



**T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**MULTİFONKSİYONEL ÖRME KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ VE LİGNİN
ESASLI TEKSTİL KAPLAMASININ KALICILIĞININ ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Filiz EMİROĞLU

Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Polimer Malzeme Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı

TEMMUZ 2025

**T.C.
BURSA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**MULTİFONKSİYONEL ÖRME KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ VE
LİGNİN ESASLI TEKSTİL KAPLAMASININ KALICILIĞININ
ARAŞTIRILMASI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Filiz EMİROĞLU

(22435016017)

ORCID: 0000-0002-6017-821X

**Polimer Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı
Polimer Malzeme Mühendisliği Tezli Yüksek Lisans Programı**

Danışman: Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU

ORCID: 0000-0003-2960-5188

TEMMUZ 2025

BTÜ, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'nün 22435016017 numaralı Yüksek LisansÖğrencisi Filiz EMİROĞLU, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “MULTİFONKSİYONEL ÖRME KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ VE LİGNİN ESASLI TEKSTİL KAPLAMASININ KALICILIĞININ ARAŞTIRILMASI” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU**
Bursa Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Ayşe BEDELOĞLU**
Bursa Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Nimet YILMAZ CANLI
Yıldız Teknik Üniversitesi

Doç. Dr. İsmail BORAZAN
Bursa Teknik Üniversitesi

Savunma Tarihi **: 19 Ağustos 2025**
Teslim Tarihi **:**



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, Bursa Teknik Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, 9230053 numaralı EUREKA projesi ile desteklenmiştir.

İNTİHAL BEYANI

Bu 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.

Adı SOYADI: Filiz EMİROĞLU

İmzası:

[Handwritten signature in light gray]

ÖNSÖZ

Bu çalışma Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Polimer Malzeme Mühendisliği Bölümü öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU yönetiminde hazırlanarak Bursa Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsüne Yüksek Lisans tezi olarak sunulmuştur.

Yüksek Lisans tezimin hazırlanması sürecinde her türlü yardım ve fedakarlığı gösteren, değerli fikirleriyle beni destekleyen, bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım hocam Sayın Prof . Dr. Ayşe ÇELİK BEDELOĞLU'na sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışma sürecinde yardımları ile beni destekleyen, bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım değerli çalışma arkadaşım Tuğçe KÖROĞLU YATIKÇI'ya teşekkürlerimi sunarım.

Eğitim süreci boyunca beni motive eden ve hep destekleyen sevgili Neslihan ARAS'a saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Değerli arkadaşım Pakize ÖZTÜRK, her zaman yanımda olup beni desteklediği için en içten sevgi, saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Temmuz 2025

Filiz EMİROĞLU

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖNSÖZ	vii
İÇİNDEKİLER	viii
KISALTMALAR	x
SEMBOLLER	xi
ÇİZELGE LİSTESİ	xii
ŞEKİL LİSTESİ	xiii
ÖZET	xiv
SUMMARY	xv
1. GİRİŞ	1
1.1 Fonksiyonel Tekstiller	1
1.2 Tekstillere Kazandırılan Bazı Fonksiyonel Özellikler	2
1.2.1.1 Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri.....	3
1.2.1.2 Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri avantajları ve dezavantajları.....	4
1.2.1.3 Karakterizasyon yöntemleri.....	5
1.2.2 Su iticilik	5
1.2.2.1 Biyoesaslı su iticilik malzemeleri.....	8
1.2.2.2 Biyoesaslı su iticilik malzemeleri avantajları ve dezavantajları.....	8
1.2.2.3 Karakterizasyon yöntemleri.....	9
1.2.3 Koku önleyicilik	9
1.2.3.1 Biyoesaslı koku önleyicilik malzemeleri.....	10
1.2.3.2 Biyoesaslı koku önleyicilik malzemeleri avantajları ve dezavantajları.....	11
1.2.3.3 Karakterizasyon yöntemleri.....	11
1.2.4 UV koruyuculuk	12
1.2.3.1 Biyoesaslı UV koruyuculuk malzemeleri.....	13
1.2.3.2 Biyoesaslı UV koruyuculuk malzemeleri avantajları ve dezavantajları.....	13
1.2.3.3 Karakterizasyon yöntemleri.....	13
1.2.5 Lignin yapısı, özellikleri ve kullanım yerleri	14
1.2.4 Tannik asit yapısı, özellikleri ve kullanım yerleri	16
1.3 Fonksiyonel Tekstillerde Kalıcılığın Sağlanması	17
1.3.1 Kalıcılığı sağlama yöntemleri ve kullanım alanları.....	17
1.3.2 Kalıcılığın test edilmesi.....	18
2. LİTERATÜR	19
3. MATERYAL VE YÖNTEM	21
3.1 Materyal.....	21
3.1.1 Kumaş.....	21
3.1.2 Kimyasallar.....	21
3.1.2.1 Sodyum lignosülfonat.....	21
3.1.2.2 Tannik asit	22
3.2 Yöntem	23
3.2.1 Deney planı.....	23
3.2.2 Çözelti hazırlama	23

3.2.3 Uygulama (Padding).....	29
3.2.3.1 Uygulama şartları	29
3.2.3.2 Çözelti uygulamaları.....	29
3.3 Test ve Analizler.....	35
3.3.1 Spektrofotometre renk değişimi ölçümü	35
3.3.2 FTIR analizi.....	37
4. BULGULAR.....	38
4.1 Çözelti Uygulaması Spektrofotometre Ölçüm Sonuçları	38
4.2 Çözelti Uygulaması FTIR Analizi Sonuçları.....	40
4.3 Yanmazlık Testi Sonuçları	45
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	48
5.1 Sonuçlar	48
5.2 Öneriler.....	49
KAYNAKLAR	50
ÖZGEÇMİŞ.....	53



KISALTMALAR

AATCC	: American Association of Textile Chemists and Colorists
AB	: European Union (EU)
CIELAB	: Commission Internationale de l'Éclairage L*a*b*
CMC	: Colour Measurement Committee lightness
DSC	: Diferansiyel Taramalı Kalorimetri
DWR	: Durable Water Repellency
Dyn	: CGS'de kuvvet birimi
Erg	: CGS sisteminde enerji birimi
EUREKA	: European network for market-driven industrial R&D
FTIR	: Fourier Transform Infrared Spectroscopy
MERLAB	: Bursa Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı
PDMS	: Polidimetilsiloksan
PFASs	: Per- and Polyfluoroalkyl Substances
PFD	: Prepared for Dyeing
PH	: Potential of Hydrogen
SCI	: Specular Component Included
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TGA	: Termogravimetrik Analiz
TÜBİTAK	: Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
UPF	: Ultraviyole Koruma Faktörü
UV	: Ultraviolet
UVR	: Ultraviyole radyasyon
VOC	: Volatile Organic Compounds

SEMBOLLER

°C : Derece santigrat

% : Yüzde



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 3.1: Kumaş yapısı parametreleri.....	21
Çizelge 3.2: Sodyum lignosülfonat ve tannik asit özellikleri.....	22
Çizelge 3.3: Sodyum Lignosülfonat ve tannik asit reçete oranları.....	23
Çizelge 3.4: 1 nolu reçete'nin farklı kumaşlara 3 tekrarlı uygulama sonrası ortalama ağırlık ve pick-up değerleri.	31
Çizelge 3.5: 1 nolu reçete'ye ait pick-up, fular basıncı ve kurutma sıc.değerleri.	31
Çizelge 3.6: 2 nolu reçete'nin farklı kumaşlara 3 tekrarlı uygulama sonrası ortalama ağırlık ve pick-up değerleri.	32
Çizelge 3.7: 2 nolu reçete'ye ait pick-up, fular basıncı ve kurutma sıc. değerleri. ...	32
Çizelge 3.8: 3 nolu reçete'nin farklı kumaşlara 3 tekrarlı uygulama sonrası ortalama ağırlık ve pick-up değerleri.	33
Çizelge 3.9: 3 nolu reçete'ye ait pick-up, fular basıncı ve kurutma sıc. değerleri. ...	33
Çizelge 3.10: 4, 5, 6, 7, 8 nolu reçetelere ait pick-up, fular basıncı ve kurutma sıc. değerleri.....	35
Çizelge 3.11: Spectrofotometre ölçüm parametreleri.....	36
Çizelge 4.1: Çözeltilere ait referans pamuk, uygulama sonrası ve 10 yıkama sonrası spectrofotometre CMC DE ölçüm değerleri.	39
Çizelge 4.2: FTIR analizi tablosu.	41
Çizelge 4.3: 16 CRF 1610 modifiye edilmiş yanma testi sonuçları.	47

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Adler in yapısal lignin modeli.....	15
Şekil 1.2: Tannik asit molekül yapısı.	17
Şekil 3.1: Sodyum lignosülfonat.....	22
Şekil 3.2: Tannik asit.	22
Şekil 3.3: Sodyum lignosülfonat(sol) ve tannik asit(sağ) çözeltisi.....	24
Şekil 3.4: Sodyum lignosülfonat (sol) ve Tannik asit (sağ) karışım çözeltisi.	24
Şekil 3.5: Sodyum lignosülfonat (%1 sol) ve Tannik asit (%1 sağ) çözeltisi.....	25
Şekil 3.6: %10 Sodyum lignosülfonat ve %10 tannik asit çözeltisi.	28
Şekil 3.7: Pick-up (%) hesaplama yöntemi.	29
Şekil 3.8: Laboratuvar tipi mini fuar makinesi (a) ve mini ram makinesi (b).....	30
Şekil 3.9: Kurutma öncesi (C) ve kurutma sonrası (D) %50/50 pamuk/polyester kumaş görünümü.....	30
Şekil 3.10: %10 Sodyum lignosülfonat + %10 tannik asit çözelti uygulama görüntüsü.....	34
Şekil 3.11: Datacolor 800 spektrofotometre renk ölçüm cihazı	36
Şekil 3.12: FTIR Analizi test cihazı.	37
Şekil 4.1: Yıkama öncesi ve sonrası uygulama görünümü.....	40
Şekil 4.2: FTIR Analizi sonrası %100 kasarlı pamuk kumaş grafiği.	42
Şekil 4.3: %100 pamuk, 1, 2, 3 nolu deneysel çalışma FTIR analizi	44
Şekil 4.4: %100 pamuk, %10 sodyum lignosülfonat ve 10 yıkaması, %10/10 tannik asit/sodyum lignosülfonat karışım ve yıkama sonrası FTIR analizi.	44
Şekil 4.5: %100 pamuk, %10 tannik asit ve 10 yıkaması, %10/10 tannik asit/sodyum lignosülfonat karışım ve yıkama sonrası FTIR analizi.	44
Şekil 4.6: %100 pamuk, %10 sodyum lignosülfonat, %30 sodyum lignosülfonat ile 10 yıkama sonrası FTIR analizi.	45
Şekil 4.7: %100 pamuk, %10 tannik asit, %30 tannik asit ve 10 yıkama sonrası FTIR analizi.	45
Şekil 4.8: 16 CRF 1610 yanmazlık testi cihazı.	46
Şekil 4.9: Yanma testi esnasında kumaşların alev alma davranışları.	47

MULTİFONKSİYONEL ÖRME KUMAŞ GELİŞTİRİLMESİ VE LİGNİN ESASLI TEKSTİL KAPLAMASININ KALICILIĞININ ARAŞTIRILMASI

ÖZET

Tez çalışması, multifonksiyonel örme kumaş geliştirilmesi amacı ile lignin esaslı tekstil kaplaması'nın kalıcılığının araştırılması amacıyla yürütülmüştür. Tekstil sektöründe artan çevresel kaygılar ve sürdürülebilirlik hedefleri, fosil yakıt türevli kimyasallar yerine doğal kaynaklı ve toksik olmayan kaplama ajanlarının kullanımını gerekli kılmaktadır. Ayrıca, artan tüketici bilinci ve uluslararası regülasyonlar, üreticileri çevre dostu alternatiflere yönelmeyi zorunlu kılmıştır. Son yıllarda yapılan çalışmalar, tekstil yüzeylerinde biyo bazlı kaplamaların kalıcılığını artırmanın, ürün performansı ve kullanıcı sağlığı açısından kritik olduğunu göstermektedir. Bu bağlamda, sodyum lignosülfonat ve tannik asit gibi doğal çapraz bağlayıcılar, örme kumaş yüzeyine uygulanmak üzere çeşitli oranlarda çözeltiler formüle edilmiştir. Kaplama işlemleri öncesinde kumaşlar, standartlaştırılmış ön terbiye adımları uygulanarak hazırlanmış ve böylece çapraz bağlayıcı ajanların kumaş yüzeyine etkin penetrasyonu sağlanması hedeflenmiştir. Hazırlanan çözeltiler pamuk, pamuk/polyester karışımı ve polyester örme kumaşlara emdirme yöntemiyle uygulanmıştır. Uygulanan kaplamaların kalıcılığı, AATCC135 standartlarına uygun ön yıkama döngüsü sonrasında yapılan spektrofotometre renk farkı ölçümleri, FTIR analizleri ve 16 CFR 1610 ve ASTM D1230 testlerinden modifiye edilen yanmazlık testleri ile detaylı şekilde değerlendirilmiştir. Deney sonuçları, lignosülfonat ve tannik asidin uygun pH ve formülasyon aralığında çapraz bağlanma sağladığını ortaya koymuştur. Elde edilen bulgular, kaplama performansının kumaş tipine, çözelti oranına ve uygulama parametrelerine bağlı olarak değişkenlik gösterdiğini ortaya koymuş, biyo-bazlı çapraz bağlayıcıların kullanımının, sürdürülebilir ve uzun ömürlü fonksiyonel tekstil kaplamaları geliştirmek için yenilikçi bir teknoloji platformu sunduğunu göstermektedir. Gelecek çalışmalar için, kullanılan biyo bazlı ajanların optimum oranlarının belirlenmesi ve proses yöntemlerinin geliştirilerek entegrasyonu ile kaplama performansının daha da iyileştirilebileceği öngörülmektedir.

