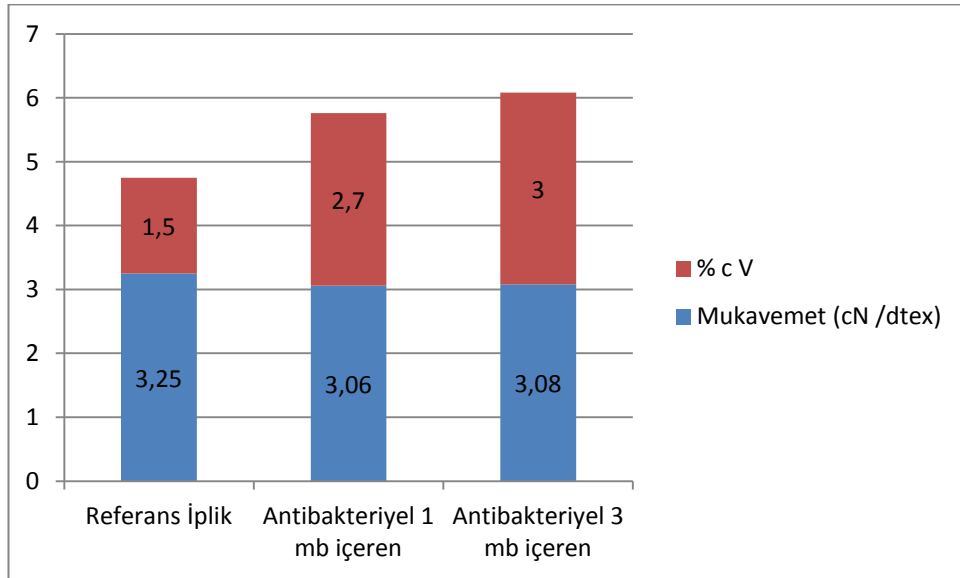
Şekil ek 5 75/72 R Y.mat POY ipliklerin % kopma uzama verileri



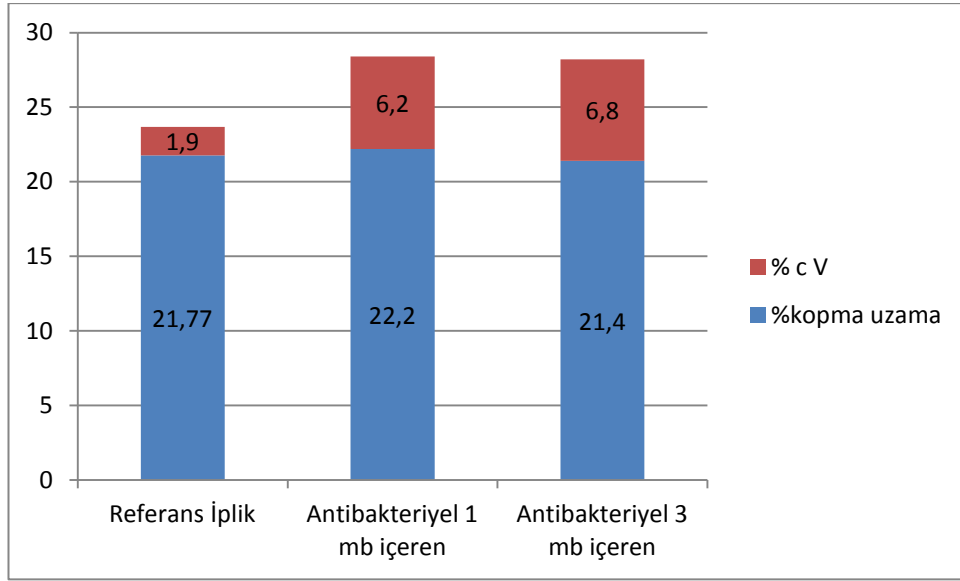
Şekil ek 6 75/72 R Y.mat POY ipliklerin mukavemet verileri



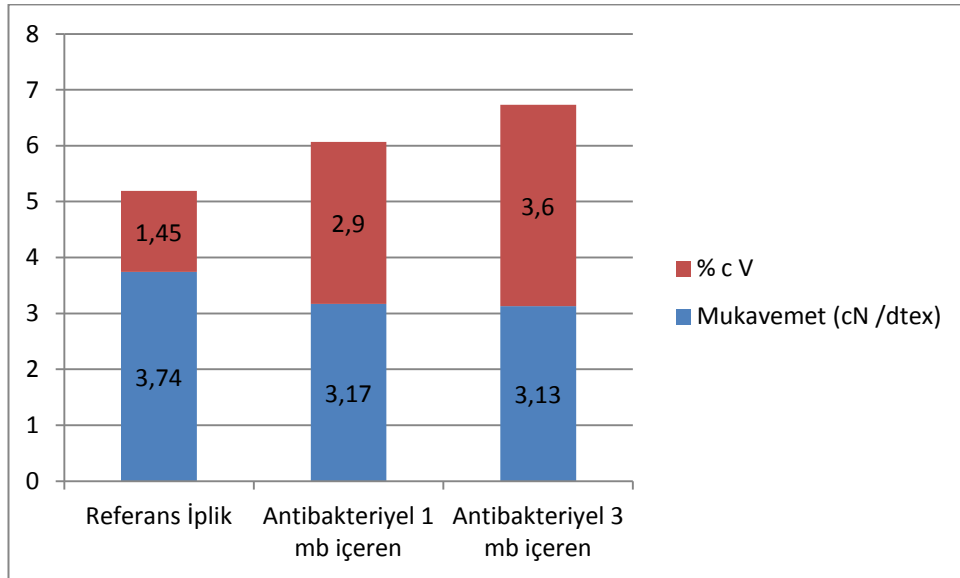
Şekil ek 7 75/48 W Y.mat Tekstüre ipliklerin % kopma uzama verileri