Anahtar kelimeler: Biyo Bazlı, Lignosülfonat, Alev geciktirici, Tannik asit, Pamuklu örme kumaş.

DEVELOPMENT OF MULTIFUNCTIONAL KNITTED FABRICS AND INVESTIGATION OF THE DURABILITY OF LIGNIN-BASED TEXTILE COATINGS

SUMMARY

This thesis focuses on the development of multifunctional knitted fabrics through the investigation of the durability of lignin-based textile coatings. Increasing environmental concerns and sustainability goals in the textile industry necessitate the replacement of fossil fuel-derived chemicals with natural, non-toxic coating agents. In parallel, growing consumer awareness and tightening international regulations have compelled manufacturers to seek eco-friendly alternatives. Recent studies have demonstrated that enhancing the durability of bio-based coatings on textile surfaces is critical for both product performance and human health. In this context, natural crosslinking agents such as sodium lignosulfonate and tannic acid were formulated into solutions at varying concentrations for application on knitted fabric surfaces. Prior to coating, the fabrics underwent standardized pretreatment processes to ensure effective penetration of the crosslinkers into the fabric surface. The prepared formulations were applied to cotton, cotton/polyester blend, and polyester knitted fabrics using the padding method. The durability of the applied coatings was evaluated in detail through spectrophotometric color difference measurements after pre-wash cycles in accordance with AATCC 135 standards, FTIR spectroscopy analyses, and modified flammability tests based on 16 CFR 1610 and ASTM D1230 standards. Experimental results revealed that sodium lignosulfonate and tannic acid achieved effective crosslinking within an optimal pH and formulation range. The findings indicated that coating performance varied depending on fabric type, solution concentration, and application parameters. Furthermore, the use of bio-based crosslinkers presents an innovative technological platform for the development of sustainable and durable functional textile coatings.

Keywords: Bio-based, lignosulfonate, Flame retardant, Tannic acid, Cotton knitted fabrics.

1. GİRİŞ

1.1 Fonksiyonel Tekstiller

Tekstil sektörü, giyim, iç ve dış mekan, tıbbi, otomotiv tekstilleri gibi günlük yaşamın çeşitli yönleri için temel kumaşlar sağlayan küresel ekonominin önemli bir parçasıdır. Bunun Yanında ise çevre, iklim değişikliği, su ve arazi kullanımı üzerinde en yüksek olumsuz etkilere sahip sektörlerin içerisinde yer almaktadır. Giyim ürünleri, Avrupa tekstil tüketiminin en büyük payını (%81) oluştururken, giysileri kısa süreli kullanma ve ömürleri dolmadan atma eğilimi, Sürdürülebilirliğe olumsuz etki etmektedir. 2022'de yayınlanan AB Sürdürülebilir ve Döngüsel Tekstil Stratejisine göre tekstil ürünlerinin uzun ömürlü kullanıma dayalı olması, iklim ve çevre üzerindeki etkilerini önemli ölçüde azaltmanın etkili yollarından birisidir. Tekstillerin daha uzun süre kullanılabilmesi için ise çeşitli performans gereksinimlerini karşılaması gerekmektedir. Fonksiyonel tekstiller, aşınmaya, yıpranmaya ve dış etkenlere karşı daha dayanıklı olması, Suya, lekeye ve kokuya dayanıklı kumaşlar olarak daha az yıkama ve bakım gerekmesi ve uzun ömürlü olması sayesinde sürdürülebilir ve döngüsel ekonomiye katkı sağlayarak atık miktarını azaltması ile ön plana çıkmaktadır. Ek olarak estetik ve temel giyim ihtiyaçlarını karşılamakta ve bu sayede tüketiciye yenilikçi tekstil ürünleri sunmaktadır. Bu tekstiller, kullanıcıya ekstra konfor, koruma veya performans sağlayacak şekilde tasarlanmıştır. Fonksiyonel tekstil ürünleri; su geçirmezlik, nefes alabilirlik, antibakteriyel özellikler, ısı yalıtımı, UV koruması ve hatta kendini temizleme gibi çeşitli özelliklerle donatılabilmektedir (Tatlı, 2020). Günümüzde spor giyimden sağlık sektörüne, askeri kullanımdan otomotiv endüstrisine kadar pek çok alanda fonksiyonel tekstiller önemli bir rol oynamaktadır. Gelişen teknoloji ile birlikte, akıllı tekstiller ve giyilebilir elektronikler gibi ileri düzey fonksiyonel tekstil türleri de ortaya çıkmış ve tekstil sektörüne yeni bir boyut kazandırmıştır.

1.2 Tekstillere Kazandırılan Bazı Fonksiyonel Özellikler

1.2.1 Leke tutmazlık

Tekstillerde leke tutmazlık, kumaşların yüzeyine sıvıların ve kirlerin nüfuz etmesini engelleyerek lekelerin oluşmasını önleyen bir özelliktir olarak bilinmektedir. Bu özellik, tekstil ürünlerinin estetik görünümünü koruması ve kullanım ömrünün uzatılması açısından gereklidir. Leke tutmazlık, özellikle giysi ve ev tekstili ürünlerinde temizlik sıklığını azaltarak bakım kolaylığı sağlamaktadır. Leke tutmazlık, tekstil ürünlerinde kullanım kolaylığı sağlamakla kalmayıp, aynı zamanda estetik, hijyen ve çevresel sürdürülebilirlik açısından da önemli avantajlar sunmaktadır. Bu özellik, tekstil ürünlerinin uzun ömürlü olmasını, bakım ve temizlik süreçlerinin kolaylaşmasını ve genel olarak daha sağlıklı bir kullanım sunmaktadır.

Leke tutmazlık özellikle yiyecek ve içecek lekelerine karşı önemli bir koruma sağlar. Tekstil ürünlerinin günlük yaşamda sıklıkla maruz kaldığı yağ bazlı ve sıvı lekelerin, kumaş liflerine derinlemesine nüfuz ettiği ve kalıcı lekeler yol açtığı belirtilmiştir. Bu durum, kumaşların estetik görünümünü olumsuz etkileyerek kullanım sürelerini kısaltmaktadır (Ji ve diğ, 2024).

Çevresel sürdürülebilirlik açısından bakıldığında, leke tutmaz kumaşlar, tekstil ürünlerinin daha az yıkanmasını sağlayarak su ve enerji tasarrufu yapılmasına yardımcı olmaktadır. Antibakteriyel ve antifungal özelliklere sahip özel kaplamaların, tekstil ürünlerinin temiz kalmasını sağladığı ve böylece deterjan kullanımının azaltılmasına katkıda bulunduğu tespit edilmiştir (Samanta ve diğ, 2015).

Sonuç olarak, leke tutmazlık, hem estetik hem de fonksiyonel avantajlarıyla tekstil sektöründe büyük bir gereklilik olarak karşımıza çıkmakta, bu özellik sayesinde, tekstil ürünlerinin kullanım süresi uzatılmakta, hijyen standartları yükseltilmekte ve çevresel sürdürülebilirlik desteklenerek artmaktadır.

1940'lardan bu yana üretilen ve kullanılan leke tutmazlık malzemeleri genellikle per-ve polifloroalkil maddeler (PFASs) gibi kimyasallar kullanılarak elde edilmekte ve bu maddeler, kumaş yüzeyinde hidrofobik ve oleofobik bir katman oluşturarak su ve yağ bazlı lekelerin emilimini zorlaştırmaktadır (Liang ve diğ, 2021).

Metal oksit bazlı kaplamalarda leke tutmazlık, Çinko oksit (ZnO) ve titanyum dioksit (TiO₂) bazlı kaplamalar, hem antibakteriyel özellik göstermekte hem de leke direncini

artırmaktadır. Metal oksit bazlı kaplamaların UV koruma açısından da oldukça etkili olduğu bilinmektedir. Organik ve çevre dostu, florin içermeyen leke tutmazlık kaplamalar da son yıllarda oldukça ilgi görmekte, silan bazlı kaplamaların pamuklu kumaşlarda su ve su bazlı lekeler üzerinde etkili olduğunu, aynı zamanda toksik olmadığı da son zamanlarda ön plana çıkmaktadır (Sfameni ve diğ, 2022).

1.2.1.1 Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri

Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri doğal kaynaklardan elde edilen ve çevre dostu olan kaplamalar kullanılarak tekstil ürünlerine uygulanmakta ve bu tür malzemeler, sürdürülebilir tekstil üretimi açısından önem taşımanın yanı sıra insan sağlığına ve çevreye zararsız seçenekler önermektedir.

Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri, tekstil sektöründe çevre dostu çözümler sunarak su ve yağ bazlı lekelerin kumaşa nüfuz etmesini önlemektedir. Poliüretan dispersiyonlar, selüloz ve lignin bazlı kaplamalar, kitin ve protein türevleri gibi biyoesaslı malzemeler, tekstil yüzeylerinde hidrofobik ve antibakteriyel özellikler kazandırmakla birlikte, bu gelişmeler, sürdürülebilir tekstil üretimini destekleyerek, leke tutmazlık özelliklerinin çevreye zarar vermeden geliştirilmesini desteklemektedir.

Biyoesaslı leke tutmazlık malzemelerinden biri olan biyopolimerler, tekstil yüzeylerine hidrofobik özellik kazandırarak leke tutmazlık sağlamaktadır. Pamuk bazlı kumaşlara uygulanan biyoesaslı poliüretan dispersiyonların su ve yağ itici özellik gösterdiğini ve çevreye zararlı sentetik alternatiflere kıyasla daha sürdürülebilir bir seçenek sunduğunu belirtmiştir (Zia ve diğ, (2021).

Bunun yanı sıra, doğal yağlar ve türevleri de tekstil yüzeylerinin leke direncini artırmada önemli rol oynamaktadır. Biyoesaslı poli-lizin kaplamaların pamuk kumaşlar üzerinde dayanıklı, leke itici ve renk stabilitesi sağlayan özellikler sunduğunu tanımlanmaktadır (Jiang ve diğ, (2025).

Doğal polimerlerden olan selüloz ve lignin, biyoesaslı leke tutmazlık kaplamalarının geliştirilmesinde kritik rol oynamaktadır. Selüloz bazlı kaplamalar, tekstil yüzeylerinde suyu iten (hidrofobik) ve mikroorganizma gelişimini engelleyen (antibakteriyel) işlevler kazandırarak, özellikle pamuklu kumaşlarda leke oluşumunu önemli ölçüde azaltmaktadır. Bu kaplamalar, selülozun doğal lif yapısına yüksek uyum göstermesi sayesinde, kumaşın esnekliğini ve hava geçirgenliğini koruyarak kullanıcı konforunu da artırmaktadır.

Lignin ise, lignoselülozik biyokütleden elde edilen ikinci en bol doğal polimerdir ve kaplama formülasyonlarına entegre edilerek çevre dostu, dayanıklı ve su-yağ geçirmez yüzeyler elde edilmesini mümkün kılar. Lignin bazlı poliüretanlar veya kompozit kaplamalar, tekstil yüzeylerinde hem hidrofobik hem de oleofobik (yağ itici) özellikleri güçlendirerek kalıcı leke oluşumunu minimize eder. Ayrıca lignin, UV ışınlarına karşı koruma sağlayarak kumaşın renginin solmasını önler ve kimyasal dayanıklılığını artırır. Günümüzde sodyum lignosülfonat, potasyum lignosülfonat gibi lignin türevleri de özellikle pamuklu kumaşlarda kalsiyum ve magnezyum iyonlarına karşı bariyer etkisi oluşturmakta, bu sayede su ve deterjanla yapılan yıkamalarda bile yüksek leke iticilik performansı göstermektedir. Lignin bazlı kaplamaların biyobozunur olması ve düşük çevresel etki ile geri dönüştürülebilirliği, tekstil sektöründe sürdürülebilirlik hedefleriyle tamamen örtüşmektedir (Henry ve diğ., 2019). Biyoesaslı leke tutmazlık çözümlerinde kitin ve protein bazlı kaplamalar da önemli bir yer tutmakta, kitin ve kitosan bazlı biyopolimerlerin, tekstil yüzeylerinde su itici özellik kazandırmada etkili olduğunu ve bu malzemelerin antibakteriyel özellikler sunduğunu belirtilmektedir (Kaushal ve diğ., 2023). Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri, tekstil sektöründe çevre dostu çözümler sunarak su ve yağ bazlı lekelerin kumaşa nüfuz etmesini engellemektedir. Poliüretan dispersiyonlar, selüloz ve lignin bazlı kaplamalar, kitin ve protein türevleri gibi biyoesaslı malzemeler, tekstil yüzeylerinde hidrofobik ve antibakteriyel özellikler kazandırmaktadır. Bu gelişmeler, sürdürülebilir tekstil üretimini destekleyerek, leke tutmazlık özelliklerinin çevreye zarar vermeden geliştirilmesine imkan sağlamaktadır.

1.2.1.2 Biyoesaslı leke tutmazlık malzemeleri avantajları ve dezavantajları

Biyoesaslı leke tutmazlık kaplamalar, sürdürülebilir tekstil üretiminde çevreye ve insan sağlığına zarar vermeyen alternatif çözümler sunarak florokarbon içeren geleneksel kimyasallara önemli bir alternatif oluşturmaktadır. Bu kaplamalar, doğal polimerler ve bitkisel yağ bazlı bileşikler sayesinde tekstil yüzeylerinde su ve yağ iticilik özellikleri kazandırmakta, toksik gaz veya uçucu organik bileşik emisyonu oluşturmada işçi sağlığını korumaktadır. Gıda ambalajları, mutfak tekstilleri gibi doğrudan temas gerektiren uygulamalarda biyoesaslı kaplamalar, florokarbon bazlı kaplamalara kıyasla daha güvenli kabul edilmekte ve ciltle temas ettiğinde alerjik reaksiyon riskini minimuma indirmektedir. Ayrıca bu kaplamalar, biyobozunur yapıları sayesinde kullanıldıktan sonra doğada parçalanarak ekosisteme yük

oluşturmamaktadır. Ancak bazı dezavantajları da göz ardı edilmemelidir; biyoesaslı leke tutmazlık kaplamalar, uzun süreli kullanımlarda su geçirmezlik performansını kısmen yitirebilmekte ve asidik ya da bazik ortamlara karşı dirençleri geleneksel kaplamalara göre daha düşük olabilmektedir. Üretim maliyetlerinin halen yüksek oluşu ve bazı bileşiklerin ticari olarak sınırlı bulunabilirliği de yaygın kullanımı kısıtlayan unsurlardandır. Bu nedenle, mevcut Ar-Ge çalışmaları dayanıklılığı artırmaya, maliyeti düşürmeye ve biyoesaslı malzemelerin ticari ölçeklenebilirliğini geliştirmeye odaklanmaktadır (Rungruangkitkrai ve diğ, 2024).

1.2.1.3 Karakterizasyon yöntemleri

Biyoesaslı leke tutmazlık kaplamalarının performansının değerlendirilmesinde birden fazla standart test ve karakterizasyon yöntemi kullanılmaktadır. Genellikle ilk adımda, kaplanmış tekstil yüzeyinin hidrofobik ve oleofobik özellikleri temas açısı ölçümleri ile analiz edilmekte, su ve yağ damlacıklarının yüzeydeki yayılma ve akma davranışları incelenerek kaplamanın sıvı iticiliği nicel olarak belirlenmektedir. AATCC 22 Sprey Testi ve AATCC 118 Yağ İtme Testi gibi standart yöntemler, özellikle tekstil endüstrisinde yaygın olarak kullanılmakta olup, kumaş yüzeyine su ve yağ damlatılarak leke tutmazlık derecesi sınıflandırılmaktadır. Ayrıca, kaplamanın dayanıklılığını belirlemek amacıyla yıkama haslığı, aşınma ve sürtünme dayanımı testleri de uygulanmaktadır. FTIR (Fourier Transform Infrared) spektroskopisi ve SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) analizleri, kaplama malzemesinin kimyasal bağ yapısı ve yüzey morfolojisi hakkında detaylı bilgi sunarken, TGA (Termogravimetrik Analiz) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) teknikleri de termal kararlılığını ortaya koymaktadır. Bu yöntemler bir araya getirildiğinde, biyoesaslı kaplamaların leke tutmazlık performansı, dayanıklılığı ve kullanım ömrü kapsamlı şekilde değerlendirilmektedir (Rungruangkitkrai ve diğ, 2024). Bu karakterizasyon testleri, biyoesaslı leke tutmaz kaplamaların etkinliğini anlamak ve optimize etmek için kritik öneme sahiptir. Bu kapsamlı analizler, tekstil ve diğer uygulamalarda sürdürülebilir malzeme kullanımı açısından büyük bir avantaj sunmaktadır.

1.2.2 Su İticilik

Tekstil yüzeylerinde su iticilik, kumaşın yüzeyine suyun nüfuz etmesini engelleyerek ıslanmayı önleyen, kullanım rahatlığı ve konfor sağlayan önemli bir özelliktir. Sıvının katı bir yüzeyle temas kurabilme kabiliyeti ıslanma olarak bilinmektedir. Islanma, sıvı

ve katı yüzeyin molekülleri arasındaki etkileşimden dolayı gerçekleşmekte ve bu olay farklı düzeylerde olmaktadır (Holme, 2003). Temas açısı ise katı bir yüzeyle herhangi bir sıvının birbirleriyle 0° ile 180° arasında oluşturduğu açılara denmektedir. Tamamen ıslanma olduğu zaman temas açısı 0° iken hiç ıslanma olmadığı durumda bu açı 180° 'dir. Sıvının katı yüzeyde dağılmasına bağlı olarak temas açısının büyüklüğü değişebilmektedir. Büyük açının oluşabilmesi için sıvının uzun süre dağılmadan kalabilmesi gerekmekte ve bu da katı sıvı arasındaki etkileşiminin az olması anlamına gelmektedir. Küçük temas açısının oluşumunda ise sıvının hemen dağıldığı görülmektedir (Özsevinç, 2012). Yüzey gerilimi 20°C 'ta 72.8 dyn/cm veya 72.8 erg/cm^2 olan suyun yüzeyini 20°C 'ta 1 cm^2 genişletebilmek için 72.8 erg 'lik bir enerjiye veya 1 cm boyunca sıvı yüzeyinde yer alan moleküller arası ilişkileri kesebilmek için 72.8 dyn 'lik bir kuvvete ihtiyaç var demektir. Su itici özellik gösteren malzemeler suyun kritik yüzey geriliminden daha küçük kritik yüzey gerilimine sahiptir (Holme, 2003). Hidrofobik yüzeyler, yüzey gerilimini değiştirerek suyun damlacık formunda kalmasına ve kumaş yüzeyinden kolayca akmasına imkân tanır. Düşük yüzey enerjisi, su damlalarının temas açısını artırarak (genellikle 90° ve üzeri) malzemeye su itici özellik kazandırır; 150° 'nin üzerindeki temas açıları ise süperhidrofobik olarak tanımlanır. Su iticilik, küf, mantar ve korozyon oluşumunu engelleyerek malzemenin fiziksel dayanıklılığını da artırmaktadır. Bu özellik, askeri tekstillerden su geçirmez dış giyim ürünlerine kadar geniş bir yelpazede kullanılmaktadır. Su iticilik bitim işlemi, uzun zincirli su itici bir gruba sahip olan kimyasal maddelerle kumaş yüzeyinde suyu sevmeyen suyu iten bir zar oluşturmaktır. Bu işlem, kumaşın içyapısını ve gözenek yapısını hiçbir şekilde olumsuz yönde etkilememektedir. Çünkü yalnızca kumaş yüzeyinde su itici bir zar oluşturmaktadır. Kumaşın gözenekleri kapanmadığı için giyimde deri solunumu ve ter nakli olumsuz yönde etkilenmemektedir. Hatta su iticilik işlemi görmüş kumaşlar vücuttan çıkan su buharı hiç yoğunlaşmadan tümü ile oradan uzaklaşacağı için diğerlerine göre daha kuru ve daha fazla hava geçirgen özellikte olmaktadır (Akalin, 1994).

İyi bir su iticilik etkisi için gereken belli başlı faktörler ise, öncelikle ince kapıllı, düzgün yüzeyli, sıkı dokulu bir kumaş yapısı (bezayağı gibi) olması, kumaşı oluşturan liflerin şişme yeteneğinin düşük olması (sentetik lifler gibi), uygulama işleminin dayanıklı olması açısından; yüzeyde oluşturulan su itici filmin düzgün, elastik olması ve liflerin yüzeyine mümkün olduğunca sağlam tutunması, su itici filmin yapışkan

özelliğinin düşük olması, kullanılan su iticilik maddesinin mümkün olduğu kadar yüksek ıslanma açısı değerinde sahip olması gerekmektedir. Yıkamaya dayanıksız ve yıkamaya dayanıklı bitim işlemleri olarak su iticilik maddeleri ikiye ayrılmaktadır. Apre maddesinin yıkamaya dayanıklı bir etki sağlamak için liflere kimyasal bağlarla bağlanması ya da reçine oluşturarak elyafın fibriler yapısına sıkışması gerekmektedir. Su itici maddeleri sınıflandıracak olursak, yağ asidi + Krom klorür kompleksi, zirkonyum parafin emülsiyonları, reçine oluşturan su iticilik maddeleri, silikonlu su iticilik maddeleri, florokarbonlar(Akalın, 1994).

Yağ asidi +krom klorür kompleksi, ülkemizde özellikle askeri kumaşların su iticilik terbiyesinde kullanılmaktadır. Kullanılan ürünler piyasada isopropanolde çözülmüş olarak bulunmaktadır (Akalın, 1994). İlk olarak vaks ve metal tuzları kullanılan su itici apreler, selülozik elyafa ve yüne uygulanmıştır. Çeşitli alüminyum tuzları suiticiliği elde etmek için bu vaks emülsiyonları içinde kullanılmıştır. Daha sonrasında bu aprelerin yıkama haslıklarını yükseltmek için alüminyum tuzları yerine zirkonil asetat ya da zirkonil oksiklorid kullanılmıştır (Tyrone, 1994). Karmaşık üretim işlemleri sonucu elde edilen reçine esaslı iticiler çok çeşitli elyaf ve kumaş için kalıcı su iticilik sağlamaktadır. Bu maddeler florokarbonlar ve silikonlar gibi pahalı olmamaktadır. Genellikle bir çapraz bağlayıcı veçektirme yöntemiyle kumaşa uygulanmaktadırlar. Bir asit katalizörlüğünde 175°C'de maksimum iticilik ve kalıcılık sağlanmaktadır. Kumaşın 1:4 oranında flotte alması sağlanmaktadır. Reçine esaslı su iticilik maddeleri yaygın bir şekilde kullanılmaktadır (Lacasse ve Baumann, 2004).

Silikon bileşikleri son yıllarda en çok önem kazanan ve kullanılan su iticilik maddelerinden biridir. Organo silanoller, organo halojen silanların hidrolizi sonucu elde edilmektedirler. Bunlar da kolaylıkla kondensasyona uğrayarak organo silioksanları (silikonları) oluşturmaktadırlar. Kısmen kondanse olmuş silikon, tekstil ürününe emdirildikten sonra ısıtılarak daha fazla kondense olması sağlanmaktadır (Akalın, 1994). Mükemmel yüzey özelliklerinden dolayı floralkil polimerler tekstilde su, yağ ve kir itici apre olarak kullanılan standart ürün gruplarından olup tekstilden otomotive birçok alanda yaygın bir kullanıma sahiptirler. Florokarbonların üretimi için ileri teknoloji gerekmektedir. Bunun için elektrokimyasal florlama ve telomerizasyon gibi yöntemler mevcuttur (Holme, 2003).

1.2.2.1 Biyoesaslı su iticilik malzemeleri

Dayanıklı su itici kaplamalar (Durable Water Repellent - DWR), tekstil finiş proseslerinde sıkça tercih edilmekte olup, su, yağ ve leke iticilik için genellikle polimerik polifloroalkil maddeler (PFAS) kullanılmaktadır. Ancak uzun zincirli PFAS bileşenlerinin çevre ve insan sağlığı üzerindeki olumsuz etkileri nedeniyle, daha kısa zincirli veya flor içermeyen alternatiflerin geliştirilmesine yönelik çalışmalar hız kazanmıştır. Kısa zincirli PFAS'lar dahi kalıcılık ve toksisite bakımından risk taşımakta, çevrede kararlılık göstererek mikrobiyal bozunmaya dirençli olmakta ve besin zincirinde birikime yol açabilmektedir. Yüzeyin belirli bir pürüzlülüğe ve düşük yüzey enerjisine sahip olması hidrofobikliğin temel gerekliliğidir. Doğadan ilham alınarak geliştirilen süperhidrofobik yüzeyler, lotus yaprakları, kelebek kanatları, gül yaprakları ve su böceklerinin bacakları gibi doğal örneklerden esinlenilerek tasarlanmaktadır. Tekstil yüzeylerinde bu etkiyi sağlamak için farklı boyutlarda SiO₂, ZnO ve TiO₂ partikülleri kullanılarak hiyerarşik pürüzlü yüzeyler oluşturulmakta, polidimetilsiloksan (PDMS) gibi hidrofobik polimerler ise yüzey enerjisini azaltmak ve bağlayıcı görevi görmek amacıyla uygulanmaktadır. Bununla birlikte, süperhidrofobik yüzeylerin aşınma ve yıkama gibi dış etkilere karşı dayanıklılığı önemli bir araştırma alanıdır. Yakın dönemde, pamuk bazlı tekstil malzemelerinde ortalama 90, 200 ve 500 nm boyutlarında ZnO partikülleri kullanılarak, PDMS kaplamalı üç farklı uzunluk ölçeğinde yapılandırılmış yüzeyler geliştirilmiş; bu sayede 163,9° su temas açısına sahip dayanıklı bir süperhidrofobik yapı elde edilmiştir. Bu yapı, 80 aşındırma testinden sonra bile 150° su temas açısını korumuş, ayrıca 24 saat boyunca organik çözücülerde ve güçlü asit/baz çözeltilerinde bekletildiğinde bile süperhidrofobik özelliklerini kaybetmemiştir.

1.2.2.2 Biyoesaslı su iticilik malzemeleri avantajları ve dezavantajları

Biyoesaslı su itici kaplamalar, fosil yakıt türevli kimyasal bileşiklere alternatif olarak bitkisel yağlar, doğal polimerler ve biyopolimer türevleri kullanılarak geliştirilmekte olup, tekstil yüzeylerinde suya karşı direnç sağlamak amacıyla yaygın şekilde araştırılmaktadır. Bu malzemeler çevre dostu, biyobozunur ve yenilenebilir kaynaklardan üretildiği için sürdürülebilirlik açısından önemli avantajlar sunmaktadır. Ayrıca, düşük toksisite ve insan sağlığına uygunluk gibi olumlu yönleri sayesinde, gıda ambalajı veya cilde temas eden tekstil ürünlerinde de güvenle kullanılabilir.

Bununla birlikte, biyoesaslı kaplamaların geleneksel florlu kaplamalara kıyasla su iticilik dayanımı, aşınma ve yıkama haslığı açısından daha zayıf olabilmektedir. Bu durum, özellikle endüstriyel uygulamalarda malzeme ömrünü kısaltabilir ve yeniden kaplama gereksinimini doğurabilir. Ayrıca, biyoesaslı bileşiklerin ticari erişimi, üretim maliyetleri ve ölçeklenebilirliği hâlâ bazı kısıtlamalar taşımaktadır (Lacruz ve diğ, 2021).