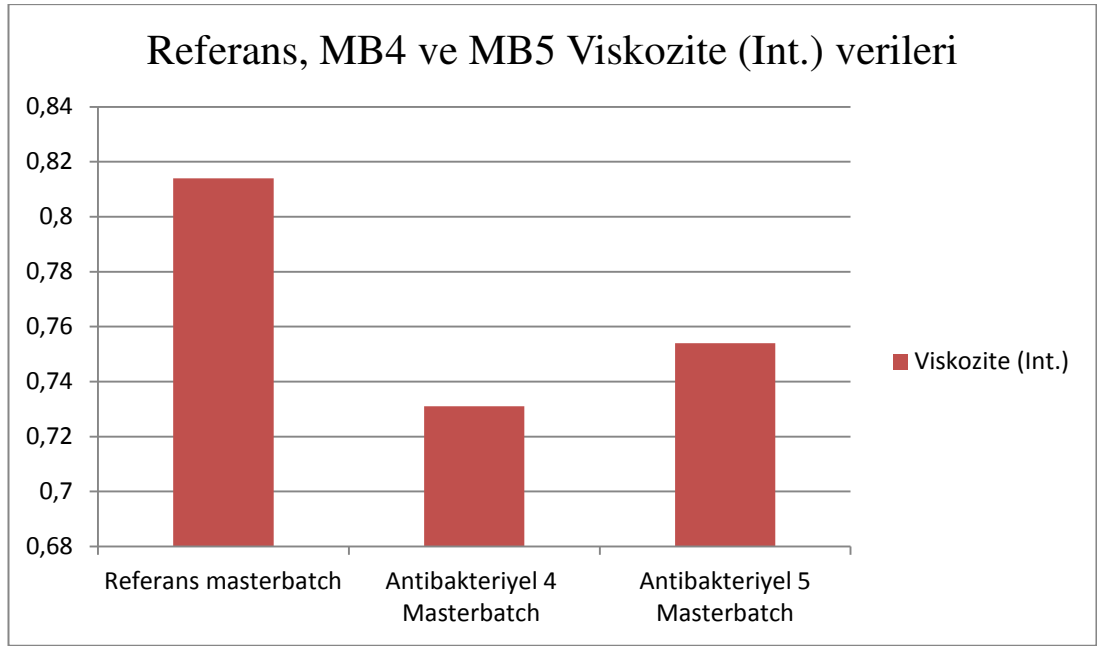
Şekil ek 8 75/48 W Y.mat Tekstüre ipliklerin mukavemet verileri



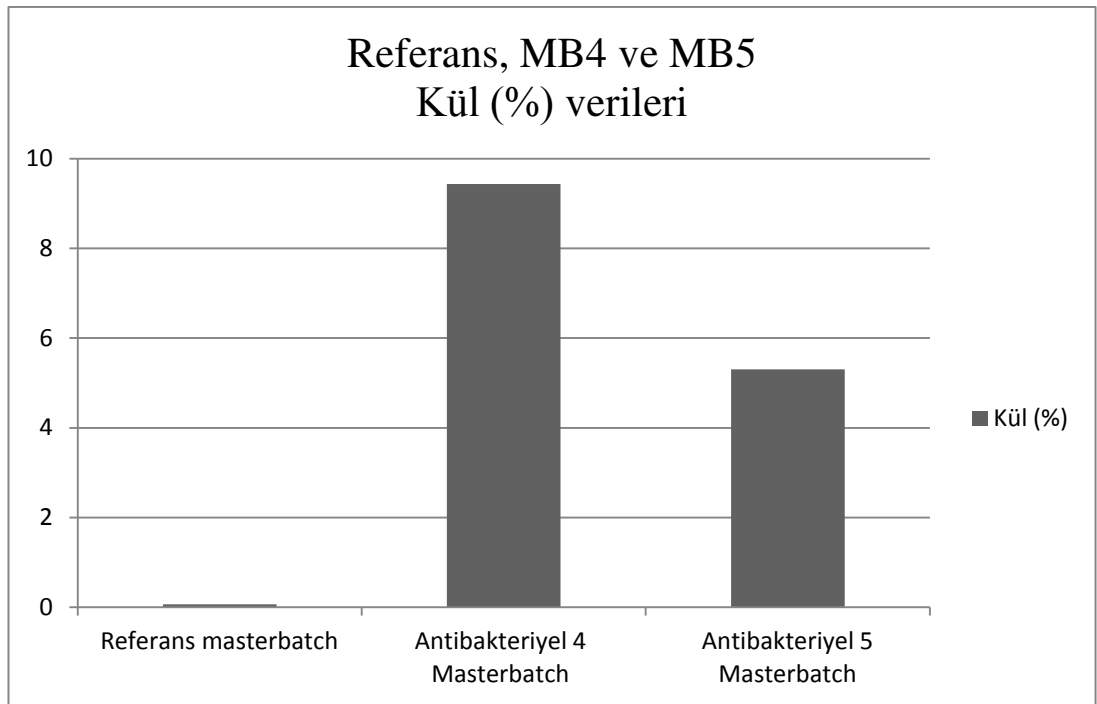
Şekil ek 9 75/72 R Y.mat Tekstüre ipliklerin % kopma uzama verileri



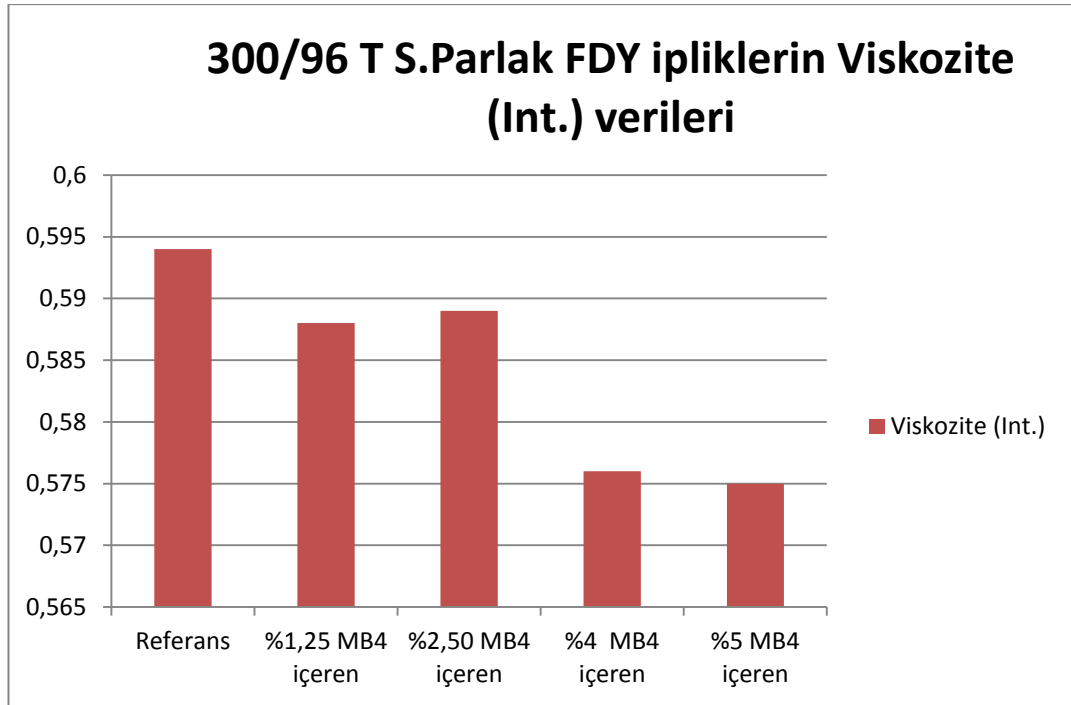
Şekil ek 10 75/72 R Y.mat Tekstüre ipliklerin mukavemet verileri



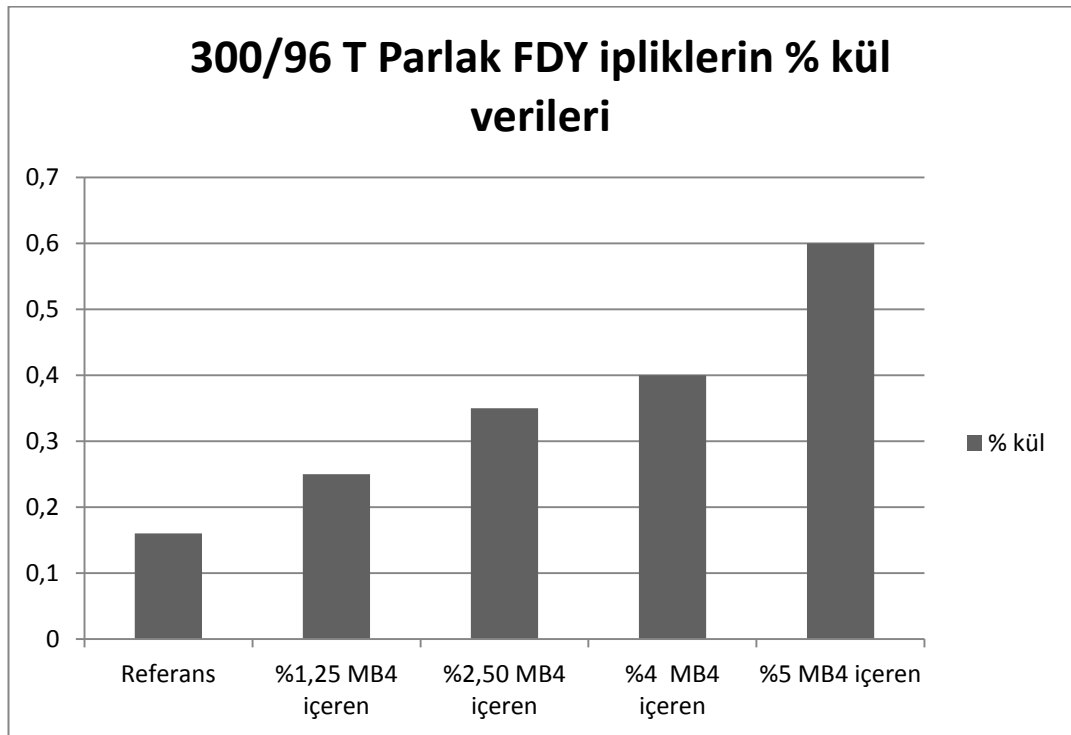
Şekil ek 11 Antibakteriyel masterbatch 4-5 ve referans masterbatchin viskozite değerleri



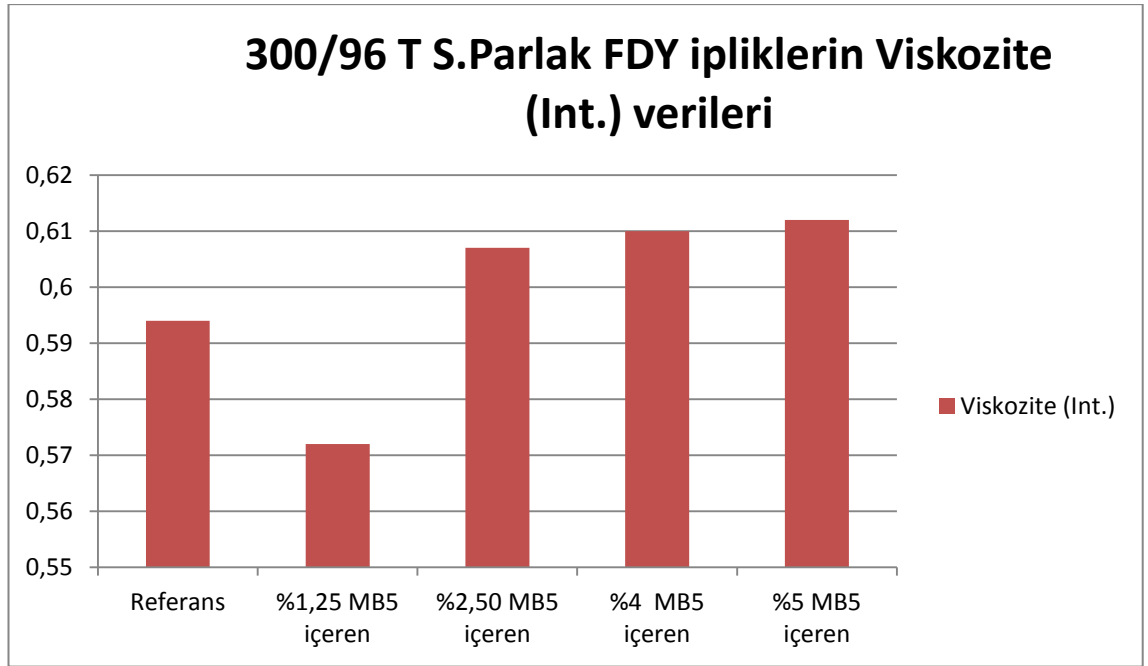
Şekil ek 12 Antibakteriyel masterbatch 4-5 ve referans masterbatchin % kül verileri