1.2.2.3 Karakterizasyon Yöntemleri

Biyoesaslı su itici kaplamaların performansını değerlendirmek için birden fazla karakterizasyon yöntemi kullanılmaktadır. En yaygın testlerden biri AATCC 22 Sprey Testi olup, kumaş yüzeyine belirli miktarda su püskürtülerek yüzeyin suyu itme kabiliyeti değerlendirilir. Temas açısı ölçümleri, damlacığın yüzeydeki yayılma davranışını analiz ederek hidrofobik veya süperhidrofobik özelliklerin nicel olarak belirlenmesini sağlar. Yıkama haslığı testleri, kaplamanın deterjanlı suya veya mekanik aşınmaya karşı dayanıklılığını ölçerken; FTIR spektroskopisi (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi) kaplamanın kimyasal bağlarını ve işlevsel gruplarını belirlemek için kullanılır, moleküler düzeyde yapıyı inceler. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu), malzemenin yüzey morfolojisini yüksek çözünürlükte görüntüler ve kaplamanın pürüzlülüğü, çatlakları ve partikül dağılımı detaylandırır. AFM (Atomik Kuvvet Mikroskobu), yüzey topografyasını nanometre ölçeğinde üç boyutlu olarak haritalandırıp, yüzeyin pürüzlülüğü ve mekanik özellikleri hakkında bilgi verir. Ek olarak, TGA (Termogravimetrik Analiz), malzemenin sıcaklığa bağlı kütle değişimini ölçerek ısı kararlılığını ve termal bozunma davranışını incelerken, DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri), analizleri, malzemenin ısı geçiş sıcaklıkları (erime, camsı geçiş, kristalleşme vb.) hakkında bilgi verir. (Lacruz ve diğ, 2021; Rungruangkitkrai ve diğ, 2024).

1.2.3 Koku önleyicilik

Tekstil ürünlerinde koku önleyicilik, özellikle terleme gibi biyolojik aktivitelerden kaynaklanan istenmeyen kokuların önlenmesi amacıyla geliştirilen önemli bir yüzey özelliğidir. İnsan vücudu terlediğinde, terin kendisi genellikle kokusuzdur; ancak ter bezlerinden salgılanan organik bileşikler cilt üzerindeki bakteriler tarafından parçalandığında kötü kokular oluşur. Bu durum özellikle spor giyim, iç çamaşırları, çoraplar, yatak tekstilleri gibi uzun süre vücuda yakın temas eden ürünlerde hijyen ve

kullanıcı konforunu olumsuz etkiler. Koku önleyici finiş prosesleri , mikroorganizma aktivitesini baskılayarak veya koku moleküllerini hapsederek bu sorunu minimize etmektedir. Bu sayede tekstil ürünlerinin daha uzun süre temiz kalması sağlanır, yıkama sıklığı azaltılır ve çevresel sürdürülebilirliğe katkıda bulunulur. Ayrıca giysi kalitesi, kullanıcı deneyimi ve ürünün pazardaki rekabet gücü artar (Pandit ve diğ, 2021).

Tekstil sektöründe koku önleyicilik özelliği kazandırmak için çeşitli antimikrobiyal ve adsorban malzemeler kullanılmaktadır. Gümüş nanopartiküller, çinko oksit, bakır bazlı bileşikler gibi inorganik antimikrobiyaller bakteriyel büyümeyi baskılayarak koku oluşumunu engellemektedir. Bunun yanı sıra aktif karbon, zeolit, silika jeller gibi gözenekli adsorbanlar, çevredeki uçucu organik bileşikleri ve koku moleküllerini fiziksel olarak yakalayarak ortamdaki kötü kokuların giderilmesini sağlar. Günümüzde bu klasik yöntemlerin yanında bitkisel bazlı esansiyel yağların mikroenkapsülasyonu veya doğal polifenoller gibi biyoesaslı antimikrobiyaller de tekstil yüzeylerinde kullanılmaktadır. Böylece hem insan sağlığına daha duyarlı hem de ekolojik ayak izi daha düşük çözümler elde edilmektedir (Zhou ve diğ, 2024).

1.2.3.1 Biyoesaslı koku önleyici malzemeler

Biyoesaslı koku önleyicilik malzemeleri, tekstil sektöründe son yıllarda artan çevresel kaygılar ve kullanıcı sağlığına duyarlılık nedeniyle ön plana çıkmaktadır. Bu malzemeler, fosil yakıt türevli kimyasal kaplamalara alternatif olarak doğal kaynaklardan elde edilen antimikrobiyal ajanlar, bitkisel özler ve biyopolimer bileşenlerden oluşmaktadır. Kitosan, doğada kabuklu deniz canlılarının kabuklarından elde edilen ve güçlü antimikrobiyal aktivitesiyle bilinen bir biyopolimerdir; tekstil liflerinin yüzeyine uygulanarak bakteri çoğalmasını engeller ve böylece kötü koku oluşumunu baskılar. Selüloz türevleri ve lignin, doğal polifenol yapılarına sahip olduklarından bakteriyel enzim aktivitesini azaltarak kokuyu tetikleyen organik bileşiklerin parçalanmasını zorlaştırır. Ayrıca bitki bazlı özler ve uçucu yağlar, özellikle lavanta, nane, kekik ve çay ağacı gibi bitkilerden elde edilen esansiyel yağlar, antimikrobiyal özelliklerinin yanı sıra hoş bir koku sağlar. Bu özler genellikle mikroenkapsülasyon tekniğiyle tekstil yüzeyine bağlanır; bu sayede yağlar, kullanım sırasında kontrollü şekilde salınarak hem koku önleyici hem de aromaterapötik fayda sunar. Ayrıca son dönemde yeşil sentez yöntemleriyle üretilen biyopolimer

nanopartiküller de koku önleyici formülasyonlarda yaygın olarak araştırılmaktadır (Pandit ve diğ, 2021; Zhou ve diğ, 2024).

1.2.3.2 Biyoesaslı koku önleyici malzemelerin avantajları ve dezavantajları

Biyoesaslı koku önleyicilik malzemelerinin en belirgin avantajı, sürdürülebilir ve çevre dostu bir çözüm sunmalarıdır. Yenilenebilir hammaddelerden üretilmeleri, fosil bazlı kimyasallara bağımlılığı azaltır ve üretim sonrasında doğada biyobozunur özellik göstermeleri, ekolojik döngüyü destekler. İnsan sağlığı açısından toksik kalıntı bırakmazlar ve ciltle temasında alerjik reaksiyon riski sentetik eşdeğerlerine göre oldukça düşüktür. Ayrıca, esansiyel yağ bazlı mikroenkapsül sistemler, tekstil yüzeyinde hoş bir koku etkisiyle kullanıcı memnuniyetini artırır ve aynı zamanda bakteri üremesini baskılar. Bununla birlikte, biyoesaslı sistemlerin bazı teknik kısıtlamaları da bulunmaktadır. Örneğin, doğal bileşenlerin tekstil liflerine bağlanma kapasitesi sınırlı olabilir ve bağlanma gücü genellikle yıkama ve aşınma gibi fiziksel etkilere karşı daha düşük direnç gösterir. Bu durum, ürünün uzun süreli koku kontrol performansını olumsuz etkileyebilir ve tekrar uygulama gereksinimini ortaya çıkabilir. Ayrıca biyoesaslı kaplamaların homojen uygulanması, mikroenkapsül stabilitesi, raf ömrü ve üretim maliyetlerinin rekabetçi seviyelere indirilmesi, günümüzde tam olarak sağlanamamıştır. Sonuç olarak, biyoesaslı koku önleyici kaplamalar, sürdürülebilir tekstil tasarımı açısından umut verici bir alan olmakla birlikte, ticari ölçekte yaygınlaşabilmesi için Ar-Ge çalışmalarının desteklenmesi gerekmektedir (Pandit ve diğ, 2021; Zhou ve diğ, 2024).

1.2.3.3 Karakterizasyon Yöntemleri

Koku önleyicilik özelliklerinin etkinliği, hem laboratuvar bazlı hem de kullanıcı deneyimine dayalı testlerle analiz edilmektedir. ISO 20743 standardına uygun bakteriyel inhibisyon testleri, kumaş yüzeyinde bakteri çoğalmasının ne derece engellendiğini ortaya koyar. Ayrıca ASTM E2149 standardı, antimikrobiyal etkinlik için yaygın şekilde kullanılır. Koku Emilimi ve Salınım Davranışı, gaz kromatografisi veya headspace analizleri ile ölçülür. Organoleptik testler, uzman panelistlerin koku yoğunluğunu puanladığı duyuşal değerlendirmelerle desteklenir. Malzeme karakterizasyonu için FTIR spektroskopisi, kullanılan biyoesaslı ajanların tekstil lifine bağlanma mekanizmasını gösterirken; SEM ve TEM, mikrokapsül veya partikül dağılımını incelemek için kullanılır. Ayrıca mikrokapsüllerin termal stabilitesi ve

salım davranışları, TGA (Termogravimetrik Analiz) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) teknikleriyle detaylı şekilde incelenir (Pandit ve diğ, 2021).

1.2.4 UV koruyuculuk

Tekstil ürünlerinde UV (Ultraviyole) koruyuculuk, kumaşın güneşten gelen zararlı UV ışınlarını absorbe etme veya yansıtma kapasitesini ifade etmektedir. Güneşten yayılan UV-A ve UV-B ışınları, insan cildinde güneş yanığı, erken yaşlanma, cilt kanseri gibi sağlık problemlerine yol açabilir. Koruyucu kremler ile UV ışınlarından korunma sağlanabilmektedir. Ancak bazı koruyucu kremler sadece UVB ışınlarını engellemekte ve tam bir koruma sağlayamamaktadır (Scarlett, 2003). Ayrıca sık uygulanma gerekliliklerinin yanı sıra koruyucu kremler insan teninde rahatsız edici bir his uyandırmakta ve dış koşullara (rüzgar, nem, sıcaklık vs.) bağlı olarak bu kremlerin etkileri düşebilmektedir. Bu tip koruyucu kremlerin içerdikleri kimyasallardan dolayı altı aydan küçük bebeklerde kullanımı da önerilmemektedir (Öztürk, 2015). Bir tekstil ürününün UV ışınlarına karşı sağladığı koruma derecesi “Ultraviyole Koruma Faktörü (UPF)” olarak bilinmektedir. UPF, korunmamış deri için hesaplanan etkili ultraviyole radyasyon (UVR) ışıma ortalamasının, test edilen kumaş ile korunan deri için hesaplanan etkili UVR ışıma ortalamasına oranıdır. Tekstil malzemesinin UPF değeri, tekstilin, altındaki deride kızarıklık oluşturmada, tekstilin giyilmesi süresince koruma süresinin ne kadar uzatılabileceğini göstermektedir (Gambichler ve diğ, 2001; Han ve diğ, 2006). UV ışınlarından korunmak için ışık kaynağından (güneş, yapay ışık kaynağı vs.) uzak durulması önerilebilir ancak günümüz sosyal yaşamında bu öneri pratik bir çözüm değildir. Bunun dışında koruyucu kremler ile UV ışınlarından korunma sağlanabilmektedir. Ancak bazı koruyucu kremler sadece UVB ışınlarını engellemekte ve tam bir koruma sağlayamamaktadır (Scarlett, 2003; Mahltig ve diğ, 2005). Günümüzde UV korumayı arttırmak için tercih edilen yöntemlerden birisi de UV absorbanların tekstil malzemelerinde kullanımıdır. Liflere UV absorbe edebilen maddeler aktararak, UV geçirgenlik değerlerini düşürmek yani liflerin absorpsiyon ve refleksiyon özelliklerini iyileştirmek mümkündür. UV absorbanlar, UV ışınlarını seçimli olarak absorbe ederek ısıya dönüştürmektedirler. Ancak bu tip ürünler tek başlarına tüm UV spektrumunda absorpsiyon yapamamalarından dolayı tam bir koruma sağlamamaktadır (Mahltig ve diğ., 2005). Bu nedenle dış mekân tekstilleri, spor kıyafetleri, çocuk giyimi ve iş güvenliği ekipmanları gibi ürünlerde yüksek UV koruması büyük önem taşır. UV koruyuculuk, tekstilin kullanıcıya sağladığı termal

konforu ve cilt sađlığını desteklerken aynı zamanda kumaşın renk solması, mekanik bozulma gibi fotodegradasyon etkilerine karşı dayanıklılıđını da artırır. Bu bağlamda, UV koruyucu özellik, tekstillerin hem estetik hem de fonksiyonel ömrünü uzatarak sürdürülebilirliđi destekleyen önemli bir finiş prosesi özelliđidir (Kim ve diğ, 2023).

1.2.4.1 Biyoesaslı UV koruyucu malzemeler

Geleneksel UV koruyucu malzemeler, genellikle inorganik UV absorbanları (örneğin titanyum dioksit - TiO_2 , çinko oksit - ZnO) ve organik UV stabilize edicilerden oluşur. İnorganik nanopartiküller, geniş spektrumda UV ışınlarını etkili şekilde yansıtarak veya dağıtarak kumaşı korur. Organik UV absorbanlar ise genellikle benzotriazol, benzofenon türevleri gibi UV ışığını absorbe ederek kumaşın bozulmasını engeller. Son yıllarda nanoteknoloji destekli hibrit sistemler geliştirilmiş ve nanopartiküllerin polimer matrisle kaplanarak daha stabil ve uzun ömürlü UV bariyerleri oluşturulması sağlanmıştır (Kim ve diğ, 2023).

1.2.4.2 Biyoesaslı UV koruyucu malzemelerin avantajları ve dezavantajları

Günümüzde çevresel kaygılar nedeniyle biyoesaslı UV koruyuculara ilgi artmıştır. Lignin, tanik asit, flavonoidler, ferulik asit gibi bitkisel fenolik bileşikler doğal UV emiciler olarak öne çıkar. Örneđin lignin, yüksek aromatik yapı içeriđi sayesinde UV ışınlarını absorbe edebilir; tanik asit ve flavonoidler ise hem UV absorpsiyon hem de antioksidan özellik göstererek kumaşın fotooksidatif hasarını engeller. Bu biyoesaslı ajanlar, yenilenebilir kaynaklardan elde edildikleri ve biyobozunur oldukları için çevre dostu alternatiflerdir. Ayrıca toksik kalıntı bırakmama ve cilt dostu olma avantajları vardır. Ancak bu malzemelerin tekstil yüzeyine bağlanma stabilitesi, yıkama dayanıklılıđı ve uzun süreli UV koruma performansı sentetik muadillerine göre hala kısıtlıdır. Bu nedenle formülasyon geliştirme, kapsülleme veya nanoemülsiyon teknikleri ile etkinliđin artırılması üzerine yoğun Ar-Ge çalışmaları yürütölmektedir (Kim ve diğ, 2023).

1.2.4.3 Karakterizasyon Yöntemleri

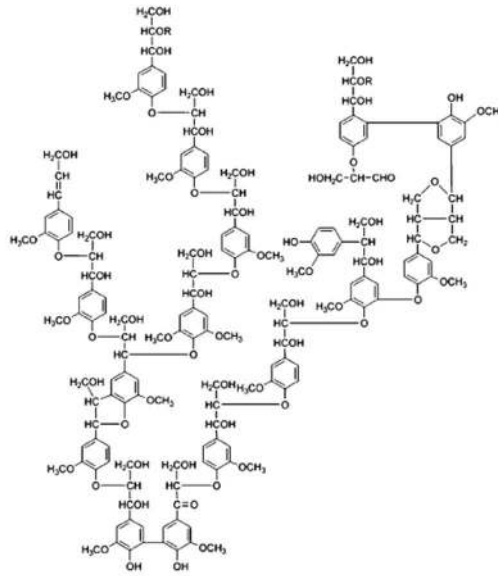
UV koruyuculuk özellikleri, tekstil materyalinin UV geçirgenlik katsayısını belirleyen UPF (Ultraviolet Protection Factor) testiyle kantitatif olarak ölçölölebilmektedir. UPF değeri, kumaşın UV ışınlarını ne kadar engellediđini gösterir; $UPF > 50$ değeri çok yüksek koruma anlamına gelir. Spektrofotometrik ölçümler, kumaşın farklı dalga

boylarındaki UV ışık geçirgenliğini analiz eder. FTIR spektroskopisi, biyoesaslı ajanların kimyasal bağlanmasını doğrular. SEM ve TEM teknikleri, partiküllerin kumaş üzerindeki dağılım ve morfolojisini inceler. TGA (Termogravimetrik Analiz) ve DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetri) analizleri, UV kaplamanın termal stabilitesini ve çalışma sıcaklık aralığını belirler. (Seleti ve diğ, 2010). Hazır giyim ürünleri için ISO 105-B02 ve AATCC TM16 testleri de uzun vadeli UV koruma performansını simüle etmektedir. Ayrıca bazı büyük markalar kendi iç kalite standartlarına göre modifiye edilmiş UV koruma testi de uygulamaktadır.

1.2.5 Lignin yapısı, özellikleri ve kullanım yerleri

Dünyanın en bol yenilenebilir kaynağı olan biyokütle, ağaç ve ağaç dışı materyallerden oluşur ve üç ana bileşeni selüloz, hemiselüloz ve lignindir. Lignin, lignoselülozik biyokütlerde selülozdan sonra en bol bulunan ikinci biyopolimerdir ve döngüsel bir yapıya sahip olup, odunun %15-40'ını oluşturur. Aromatik bileşiklerin en büyük doğal kaynağıdır. On dokuzuncu yüzyılda keşfedilmiş olan lignin, bitkilerde bulunan organik polimer olması ile bilinir. Lignin, dünyada selülozdan sonra en bol bulunan lignoselülozik malzemedir ve biyo-bazlı yenilenebilir malzeme arayışında olan endüstri için daha fazla uygulamaya odaklanılmasını sağlamıştır. Odundaki ligninin, farklı şekillerde birbirine bağlanan fenilpropan birimlerinden oluşan, amorf ve yüksek moleküler kütleli, karbon, hidrojen ve oksijenden oluşmasına rağmen karbonhidrat olmayan, fenilpropan birimleri üzerine kurulu rastgele üç boyutlu bir ağ polimeri olduğu söylenebilir (Polat, 2024). Lignin'in en önemli özelliği ise odunsu yapıda tutkal görevi görmesi ve bu özelliği ile odunsu gövdelerde hücreleri bağlacıyı rol üstlenmesidir. Doğal durumunda lignin'i ahşaptan ayırmak çok mümkün olmadığı için tam yapısı bilinmemekle birlikte, en eksiksiz yapısal modeli 1977'de Adler tarafından önerilmiştir (Calvo-Flores ve Dobado, 2010). Lignin aynı zamanda, fenolik yapısı ve yüksek kömürleşme oluşturma kapasitesi sayesinde potansiyel bir biyobazlı alev geciktirici (FR) olarak değerlendirilmektedir. Ancak polimer matrislerinde düşük homojenlik sınırlamalarını aşmak için ligninin azot/fosfor modifikasyonu, nano boyuta indirgenmesi ve kompozit formlarda kullanımıyla yangın geciktirici performansı belirgin şekilde artırılabilir. Lignosülfonatlar %4–8 oranında daha yüksek kül içeriğine ve kraft lignine kıyasla daha yüksek moleküler ağırlığa sahiptir. Yüksek kül içeriği doğrudan FR olarak değerlendirilmemelidir ancak

kömürleşmeyi artırarak gaz çıkışını azaltabilmektedir. Lignin üç temel birimden (H, G, S) oluşur ve fenolik hidroksil, metoksil, karboksil gibi fonksiyonel gruplara sahiptir. Termal bozunma süreci üç aşamalıdır: düşük sıcaklıklarda uçucu ürünlerin kaybı, orta sıcaklıklarda aromatik yapıların parçalanması ve yüksek sıcaklıklarda (~750 °C) yoğun aromatik halka kondensasyonu ile %40'a varan kömürleşmiş kalıntı oluşumu. Ayrıca ligninin camsı geçiş sıcaklığı (T_g), polimerleşme derecesiyle ilişkili olup, DSC veya DMA ile belirlenmektedir. Son yirmi yılda lignin bazlı FR araştırmaları artmış, toksik ve yasaklı halojenli FR'lere alternatif olarak öne çıkmıştır. Lignin esaslı FR'ler dört formda kullanılabilir: saf lignin, lignin kompozitleri, kimyasal olarak modifiye edilmiş lignin ve nanolignin. Bu çalışmalar, ligninin biyobazlı, düşük maliyetli ve sürdürülebilir bir FR kaynağı olarak kullanımını desteklemektedir (Solihat ve diğ., 2022).



Şekil 1.1: Adler'in yapısal lignin modeli (Calvo-Flores ve Dobado, 2010)

Polat (2024), yüksek lisans tez çalışmasında lignin'in kullanım alanlarını 8 başlıkta toplamıştır.

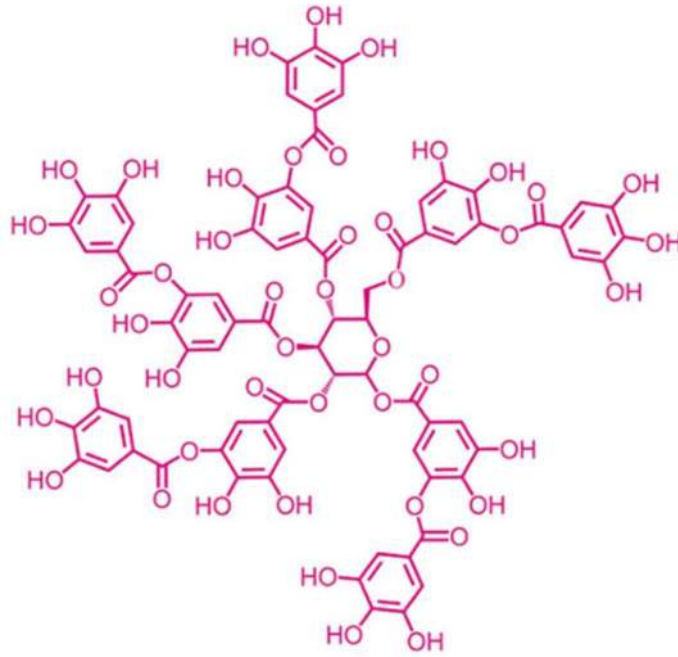
1. Enerji ve yakıt sektörü
2. Kağıt ve selüloz
3. Kimya endüstrisi
4. Çevre teknolojileri ve su arıtımı
5. Tarım ve toprak

6. Malzeme ve polimer endüstrisi
7. Biyoteknoloji ve tıp
8. Elektronik (süperkapasitör ve batarya), nanotejnoloji (nano-lignin parçacıkları)

1.2.6 Tannik asit yapısı, özellikleri ve kullanım yerleri

Tanenler, bin yıldır bilinen (M.Ö. 1500'den beri Akdeniz'de), tabaklamadan tıbbi kullanımlara ve gıda endüstrisindeki kullanımlara kadar geniş bir yelpazede kullanılan bileşiklerdir. Tarihsel olarak, tanen içeren bitkiler hem batı hem de doğu kültürleri tarafından çeşitli rahatsızlıkların tedavisinde geleneksel tıp olarak kullanılmıştır. Dünyanın en yaygın bulunan doğal bileşiklerinden biri olan tannik asit, bitkilerde bulunan doğal bir polifenolik bileşiktir ve özellikle fenolik hidroksil gruplarının yüksek yoğunluğu nedeniyle hem kimyasal hem de biyolojik açıdan oldukça önemli bir moleküldür. Genellikle meşe, kestane, sumak, mangrov ve çam gibi bitki türlerinin kabuklarında, yapraklarında veya meyvelerinde bulunur. Suda çözünebilen, sarıdan açık kahverengiye kadar değişebilen amorf bir toz formundadır ve belirgin buruk tadıyla tanınır (Sarıçetin, 2024). Tannik asidin yapısal olarak en yaygın bilinen formu, $C_{76}H_{52}O_{46}$ gibi yüksek moleküler ağırlıklı bir ampirik formül ile temsil edilir. Molekül, bir glukoz çekirdeği üzerine bağlanmış 10 adet gallik asit grubundan oluşur. Her bir glukoz molekülü, beş hidroksil grubu üzerinden digalik asit molekülleriyle ester bağları yoluyla bağlanmıştır ve böylece tannik asidin polifenolik üç boyutlu yapısı ortaya çıkar. Tannik asidin yapısı ilk olarak 19. yüzyılda incelenmiş olup, moleküler detayları ilerleyen yıllarda çeşitli spektroskopik ve kromatografik analizlerle aydınlatılmıştır. Ancak polidisperse (farklı büyüklükte moleküller içeren) yapısı ve doğal kaynaklı değişkenliği nedeniyle, tam olarak tek ve sabit bir moleküler formdan bahsetmek zordur. Bu yönüyle tanik asit, doğal bir polimer benzeri davranış sergiler ve yapısı büyük ölçüde elde edildiği bitki türüne ve ekstraksiyon koşullarına bağlı olarak değişebilir (Aydın ve diğ, 2006). Tannik asidin fiziksel ve kimyasal özellikleri, onun çok geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılmasına olanak tanımaktadır. Suda oldukça iyi çözünür (1 gram tanik asit 0.35 mL suda çözünür), ayrıca alkol, aseton ve sıcak gliserin içinde de çözünür; fakat eter ve kloroform gibi organik çözücülerde çözünmez. Bozunma sıcaklığı 210–215 °C aralığında olup, ısıya karşı nispeten stabildir.

Tannik asit, tıpkı lignin gibi çok yönlü bir doğal bileşik olarak hem akademik hem de endüstriyel alanda yoğun ilgi görmektedir. Biyolojik olarak yapılarındaki fenolik hidroksil grubu sayesinde çoğu bakteri için öldürücü değil, engelleyici(inhibitör) etki gösterir ve literatürde, antioksidan, antibakteriyel, antifungal, antikanser ve antiinflamatuvar özellikleri ile öne çıkar (Yan ve diğ, 2020). Bu sayede biyotıp, farmasötik formülasyonlar, biyomalzeme mühendisliği, gıda teknolojisi ve çevre mühendisliği gibi birçok disiplinde etkin olarak kullanılmaktadır. Ayrıca yanık tedavisi, nörodejeneratif hastalıkların önlenmesi, ilaç taşıyıcı nanoparçacıkların kaplanması, biyoyumlu hidrojel ve film tasarımı gibi ileri biyomedikal uygulamalarda katkı maddesi veya aktif ajan olarak değerlendirilmektedir (Sarıçetin, 2024).



Şekil 1.2: Tannik asit molekül yapısı (Yan ve diğ, 2020)

1.3 Fonksiyonel Tekstillerde Kalıcılığın Sağlanması

1.3.1 Kalıcılık sağlama yöntemleri ve kullanılan kimyasallar

Fonksiyonel tekstil kaplamalarının etkinliğinin uzun süre korunması, tekstilin sürdürülebilir kullanımı ve son kullanıcı'nın memnuniyeti açısından kritik bir öneme sahiptir. Leke tutmazlık, su iticilik, koku önleyicilik ve UV koruyuculuk gibi yüzey özelliklerinin kalıcılığı, tekstil ürünlerinin yıkama, sürtünme, ışık altında

dayanımı ve kimyasal etkilere karşı dayanıklı olmasını sağlamaktadır. Bu dayanıklılığın sağlanması ise yüzey modifikasyonu, uygun kimyasal bağlayıcıların kullanımı ve doğru kaplama teknolojilerinin doğru kombinasyonu mümkün kılmaktadır. Fonksiyonel kaplamaların tekstil liflerine güçlü şekilde bağlanabilmesi için çapraz bağlayıcı ajanlar ve polimerik bağlayıcılar kullanılır. Geleneksel bağlayıcılar arasında melamin-formaldehit, epoksi reçineler, ve poliakrilat dispersiyonları yer alırken, sürdürülebilirlik odaklı biyo-bazlı alternatiflerin geliştirilmesi ise son yıllarda ön plandadır. Bu yaklaşım ile son yıllarda sitrik asit, tannik asit, polikarboksilik asitler ve lignosülfonat gibi doğal ajanlar yaygın olarak araştırılmıştır. Ayrıca, güncel literatürde yer alan genipin (Gardenia bitkisinden elde edilen doğal çapraz bağlayıcı), maleik asit, maleik anhidrit (bitkisel türevli asitler) ve guar zımkı enzimi de biyo bazlı alternatiflerdendir. Biyo bazlı çapraz bağlayıcılar, selülozik veya protein bazlı tekstil lifleriyle esterleşme, amidleşme veya hidrojen bağları oluşturarak kaplamanın yüzeyde daha güçlü tutulmasına ve uzun süreli olarak fonksiyonlarının korunmasında yardımcı olmaktadır. (Charbonnet ve diğ., 2013; Pennanen, 2017; Orasugh ve diğ., 2025).