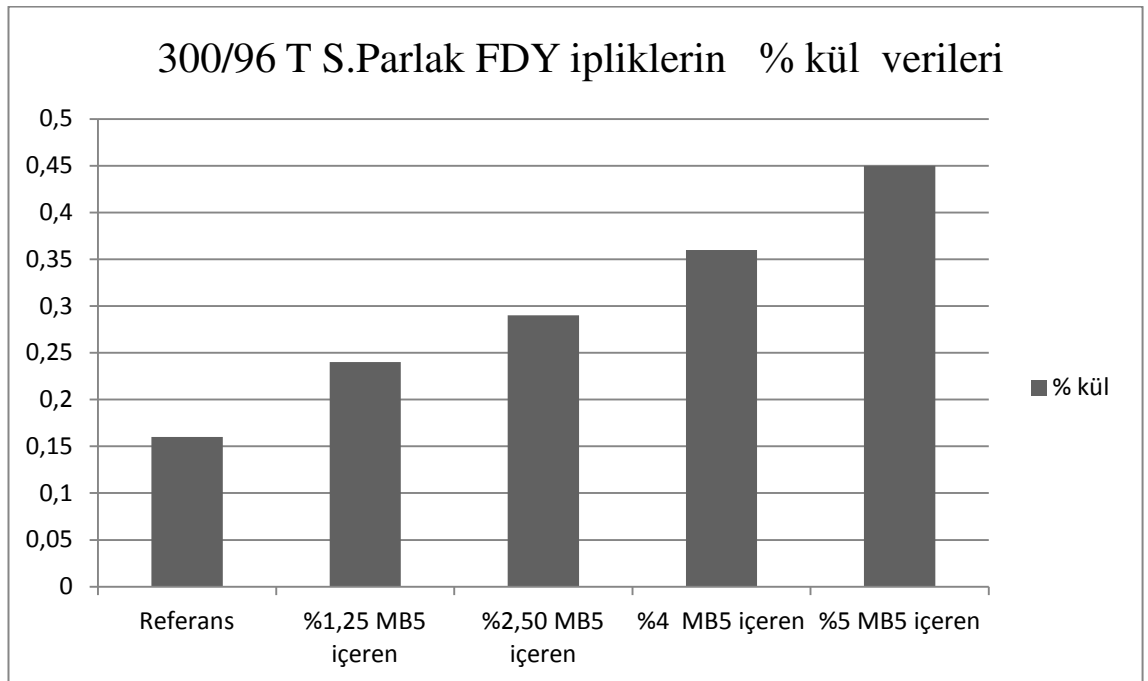
Şekil ek 13 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 4 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin viskozite değerleri



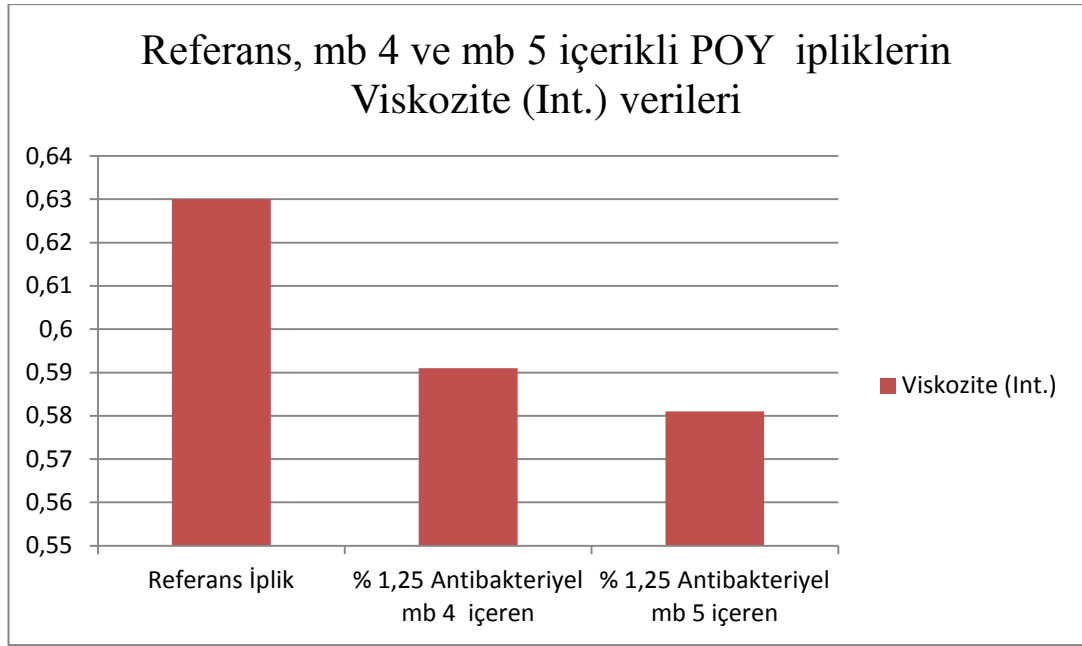
Şekil ek 14 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 4 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin % kül değerleri



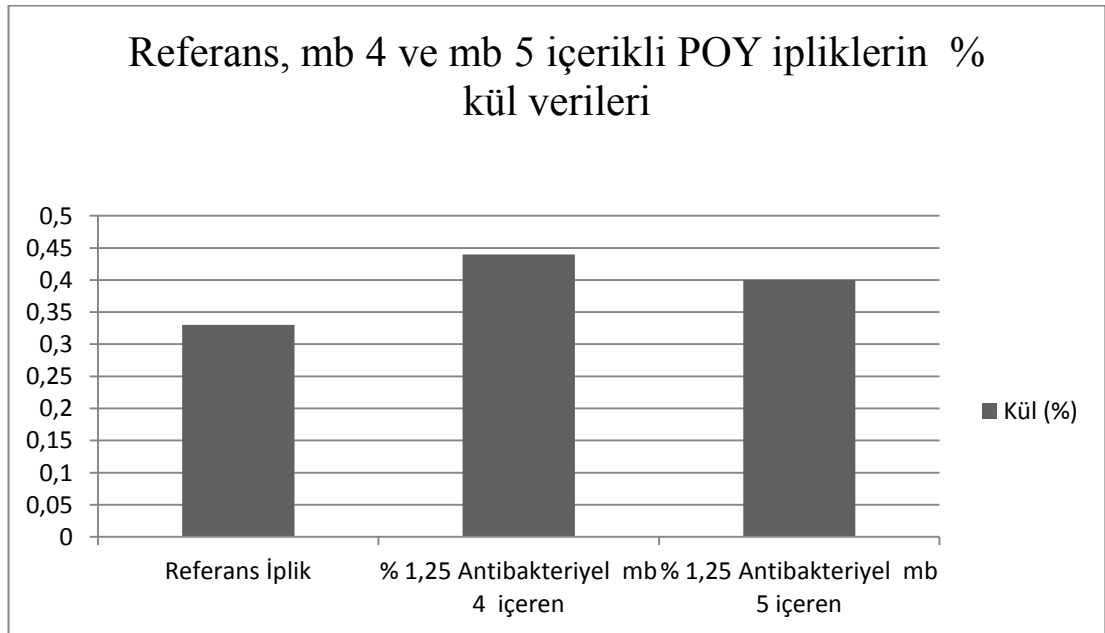
Şekil ek 15 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 5 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin viskozite değerleri



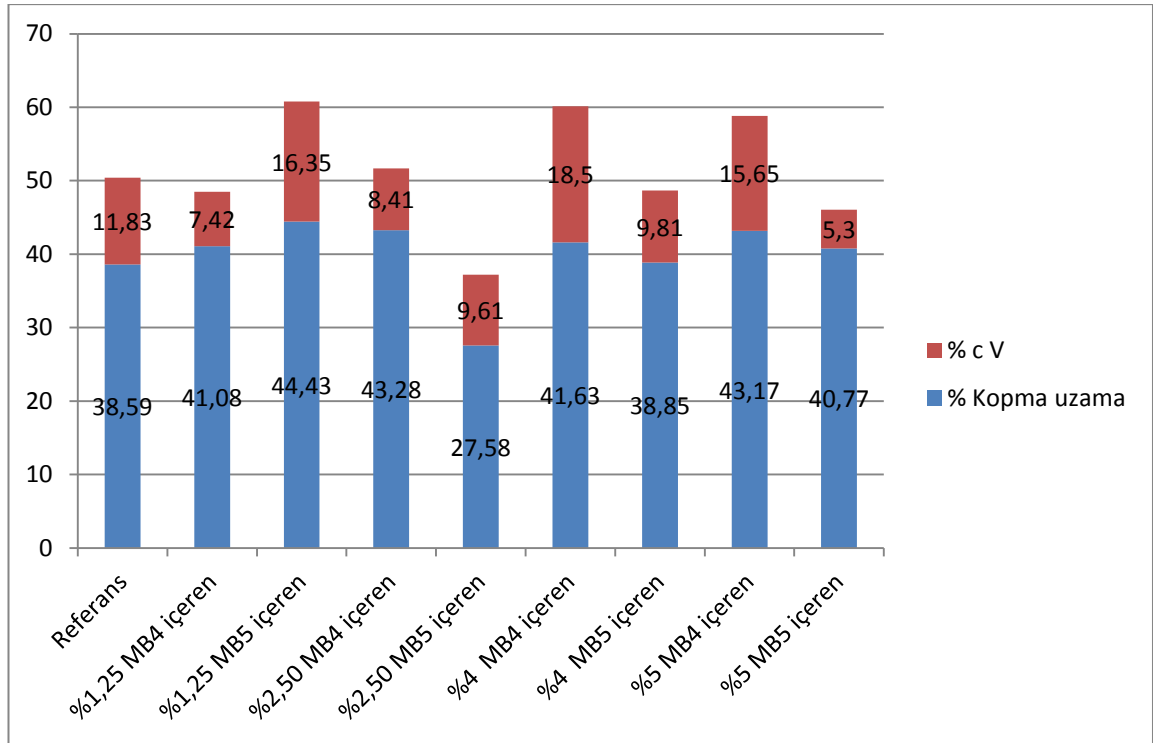
Şekil ek 16 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 5 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin % kül değerleri



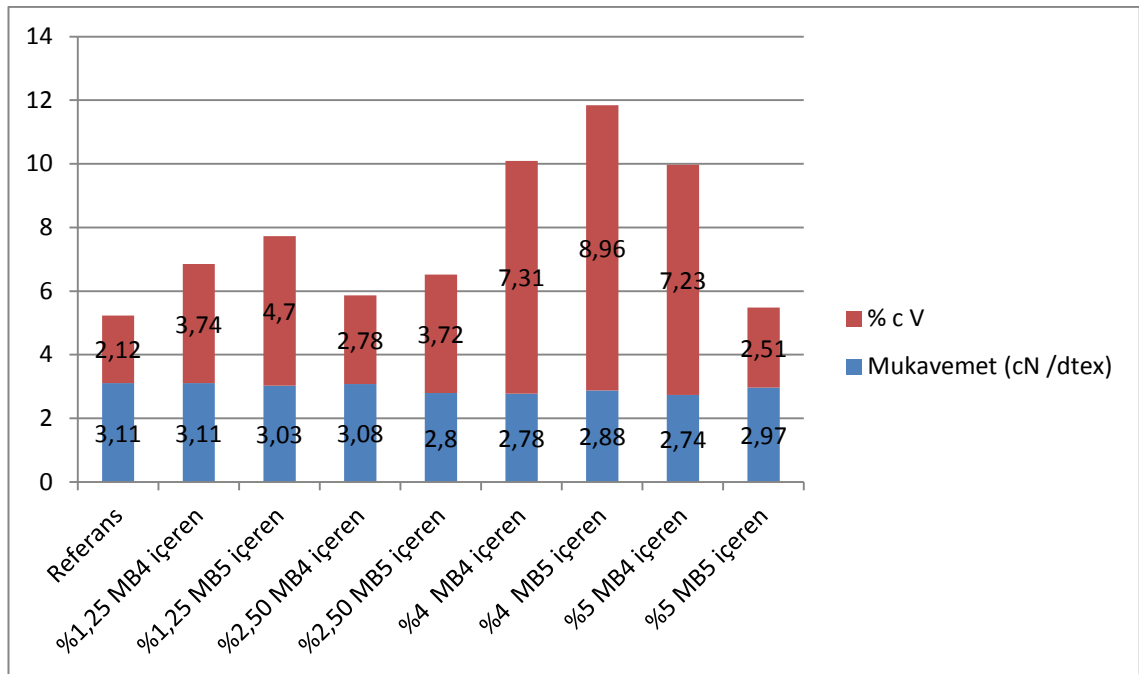
Şekil ek 17 Referans, %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat POY ipliklerin viskozite değerleri