1.3.2 Kalıcılığın test edilmesi

Fonksiyonel tekstil kaplamalarının kalıcılığı, uluslararası test standartları ve laboratuvar simülasyonları kullanılarak değerlendirilmektedir. ISO 105-C06 standardı, kaplamanın yıkama haslığını belirlemek için en yaygın kullanılan yöntemlerden biridir. ISO 105-X12 ise sürtünme haslığını ölçerek, kaplamanın günlük kullanımdaki aşınmaya karşı dayanıklılığını ortaya koyar. AATCC TM61 ve AATCC TM124, çamaşır makinesi koşullarını taklit eden hızlandırılmış yıkama testleridir (Orasugh ve diğ., 2025). Ek olarak, FTIR spektroskopisi kaplamanın kimyasal bağlanma durumunu, SEM ve TEM analizleri ise kaplamanın yüzey morfolojisini yıkama öncesi ve sonrası gözlemler (Pennanen, 2017). AATC 22- Sprey Testi, su temas açısı ölçümü ve antimikrobiyal aktivite testleri de fonksiyonların korunup korunmadığını gösterir. Son olarak, ISO 105-B02 ve AATCC TM16 gibi hızlandırılmış ışık ve yaşlandırma testleri, özellikle UV koruyucu kaplamaların uzun ömürlülüğünü simüle eder ve performans kaybını kantitatif şekilde belirler (Charbonnet ve diğ., 2013).

2. LİTERATÜR

Günümüzde fonksiyonel tekstiller; su iticilik, leke tutmazlık, koku önleyicilik ve UV koruyuculuk gibi gelişmiş yüzey özellikleri sayesinde kullanıcılara yüksek performans, uzun ömür ve sürdürülebilirlik sağlamaktadır (Tatlı, 2020). Ancak bu özelliklerin tekstil yüzeyinde kalıcı olarak muhafaza edilebilmesi, kaplama formülasyonunda kullanılan bağlayıcı ajanların etkinliği ve uygulama parametrelerinin optimizasyonuna bağlıdır (Charbonnet ve diğ., 2013; Pennanen, 2017). Bu bağlamda, son yıllarda fosil yakıt türevli polimerik bağlayıcılar yerine, çevre dostu biyoesaslı çapraz bağlayıcı ajanlar ön plana çıkmıştır. Sodyum lignosülfonat ve tannik asit, lignoselülozik biyokütle ve bitkisel kaynaklardan elde edilen doğal polimerlerdir ve kaplama reçetelerinde hem kimyasal bağlayıcı hem de performans artırıcı katkı maddesi olarak etkin biçimde kullanılmaktadır (Orasugh ve diğ., 2025). Bu ajanlar, tekstil yüzeyinde esterleşme ve hidrojen bağı mekanizmalarıyla güçlü bir bağlanma sağlar. Alternatif biyo-bazlı çapraz bağlayıcılar arasında sitrik asit, polikarboksilik asitler, genipin, maleik asit, maleik anhidrit, fumarik asit, transglutaminaz enzimi ve guar zımkı da sayılabilir (Charbonnet ve diğ., 2013; Orasugh ve diğ., 2025). Literatür araştırmaları sonrası, lignin'in sülfonasyon ürünü olan lignosülfonatlar, suda çözünürlükleri, daha yüksek kül içeriği ve farklı moleküler ağırlık profilleri sayesinde, alev geciktirici uygulamalarda ligninin bir türevi olarak öne çıkmaktadır. Lignosülfonatlar %4–8 oranında daha yüksek kül içeriğine sahip olup, bu özellik doğrudan bir alev geciktirici mekanizma olarak değerlendirilmese de, kömürleşmeyi artırarak gaz çıkışını azaltabilmektedir (Li ve diğ., 2020). Ayrıca literatürde lignin türevlerinden bir bağlayıcı olan kraft lignine kıyasla daha yüksek moleküler ağırlık göstermeleri, matris içerisinde farklı etkileşimler sağlayarak termal bozunma davranışını etkileyebilmektedir. Bu bağlamda, lignosülfonatlar hem ligninin fenolik yapısından kaynaklanan kömürleşme kapasitesini hem de yapısal özelliklerinden ileri gelen avantajlarını bir araya getirerek, biyobazlı alev geciktirici sistemlerde dikkate değer bir seçenek olarak öne çıkmaktadır (Solihat ve diğ., 2022).

Fonksiyonel kaplamaların kalıcılığı, özellikle tekstil ürünlerinin yıkama ve aşınmaya karşı dayanıklılığını belirleyen temel bir parametredir. Bu bağlamda; spektrofotometrik renk değişimi, temas açısı ölçümleri, FTIR, SEM, TGA, DSC analizleri ve AATCC/ISO yıkama testleri en yaygın kullanılan karakterizasyon teknikleridir (Pennanen, 2017). Hızlandırılmış yaşlandırma testleri de (ISO 105-B02, AATCC TM16) kaplamanın UV stabilitesini ve uzun vadeli dayanımını simüle eder.

Ek olarak, hazır giyime yönelik kumaşlar için yanma davranışına karşı yapılan test metodları, ASTM D1230 (en yaygın kullanılan testtir.), 16 CFR Part 1610 (Amerika’da federal ticaret komisyonu tarafından zorunludur.), ISO 6940 (Tüketici giysilerinde kullanılan ön test metodlarından biridir.), ISO 6941 (STM D1230’a benzer şekilde hazır giyim kumaşlarında tercih edilir).

Tez çalışmasında, sodyum lignosülfonat ve tannik asit, biyoesaslı çapraz bağlayıcı olarak 8 farklı oranda reçete hazırlanmış, 3 farklı örme kumaş içeriği üzerine fular (padding) yöntemiyle uygulanmıştır. Kaplamaların kalıcılığı, AATCC 135 standardına uygun 10 yıkama döngüsü sonrası renk farkı ölçümleri ve FTIR analizleriyle, ve ayrıca yanma dayanımı detaylı şekilde değerlendirilmiştir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Materyal

3.1.1 Kumaş

Tez çalışmasında kullanılan kumaş türleri, % 100 pamuk, %50 pamuk %50 polyester ve %100 polyester süprem olarak Yeşim Grup (Bursa) firmasında geliştirilmiştir. Kumaşın teknik bilgileri Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Çizelge 3.1: Kumaş yapısı parametreleri.

Kumaş Numarası	Kumaş Yapısı	Kumaş İçeriği	Örgü Makinesi İğne İnceliği	Nihai Kumaş Eni (cm)	Nihai Kumaş Gramajı (gr)	Kumaş rengi
1	Süprem	16/1 %100 Pamuk	22	170	202	Kasar (PFD)
2	Süprem	16/1 %50/%50 Pamuk/Recycle Polyester	22	156	212	Kasar (PFD)
3	Süprem	75/72*2 %100 Recycle Polyester	22	180	202	Kasar (PFD)

3.1.2 Kimyasallar

3.1.2.1 Sodyum lignosülfonat

Tez çalışmasında kullanılan sodyum lignosülfonatın (Şekil 3.1), Pars Kimya’dan satın alınmış olup, mol kütlesi 500-2000g/mol, kimyasal formülü $C_{10}H_{12}Na_2O_8S_2$ ’dir. Ürünün rengi koyu sarı-hardal renkte olup suda çözünür niteliktedir.



Şekil 3.1: Sodyum Lignosülfonat.

3.1.2.2 Tannik asit

Tez çalışmasında kullanılan tannik asit (Şekil 3.2), Sigma Aldrich firmasından alınmış olup Millipore markadır. Kütle yoğunluğu 220 kg/m³ olup katı formda ve bej rengindedir. Malzeme çözünür niteliktedir.



Şekil 3.2: Tannik Asit.

3.1.3 Sodyum lignosülfonat ve tannik asit özellikleri

Biyo bazlı, multifonksiyonel örme kumaş geliştirilmesi ve lignin esaslı kaplama materyali'nin örme kumaş üzerinde kalıcılığının araştırılması için hazırlanan pat çözeltileri'nde, çizelge 3.2'de yer alan kimyasallar sodyum lignosülfonat ve tannik asit kullanılmıştır.

Çizelge 3.2 Sodyum lignosülfonat ve tannik asit özellikleri.

Kimyasal Madde	Özellik
Sodyum Lignosülfonat	Tamamen suda çözünür sarı-kahverengi toz malzeme
Tannik Asit	Tamamen suda çözünür bej renkli toz malzeme

3.2 Yöntem

3.2.1 Deney planı

Deney planında, öncelikli olarak tannik asit ve sodyum lignosülfonat'ın kumaş yüzeyinde çapraz bağlayıcı bir ajan olarak kullanımının araştırılması yapılmıştır. Öncelikle sodyum lignosülfonat ve tannik asit karıştırılarak kumaş yüzeyine kaplanması planlanmış, kaplama sonrası kalıcılığı testlerle analiz edilip en uygun reçete belirlenmesi planlanmıştır.

Bu doğrultuda literatür araştırmaları sonrası sodyum lignosülfonat ve tannik asit içeren 8 farklı reçete belirlenmiş ve çizelge 3.3'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.3: Sodyum lignosülfonat ve tannik asit reçete oranları

Deney no	Lignosülfonat (%)	Tannik asit (%)
1	0,5	1
2	1	1
3	0,5	2,5
4	10	0
5	0	10
6	30	0
7	0	30
8	10	10

3.2.2 Çözelti hazırlama

1 nolu deneysel çalışma planında, %0,5 sodyum lignosülfonat ile %1 tannik asit kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde oda sıcaklığında hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem %100 pamuk, 2 nolu süprem %50/50 pamuk/polyester, 3 nolu süprem %100 polyester kumaş içerikleri kullanılmıştır.

Her bir kumaş içeriğinden 3 er kopya olacak şekilde deneysel çalışma planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %1 tannik asit 5 gr ve %0,5 sodyum lignosülfonat 2,5 gr hassas terazide tartılmış, 250 ml'lik beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile 250 ml'ye tamamlanarak ayrı ayrı karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi için Laborteks MS300HS marka laboratuvar türü ısıtıcı cihaz kullanılmış ve 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 30 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi için karıştırıcı kullanılmış ve çözeltinin homojen dağılımı sağlanmıştır (Şekil 3.3). Karıştırma işlemi esnasında sodyum lignosülfonat'ın rengi koyu kahverengi, tannik asit'in rengi ise açık bej olarak gözlemlenmiştir.



Şekil 3.3: Sodyum lignosülfonat (sol) ve Tannik asit (sağ) çözeltisi.

Karıştırma işlemi gerçekleşirken, tannik asit'in pH değeri 3,43-3,45 aralığında ölçülmüş, sodyum lignosülfonat'ın pH 10,22-10,20 aralığında ölçülmüştür. 50 °C'de 30 dk'lık karıştırma sonrası tannik asit ve sodyum lignosülfonat 500 ml'lik beher kap içerisinde birleştirilmiş ve birleşme sonrası karışımın pH değeri 6,14 – 6,07 aralığında ölçülmüştür. Yapmış olduğumuz literatür araştırmaları sonrasında ideal Ph değerini 5,5 olarak belirlemiş ve karışım içerisine 10 gr sitrik asit ekleyerek pH değerini 5,5 ile sabitletlenmiştir. (Ro Osawa ve arkadaşları, 1993). Karışım, 20 dk süre ile karışmaya devam etmiş, sonrasında uygulama için soğumaya bırakılmıştır (Şekil 3.3).



Şekil 3.4: Sodyum lignosülfonat ve tannik asit karışım çözeltisi.

2 nolu deneysel çalışma planında, %1 sodyum lignosülfonat ile %1 tannik asit kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk, 2 nolu süprem %50/50 pamuk/polyester, 3 nolu süprem %100 polyester kumaş içerikleri kullanılmıştır. Her bir kumaş içeriğinden 3 er kopya olacak şekilde deneysel çalışma planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %1'den tannik asit 5 gr ve %1 sodyum lignosülfonat 5 gr hassas terazide tartılmış, 250 ml'lik beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile 250 ml'ye tamamlanarak ayrı ayrı karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi için laborteks MS300HS marka laboratuvar türü ısıtıcı cihaz kullanılmış ve 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 30 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi için karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır (Şekil 3.5). Karıştırma işlemi esnasında sodyum lignosülfonat'ın rengi koyu kahverengi, tannik asit'in rengi ise açık bej olarak gözlemlenmiştir.



Şekil 3.5: Sodyum lignosülfonat (%1 Sol) ve tannik asit (%1 Sağ) çözeltileri.