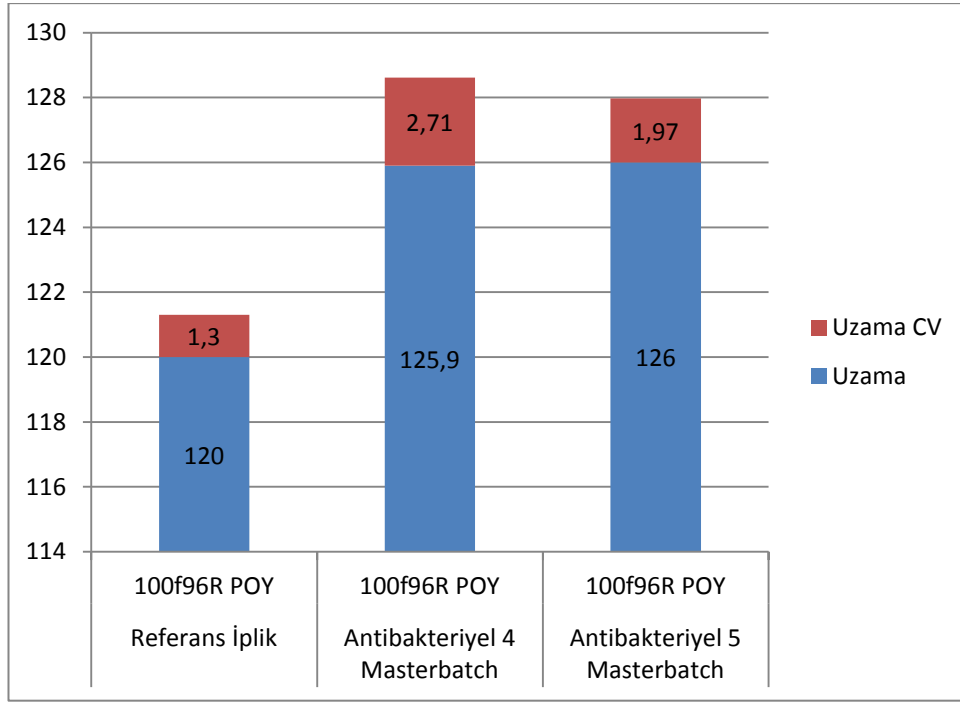
Şekil ek 18 Referans, %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat POY ipliklerin % kül değerleri



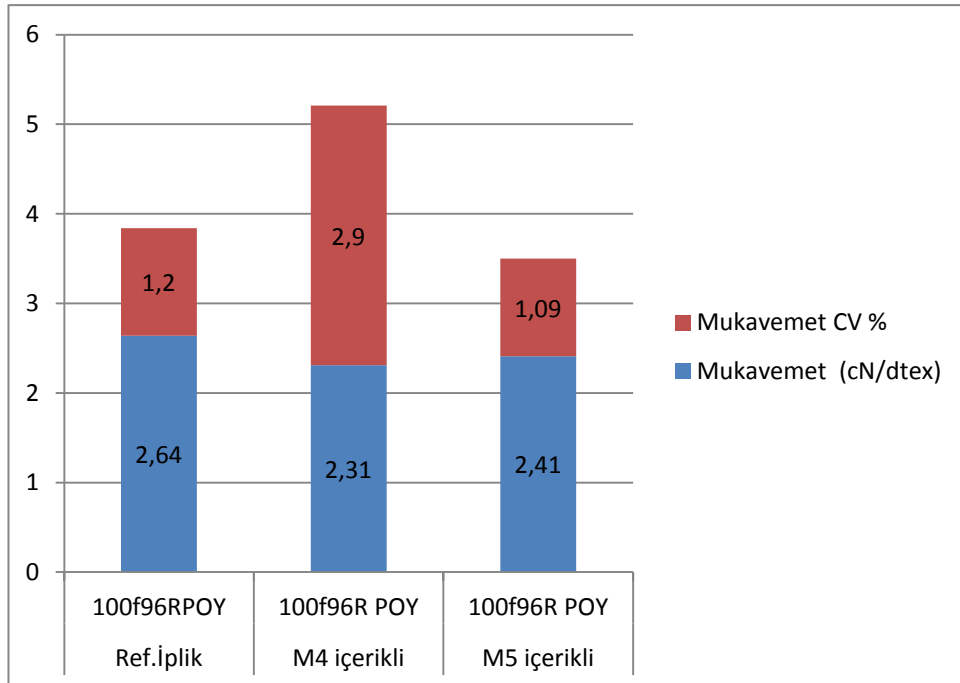
Şekil ek 19 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 4 ve mb 5 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin % kopma uzama değerleri (10 punto olacak)



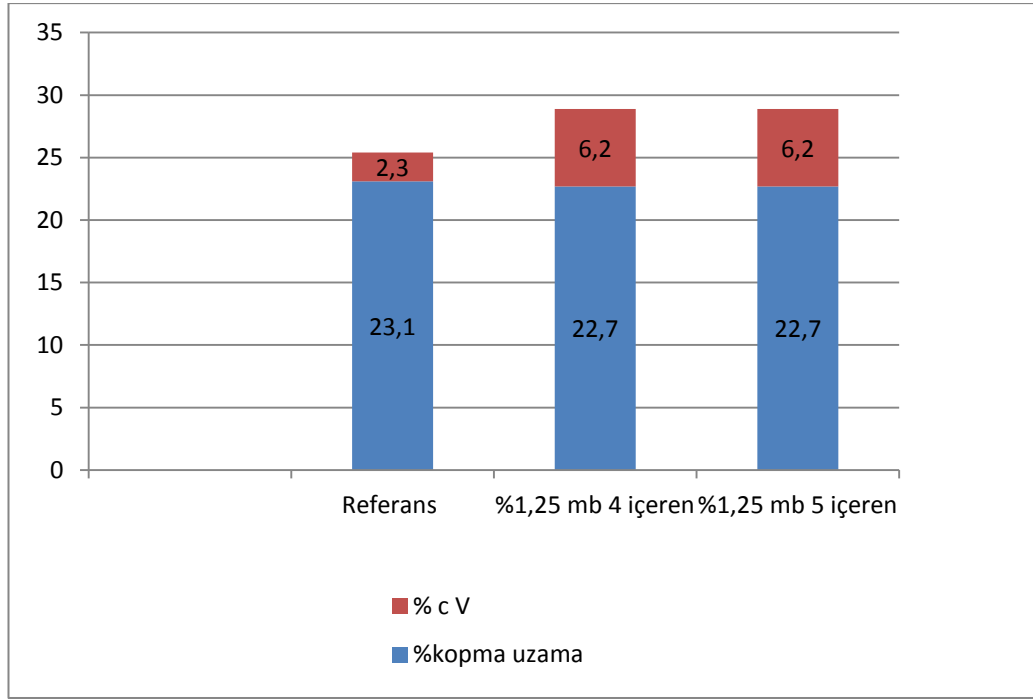
Şekil ek 20 %1,25- 2,50- 4 -5,50 mb 4 ve mb 5 içeren 300/96_T S.Parlak FDY ipliklerin mukavemet değerleri (10 punto olacak)



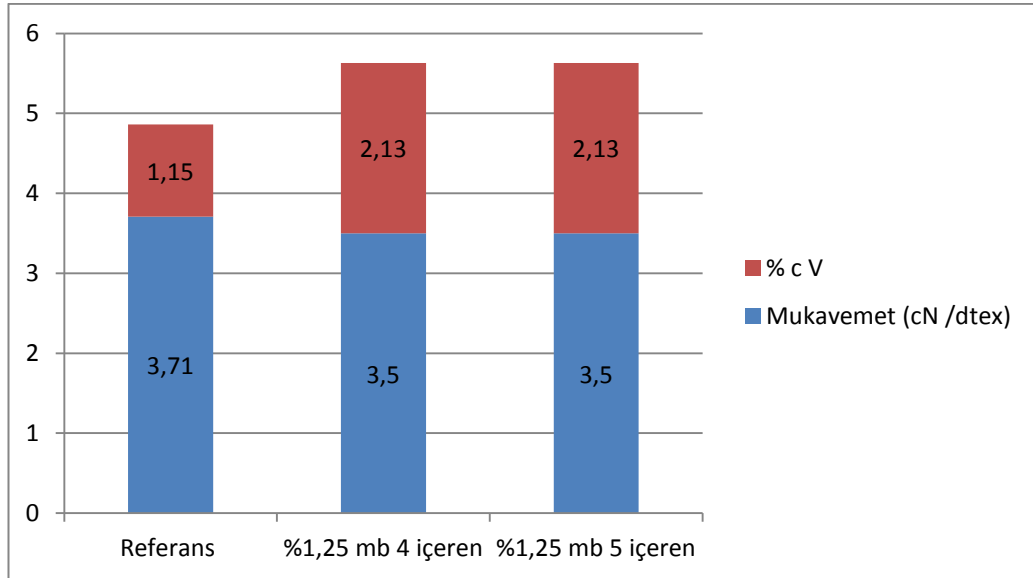
Şekil ek 21 %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat POY ipliklerin % kopma uzama değerleri



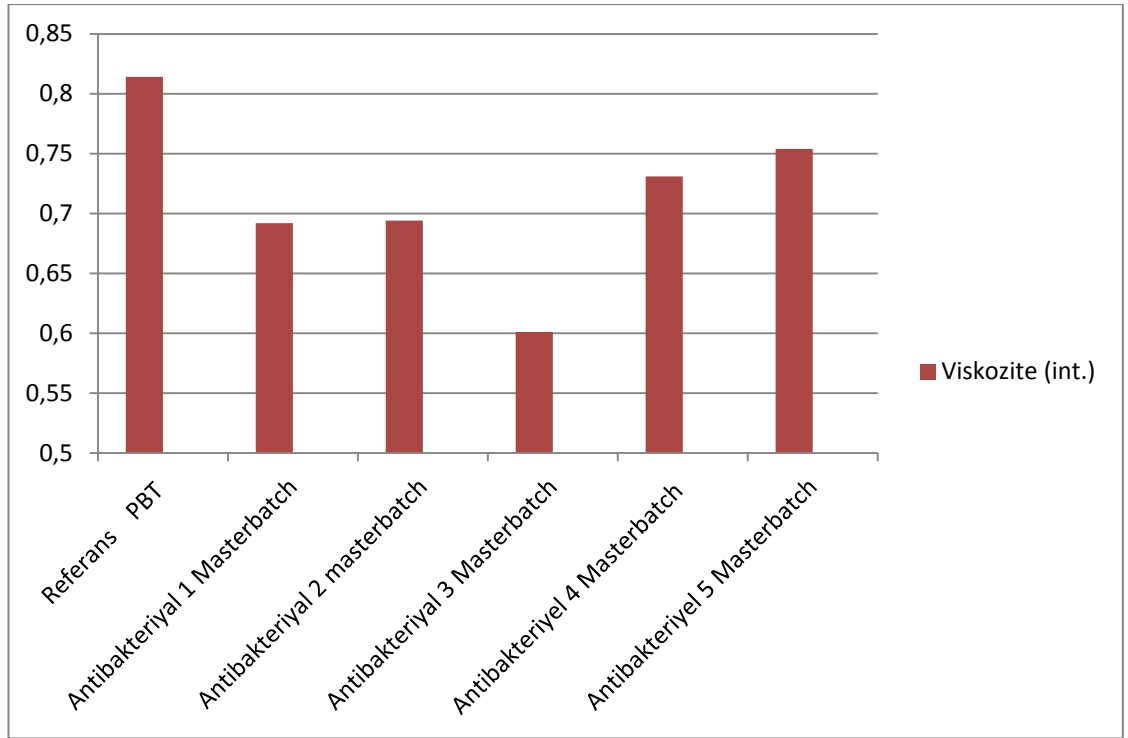
Şekil ek 22 %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat POY ipliklerin mukavemet değerleri