Karıştırma işlemi gerçekleşirken, tannik asit'in pH değeri 3,23 ölçülmüş, sodyum lignosülfonat'ın pH değeri ise 10,10 ölçülmüştür. 50 °C'de 30 dk'lık karıştırma sonrası tannik asit ve sodyum lignosülfonat 500 ml'lik beher kap içerisinde birleştirilmiş ve birleşme sonrası karışımın pH değeri 8,05 ölçülmüştür. Karışım içerisine 2 gr sitrik asit ekleyerek pH değerinin 5,5 olması beklenmiş ancak pH değerinin 3 seviyelerine düştüğü gözlemlendikten sonra soda ekleyerek pH 5,5 seviyelerine çıkarılmıştır. Karışım, 20 dk süre ile karışmaya devam etmiş, sonrasında uygulama için soğumaya bırakılmıştır.

3 nolu deneysel çalışma planında, %0,5 sodyum lignosülfonat ile %2,5 tannik asit kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk, 2 nolu süprem %50/50 pamuk/polyester, 3 nolu süprem %100 polyester kumaş içerikleri kullanılmıştır.

Her bir kumaş içeriğinden 3 er kopya olacak şekilde deneysel çalışma planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %2,5 tannik asit 12,5 gr ve %0,5 sodyum lignosülfonat 2,5 gr hassas terazide tartılmış, 250 ml'lik beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile 250 ml'ye tamamlanarak ayrı ayrı karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 20 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında, 1 ve 2 nolu deneylerde gözlemlendiği üzere sodyum lignosülfonat'ın rengi koyu kahverengi, tannik asit'in rengi ise açık bej olarak gözlemlenmiştir.

Karıştırma işlemi gerçekleşirken, tannik asit'in pH değeri 3,03 ölçülmüş, sodyum lignosülfonat'ın pH değeri ise 10,16 ölçülmüştür. 50 °C'de 20 dk'lık karıştırma sonrası tannik asit ve sodyum lignosülfonat 500 ml'lik beher kap içerisinde birleştirilmiş ve birleşme sonrası karışımın pH değeri 5,19 ölçülmüştür. Karışım halde bulunan sodyum lignosülfonat ve tannik asit, 20 dk süresince karışmaya devam etmiş ve 20 dk sonrasında karışımın pH değeri 5,08 olarak ölçülmüştür. Karışım 5 ile 5,5 pH değeri arasında olduğu için tekrar ph ayarlama ihtiyacı duyulmamıştır.

4 nolu deneysel çalışma planında , %10 sodyum lignosülfonat kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 250 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk içerikli kumaş kullanılmıştır.

%100 pamuk 1 nolu süprem kumaş içeriğinden 10 kopya olacak şekilde deney planı hazırlanmıştır. 250 ml beher kap için %10 sodyum lignosülfonat 25 gr hassas terazide tartılmış, 250 ml beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile tamamlanarak karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 20 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında, 1 ve 2 nolu deneylerde gözlemlendiği üzere sodyum lignosülfonatın rengi koyu kahverengi olarak

gözlemlenmiştir. %10'luk sodyum lignosülfonat çözeltisinin Ph değeri 10.2 ölçülmüştür.

5 nolu deneysel çalışma planında, %10 tannik asit kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 250 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk içerikli kumaş kullanılmıştır.

%100 pamuk 1 nolu süprem kumaş içeriğinden 10 kopya olacak şekilde deney planı hazırlanmıştır. 250 ml beher kap için %10 tannik asit 25 gr hassas terazide tartılmış, 250 ml beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile tamamlanarak karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 20 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında, 1 ve 2 nolu deneylerde gözlemlendiği üzere tannik asitin rengi açık bej olarak gözlemlenmiştir. %10'luk tannik asit çözeltisinin pH değeri 3.5 ölçülmüştür.

6 nolu deneysel çalışma planında, %30 sodyum lignosülfonat kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk içerikli kumaş kullanılmıştır.

%100 pamuk 1 nolu süprem kumaş içeriğinden 10 kopya A4 boyutunda kumaşa ek olarak yarım mt genişliğinde 170 cm tam en olacak şekilde deney planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %10 sodyum lignosülfonat 50 gr hassas terazide tartılmış, 500 ml beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile tamamlanarak karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 20 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında, 1 ve 2 nolu deneylerde gözlemlendiği üzere tannik asit'in rengi açık bej olarak gözlemlenmiştir.

7 nolu deneysel çalışma planında, %30 tannik asit kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk içerikli kumaş kullanılmıştır. %100 pamuk 1 nolu süprem kumaş içeriğinden 10 kopya A4 boyutunda kumaşa ek olarak yarım metre genişliğinde 170 cm tam en olacak şekilde deney planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %10 tannik asit 50 gr hassas terazide

tartılmış, 500 ml beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile tamamlanarak karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 20 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Karıştırma işlemi sırasında karıştırıcı kullanılmış ve çözelti'nin homojen dağılımı sağlanmıştır. Karıştırma işlemi esnasında, 1 ve 2 nolu deneylerde gözlemlendiği üzere tannik asit'in rengi açık bej olarak gözlemlenmiştir.

8 nolu deneysel çalışma planında, %10 tannik asit ve %10 sodyum lignosülfonat kullanılmıştır. Deneysel çalışma, 500 ml'lik beher kap içerisinde hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada çizelge 3.1 de yer alan ve kasar prosesi (PFD) olarak hazırlanmış, 1 nolu süprem % 100 pamuk içerikli kumaş kullanılmıştır.

%100 pamuk 1 nolu süprem kumaş içeriğinden 10 kopya A4 boyutunda kumaşa ek olarak yarım mt genişliğinde 170 cm tam en olacak şekilde deney planı hazırlanmıştır. 500 ml beher kap için %10 tannik asit 50 gr ve %10 sodyum lignosülfonat 50 gr hassas terazide tartılmış, 500 ml beher kaplar içerisinde üzeri distile edilmiş su ile tamamlanarak karıştırmaya hazırlanmıştır. Karıştırma işlemi 50 °C'de 30 rpm dönüş hızında 30 dk süre ile çözünmesi izlenmiştir. Çözelti'nin çökme yapmaması için sürekli olarak karıştırma işlemi devam ancak karıştırma işlemi esnasında şekil 3.6'da görüldüğü üzere çözelti içerisinde çökme gözlemlenmiştir.



Şekil 3.6: %10 Sodyum lignosülfonat ve %10 tannik asit çözeltisi

3.2.3 Uygulama (Padding)

3.2.3.1 Uygulama şartları

Uygulama işlemi belirlenirken, üretim proses şartları göz önünde bulundurularak, her bir kumaşın kuru ve yaş ağırlık ölçümü ile pick up değerlerinin ortalaması alınmış, fular basıncı 3,5 bar olarak belirlenmiştir. Kurutma şartları, üretim prosesi göz önünde bulundurularak, 140 °C’de 3 dk olarak belirlenmiş ancak yapılan ilk kurutma işlemi sonrası sıcaklığı 130 °C’ ye düşürme kararı alınmıştır. Kumaşların Pick up hesaplaması için, her bir kumaş içeriği için 3 uygulama yapılmış olup yaş ve kuru ağırlık ortalaması ayrı ayrı alınmış olup, Şekil 3.7’da yer alan formül ile hesaplanmıştır.

Deney uygulamaları, Rapid marka P-B1 model mini fular(Şekil 3.8 a) ve Rapid marka H-TS-3 model mini ram (Şekil 3.8 b) ile gerçekleştirilmiştir.

$$\text{Pick up (\%)} = \left(\frac{\text{Yaş Ağırlık} - \text{Kuru Ağırlık}}{\text{Kuru Ağırlık}} \right) \times 100$$

Şekil 3.7: Pick up(%) hesaplama yöntemi.

3.2.3.2 Çözelti uygulamaları

1 nolu reçete’ye ait fular ve kurutma uygulaması yapılırken, her bir kumaş tipi’ne ait 3 adet kumaş seçilmiş ve pick up hesabı için önce kuru ağırlıkları tartılmıştır. Uygulama, rapid marka PB-1 model laboratuvar tipi fular makinesinde yapılmış olup, ardından yaş ağırlıkları ölçülmüş ve pick up değerleri belirlenmiştir.

Uygulama esnasında fular makinesinin sağ ve sol fular basınçları kontrol edilmiş ve üretim şartları fular uygulaması göz önüne alınarak 3,5 bar olacak şekilde ayarlanmıştır.



(a)



(b)

Şekil 3.8: Laboratuvar tipi mini fular makinesi (a) ve laboratuvar tipi mini ram makinesi (b).

Kumaşlar, uygulama rapid marka H-TS-3 model mini ram makinesinde önceden ayarlanmış 140 °C’de 3 dk boyunca kurumaya bırakılmıştır (Şekil 3.9).



(C)



(D)

Şekil 3.3: Kurutma öncesi (C) ve kurutma sonrası (D) %50/50 pamuk/ polyester kumaş görüntüsü.

Çizelge 3.4: 1 Nolu Reçetenin Farklı Kumaşlara 3 Tekrar Uygulaması Sonrası ortalama Ağırlık ve Pick-up Değerleri.

Kumaş tipi	Numune no	Kuru ağırlık(g)	Yaş ağırlık(g)	Pick up (Bar)
16/1 %100 pamuk süprem	1	13,99	27,44	%96
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	1	15,57	28,83	%85
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	1	14,25	28,85	%102

Çizelge 3.5: 1 Nolu reçete'ye ait Pick up, fular basıncı ve kurutma sıcaklığı değerleri.

Kumaş tipi	Pick up (%)	Fular basıncı (Bar)	Kurutma sıcaklığı (°C)
16/1 %100 pamuk süprem	96	3,5	140
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	85	3,5	140
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	102	3,5	140

2 nolu reçete'ye ait fular ve kurutma uygulaması yapılırken, her bir kumaş tipi'ne ait 3 adet kumaş seçilmiş ve pick up hesabı için önce kuru ağırlıkları tartılmıştır. Uygulama için 1 nolu reçete uygulamasında kullanılan fular ve mini ram kullanılmıştır. uygulama sonrası kumaşların yaş ağırlıkları ölçülüp, pick up değerleri belirlenmiştir. Uygulama esnasında fular makinesinin sağ ve sol fular basınçları kontrol edilmiş ve üretim şartları fular uygulaması göz önüne alınarak 3,5 bar olacak şekilde ayarlanmıştır. Uygulama sonrası mini ram makinesinde önceden ayarlanmış 130 °C'de 3 dk boyunca kurumaya bırakılmıştır. 1 nolu deneysel çalışma için belirlenmiş olan 140 C sıcaklık 3 dk kurutma süresi sonrası kumaşların fazla kurumuş olduğu gözlemlenmiş ve 2 nolu deneysel çalışma için 130 C kurutma sıcaklığı belirlenmiştir.

Çizelge 3.6: 2 Nolu Reçetenin Farklı Kumaşlara 3 Tekrar Uygulaması Sonrası ortalama Ağırlık ve Pick-up Değerleri.

Kumaş tipi	Numune no	Kuru ağırlık(g)	Yaş ağırlık(g)	Pick up(Bar)
16/1 %100 pamuk süprem	2	14,58	26,98	%85
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	2	15,85	28,52	%80
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	2	14,72	30,35	%106

Çizelge 3.7: 2 Nolu reçete'ye ait Pick up, fular basıncı ve kurutma sıcaklığı değerleri.

Kumaş tipi	Pick up (%)	Fular basıncı (Bar)	Kurutma sıcaklığı (°C)
16/1 %100 pamuk süprem	85	3,5	130
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	80	3,5	130
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	106	3,5	130

3 nolu reçete'ye ait fular ve kurutma uygulaması yapılırken, her bir kumaş tipi'ne ait 3 adet kumaş seçilmiş ve pick up hesabı için önce kuru ağırlıkları tartılmıştır. Uygulama için 1 nolu reçete uygulamasında kullanılan fular ve mini ram kullanılmıştır. uygulama sonrası kumaşların yaş ağırlıkları ölçülüp, pick up değerleri belirlenmiştir. Uygulama esnasında fular makinesinin sağ ve sol fular basınçları kontrol edilmiş ve üretim şartları fular uygulaması göz önüne alınarak 3,5 bar olacak şekilde ayarlanmıştır. Uygulama sonrası mini ram makinesinde önceden ayarlanmış 130 °C'de 3 dk boyunca kurumaya bırakılmıştır. 1 nolu deneysel çalışma için belirlenmiş olan 140 °C sıcaklık 3 dk kurutma süresi sonrası kumaşların fazla kurumuş olduğu gözlemlenmiş ve 3 nolu deneysel çalışma için 130 °C kurutma sıcaklığı belirlenmiştir.

Çizelge 3.8: 3 Nolu Reçetenin Farklı Kumaşlara 3 Tekrar Uygulaması Sonrası ortalama Ağırlık ve Pick-up Değerleri.

Kumaş tipi	Numune no	Kuru ağırlık(g)	Yaş ağırlık(g)	Pick up(Bar)
16/1 %100 pamuk süprem	3	14,53	27,02	%86
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	3	16,18	29,09	%80
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	3	14,21	28,47	%100

Çizelge 3.9: 3 Nolu reçete'ye ait Pick up, fular basıncı ve kurutma sıcaklığı değerleri.

Kumaş tipi	Pick up (%)	Fular basıncı (Bar)	Kurutma sıcaklığı (°C)
16/1 %100 pamuk süprem	86	3,5	130
16/1 %50/50 pamuk/recycle polyester süprem	80	3,5	130
75/72*2 %100 recycle polyester süprem	100	3,5	130

4 nolu %10 sodyum lignosülfonat reçetesi'ne ait fular ve kurutma uygulaması yapılırken, %100 pamuk kumaş'a ait 10 adet kumaş seçilmiş ve pick up hesabı için önce kuru ağırlıkları tartılmıştır. Uygulama için 1 nolu reçete uygulamasında kullanılan fular ve mini ram kullanılmıştır. uygulama sonrası kumaşların yaş ağırlıkları ölçülüp, pick up değerleri belirlenmiştir. Uygulama esnasında fular makinesinin sağ ve sol fular basınçları kontrol edilmiş ve üretim şartları fular uygulaması göz önüne alınarak 3,5 bar olacak şekilde ayarlanmıştır. 4 nolu deneysel çalışma için 130 °C kurutma sıcaklığı belirlenmiştir. %100 pamuk süprem kumaşa ait pick up değeri 88 olarak ölçülmüştür ve çözelti uygulaması tek fular- ile yapılmıştır.