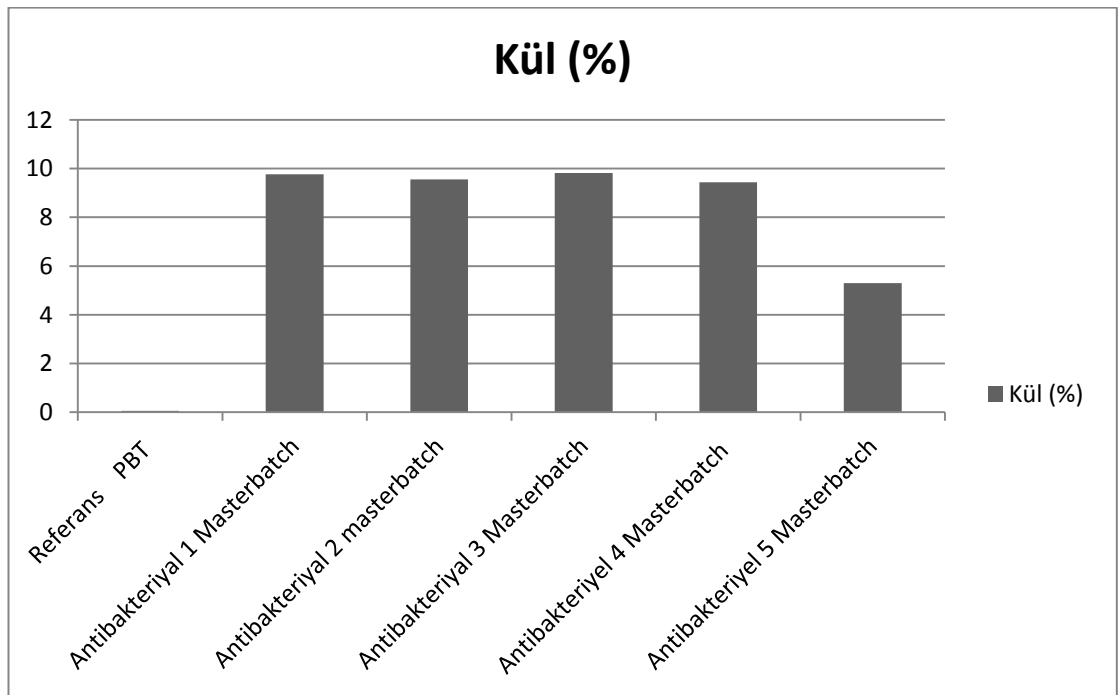
Şekil ek 23 %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat Tekstürize ipliklerin % kopma uzama değerleri



Şekil ek 24 %1,25 mb 4 ve mb 5 içeren 100/96 R Y.mat Tekstürize ipliklerin mukavemet değerleri



Şekil ek 25 Antibakteriyel masterbatch 1-2-3- 4-5 ve referans masterbatchlerinin viskozite değerleri



Şekil ek 26 Antibakteriyel masterbatch 1-2-3- 4-5 ve referans masterbatchlerinin % kül değerleri

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı SOYADI : Onur ÇELEN
Doğum Tarihi ve Yeri : BURSA, 31/01/1984
Yabancı Dili : İngilizce
E-posta : onurchelen@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU

<u>Derece</u>	<u>Alan</u>	<u>Üniversite adı</u>	<u>Mezuniyet Yılı</u>
<u>Y. Lisans</u>			
<u>Lisans</u>	Tekstil Mühendisliği	Uludağ	2007
<u>Lise</u>	Fen Bilimleri	Gazi Anadolu Lisesi	2002

İŞ TECRÜBESİ

<u>Yıl</u>	<u>Firma/Kurum</u>	<u>Görevi</u>
2013	KORTEKS A.S	Ar-Ge Şefi
2011-2013	KORTEKS A.S	Ar-Ge Sorumlusu
2008-2011	KORTEKS A.S	Ar-Ge Mühendisi

BİLİMSEL ÇALIŞMALARI

Makale

1.

Bildiri

Projede Görev Alma

1. TEYDEB- Proje Kodu : 3080089 "Özel Katkılı Polyester İplik Tasarımı Ve Eriyikten Boyalı Özgün Renk Reçeteleri Geliştirme Projesi"
2. TEYDEP- Proje Kodu : 3110447 " Nano Gümüş Katkılı Antibakteriyel Mikro Ve Yüksek Filamanlı Polyester İplik Geliştirilmesi (NANOGAMİP) "
- 3.TEYDEP- Proje Kodu : 3130058 "Teknik Tekstil Uygulamalarında Yalıtım Niltelikleri Geliştirilmiş Kumaş Projesi"
4. SAN- TEZ Proje Kodu : 00509.STZ.2009-2 "Polyester İpliğin Çinko Oksit Nanoparçacıklar İle UV Işığına Dayanımının İyileştirilmesi"
5. SAN- TEZ Proje Kodu : 00492.STZ.2009-2 "Nano Kıl Takviyeli Poliester Liflerinin Performans Özelliklerinin İyileştirilmesi"
6. TEYDEP- Proje Kodu : 3110571 Dış Ortam Kullanımına Yönelik Kumaşlar İçin Uv Dayanımlı Polyester İplik Geliştirilmesi (PETUVREST)
- 7.TEYDEP -Proje Kodu : 1120023 "Güneş Işığından Elektrik Enerjisi Üreten Fotovoltaik Lif Üretimi"
8. SAN- TEZ Proje Kodu : 0140.STZ.2013-1 "Fonksiyonel Polyester Halı İplikleri Üretimi ve İnovatif Tuft Yüzeylerinin Eldesi"

ÖDÜLLERİ

1. Şubat 2010 UTİB "Ar-Ge Proje Pazarı 2" Tekstilde En Yenilikçi Firma Ödülü (Korteks Ar-Ge Ekibi)