5 nolu %10 tannik asit reçetesi'ne ait fular ve kurutma şartları 4 nolu reçete ile aynıdır. %100 pamuk kumaş'a ait pick up değeri 105 olarak ölçülmüştür.

6 nolu %30 sodyum lignosülfonat reçetesi'ne ait fular ve kurutma şartları 3.5 bar basınç ve 130 °C kurutmadır. %100 pamuk kumaş'a ait pick up değeri 120 olarak ölçülmüştür.

7 nolu %30 tannik asit reçetesi ile 8 nolu %10 sodyum lignosülfonat ve %10 tannik asit reçetesi fular ve kurutma şartları 3,5 bar basınç ve 130 °C kurutmadır.

8 nolu %10 sodyum lignosülfonat ve %10 tannik asit reçetesinde fular ve kurutma şartları 3,5 bar basınç ile 130 °C kurutmadır. Karışım olan 8 nolu çözelti, uygulama yapılırken çökme gerçekleşmiştir. Şekil 3.10'da görüldüğü üzere, tannik asit'in fenolik hidroksil grupları içermesi (pH a bağlı iyonlaşma), Sodyum lignosülfonat'ın ise sülfonat grupları'nın anyonik yapıda olması, negatif yüklü sülfonat grupları ile tannik asidin kısmen protonlanmış hidroksilleri arasında iyonik etkileşim gerçekleştirmiştir. Bu bağlanmalar sonucu ise küçük moleküller birbirine yapışarak büyük kümeler oluşturmuştur. Tannik asit düşük ph ortamında çözünürken, Sodyum lignosülfonat'ın alkali ortamda daha kararlı olması özetle pH dengesizliği'ne yol açmıştır ve miktar artışından dolayı (%10), %1 lik çözelti uygulamalarında karşılaşmadığımız çökme meydana gelmiştir.



Şekil 3.10: %10 sodyum lignosülfonat + %10 tannik asit çözelti uygulaması görüntüsü

Çizelge 3.10: 4, 5, 6, 7, 8 nolu reçetelere ait pick up, fular basıncı ve kurutma sıcaklığı değerleri

Kumaş tipi % 100 pamuk	Pick up (%)	Fular basıncı (Bar)	Kurutma sıcaklığı (°C)
4	88	3,5	130
5	105	3,5	130
6	120	3,5	130
7	98	3,5	130
8	96	3,5	130

3.3 Test ve Analizler

Deneyisel çalışma kapsamında 8 farklı çözelti için aşağıda tanımlanan test metodları uygulanarak, karşılaştırma yapılmıştır.

- Spektrofotometrik renk farkı ölçümü,
- FTIR (Fourier Transform Infrared) spektroskopi analizi,
- Yanmazlık testi (16 CFR 1610 ve ASTM D1230 testlerinden modifiyedir.)
- AATC135 yıkama testi

Her bir test, kasarlı kumaş (orjinal referans), reçete uygulama sonrası test ve 10 yıkama sonrası test üzerinden karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir. Kumaşlar, AATCC135 standardına göre 40 °C yıkama ve 40 dk süren 10 yıkama döngüsüne tabi tutulmuştur. Bu yöntem, ev tipi çamaşır yıkama koşullarının laboratuvar ortamında simülasyonunu sağlayarak kaplamanın yıkama sonrası performansını değerlendirmek amacıyla tercih edilmiştir.

3.3.1 Spektrofotometre renk değişimi ölçümü

Yeşim Grup Bursa bünyesinde bulunan akredite laboratuvarında gerçekleştirilen spektrofotometrik renk analizleri, kumaş yüzeyinde proses ve yıkama gibi işlemlerin neden olduğu renk değişikliklerini nicel olarak değerlendirmek amacıyla yapılmıştır. Bu analizlerde, Datacolor 800 model spektrofotometre cihazı (Şekil 3.11) kullanılmıştır. Ölçümler, %R yansıtma modunda, SCI (Specular Component Included) konumunda ve 400 nm UV ışık filtresi eşliğinde gerçekleştirilmiştir. Cihaz, CIELAB renk uzayında ölçüm yaparak, referans numuneler ile test numuneleri arasındaki renk

farkını CMC (1:c) tolerans modeli üzerinden hesaplamaktadır. Cihazda kullanılan ve Çizelge 3.11’te tanımlanan parametreler, kumaş yüzeyinin üç boyutlu renk uzayında pozisyonunu belirlerken, aradaki farkların hangi yönlerde meydana geldiğini ortaya koymaktadır. Ölçüm sonuçları, özellikle ΔE (CMC) değeri üzerinden değerlendirilmiş olup, bu değer renk farkının insan gözüyle algılanabilirliğini gösterir. Tekstil endüstrisinde genellikle 1,0–2,0 aralığındaki ΔE değerleri kabul edilebilir sınırdadır değerlendirilirken, 2,0 üzerindeki farklar renk sapması olarak kabul edilir.

Çizelge 3.11: Spektrofotometre ölçüm parametreleri.

Parametre	Açıklama
DL*	Luminans farkı (aydınlık-koyuluk farkı). Negatifse kumaş daha koyu, pozitifse daha açık.
Da*	Kırmızı-yeşil eksen farkı. Negatifse daha yeşil, pozitifse daha kırmızı.
Db*	Sarı-mavi eksen farkı. Negatifse daha mavi, pozitifse daha sarı.
DL/ISL*	Renk ışıklılığı farkı (aydınlatılmış ortamda L* farkı gibi düşünülebilir).
DC/cSC*	Renk canlılığı farkı (C* chroma değeri farkı)
DH/SH*	Ton farkı (H* hue farkı)
CMC DE	Toplam renk farkı, CMC toleransına göre hesaplanmış ΔE (renk farkı). Genelde <1 veya <2 olması tercih edilir (müşteri kriterlerine göre değişir)



Şekil 3.11: Datacolor 800 spektrofotometre renk ölçüm cihazı.

3.3.2 FTIR analizi

FTIR (Fourier Transform Infrared) spektroskopi, organik ve inorganik maddelerin kimyasal yapılarını, fonksiyonel gruplarını ve moleküller arası bağlarını belirlemek amacıyla kullanılan güçlü bir karakterizasyon tekniğidir. Bu analiz yöntemi, bir örneğin kızılötesi (IR) bölgesinde ışığı nasıl absorbe ettiğini ölçerek, örnekte bulunan kimyasal bağlara özgü karakteristik titreşimleri ortaya koyar.

FTIR analizinde, numuneye geniş bir IR ışık spektrumu gönderilir. Moleküllerdeki farklı bağlar, belirli frekanslardaki IR ışığını absorbe ederek kendilerine özgü titreşim modlarını sergiler. Bu titreşimler; gerilme, bükülme, burulma gibi hareketlerdir ve bunların her biri spektrumda belirli dalga sayılarında (cm^{-1}) karakteristik pikler oluşturur. Bu sayede her bağ tipi, FTIR spektrumunda ayırt edilebilir bir iz bırakır.

FTIR analizinde elde edilen spektrum, x ekseninde dalga sayısı ($4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ arası), y ekseninde ise absorpsiyon şiddeti ile gösterilir. Bu spektrum, örnekteki kimyasal bağları tanımlamak ve yapısal değişiklikleri izlemek için referans alınmaktadır. Tez çalışmasında, Bursa Teknik Üniversitesi laboratuvarı Merlab bünyesinde bulunan Nicolet İS50 FT-RI tipi FTIR analizi cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.12: FTIR (Fourier Transform Infrared) analizi test cihazı

4. BULGULAR

4.1 Çözelti Uygulaması Spektrofotometre Ölçüm Sonuçları

Spektrofotometre datacolor 800 ölçümleri'nde CMC ΔE değeri, kaplama sonrası kumaş yüzeyinde oluşan renk farkını temsil etmektedir. Bu değerin yıkama sonrasında azalması, kaplamanın kumaş yüzeyinden uzaklaştığını ve etkisinin zayıfladığını gösterir. Bu nedenle, yüzeyde kalan kaplama miktarının tahmini, yıkama sonrası ΔE değerinin, yıkama öncesine oranla ne kadar kaldığına bakılarak hesaplanabilir.

Bu bağlamda Deney 1 için %100 pamuklu kumaşta yıkama öncesi ΔE 25,88 iken, yıkama sonrası bu değer 4,72'ye düşmüş, bu da yaklaşık %18,2 oranında görsel etki kaldığını göstermektedir. Bu oran, kaplama maddesinin büyük oranda kumaş yüzeyinden uzaklaştığını göstermektedir.

Deney 1, deney 2 ve deney 3 nolu çalışmalar için her bir kumaş içeriği birbiri ile kıyaslandığında, Deney 2, %100 pamuk kumaşta en yüksek ΔE farkını yaratmış (37.21), bu da uygulama sonrası en güçlü görsel etkiyi sunduğunu gösterir. Ancak yıkama sonrası değerin 7,53'e düşmesiyle kalıcılık sadece %20 olarak kalmıştır. Deney 1 ve 3 ise benzer şekilde düşük kalıcılık oranları göstermektedir (%18 ve %16). Bu veriler, pamuklu kumaşta tüm formülasyonların yıkama sonrası büyük oranda etkisini kaybettiğini göstermektedir. En iyi kalıcılık bile yalnızca %20 seviyesindedir. Bu durum pamuk liflerinin kaplama malzemesini başlangıçta iyi absorbe ettiğini ancak yıkamada kolayca kaybettiğini gösterir. (çizelge 4.1).

Karışımli kumaşta en yüksek uygulama etkisi yine Deney 2'te gözlenmiştir ($\Delta E = 34,85$), ancak %25 kalıcılık ile yıkama sonrası sınırlı bir etki korunabilmiştir. Deney 1 (%16) ve 3'da (%19) ise kalıcılık daha düşüktür. Bu sonuçlar, karışımli kumaşlarda pamuktan biraz daha yüksek ama hala düşük bir tutunma olduğunu göstermektedir. Polyesterin daha düşük su emici özelliği sayesinde bağlayıcının kısmen daha iyi tutulduğu gözlemlenmiştir (çizelge 4.1).

Polyester kumaşta üç deneyde de pamuk ve pamuk/polyester karışım kumaşa oranla daha yüksek kalıcılık oranları elde edilmiştir (%77–%81). Bu durum, polyesterin hidrofobik yapısı ve düşük su çekme eğilimi nedeniyle, kaplama maddelerinin yüzeyde daha kararlı kalması olarak yorumlanabilir. Deney 3, %81 oranıyla en yüksek kalıcılığı gösterirken, Deney 1 ve 2 de benzer performans göstermiştir. Bu da polyester

yüzeyinde kaplamanın kimyasal olarak bağlanmasa da fiziksel bir film olarak daha kararlı kaldığını göstermektedir (Çizelge 4.1).

Çizelge 4.1: Çözeltilere ait referans pamuk, uygulama sonrası ve 10 yıkama sonrası spektrofotometre CMC DE ölçüm değerleri.

Deney No	Tannik Asit %	Sodyum Lignosülfonat %	Kumaş İçeriği	Uygulama sonrası CMC DE	10 yıkama sonrası CMC DE	CMC DE fark (%)
Ref Pamuk	0	0	%100 pamuk	Ref Pamuk	Ref Pamuk	Ref Pamuk
Ref Pamuk	0	0	%50/50 pamuk/ polyester	Ref Pamuk	Ref Pamuk	Ref Pamuk
Ref Pamuk	0	0	%100 Polyester	Ref Pamuk	Ref Pamuk	Ref Pamuk
1	1	0.5	%100 pamuk	25,88	4,72	%18
1	1	0.5	%50/50 pamuk/ polyester	21,81	3,45	%16
1	1	0.5	%100 Polyester	10,64	8,41	%79
2	1	1	%100 pamuk	37,21	7,53	%20
2	1	1	%50/50 pamuk/ polyester	35,84	8,98	%25
2	1	1	%100 Polyester	11,96	9,2	%77
3	2.5	0.5	%100 Pamuk	31,25	5,15	%16
3	2.5	0.5	%50/50pamuk /polyester	28,23	5,49	%19
3	2.5	0.5	%100 Polyester	9,49	7,68	%81
4	0	%10	%100 pamuk	51,01	26,88	%53
5	%10	0	%100 pamuk	14,2	13,82	%97
6	0	%30	%100 pamuk	56,14	34,38	%61
7	%30	0	%100 pamuk	16,46	13,1	%80
8	%10	%10	%100 pamuk	50,19	31,86	%63

Spektrofotometre renk ölçümleri, deney 4, 5, 6, 7 ve 8 için 10 yıkama öncesi ve sonrası olarak %100 pamuk kumaş için değerlendirilmiştir. %10 ve %30 luk çözeltilerde, sodyum lignosülfonat uygulama sonrası yaklaşık %60 oranında renk

farkı oluşturmuş, Tannik asit ise, %10 ve %30 luk uygulama sonrası açık renkte olduğu için renk ölçümü CMC DE değeri daha düşük iken, yıkama sonrası kalıcılık oranı %80 ve üzeridir. Karışım kumaşta ise lignosülfonat'ın koyu kahverengi renginin etkin olduğunu ancak yıkama sonrası uzaklaştığı için renk farkının azaldığını gözlemliyoruz. Sonuçlar göstermektedir ki, lignosülfonat'ın tek başına renk farkı fazladır dolayısı ile yıkama sonrası kumaş yüzeyinden uzaklaşmıştır. Tannik asitin renk farkı daha azdır, dolayısı ile yıkama sonrası bir miktar kalıcılık gözlemlenmektedir.



Şekil 4.1: Yıkama öncesi ve sonrası uygulama görünümleri

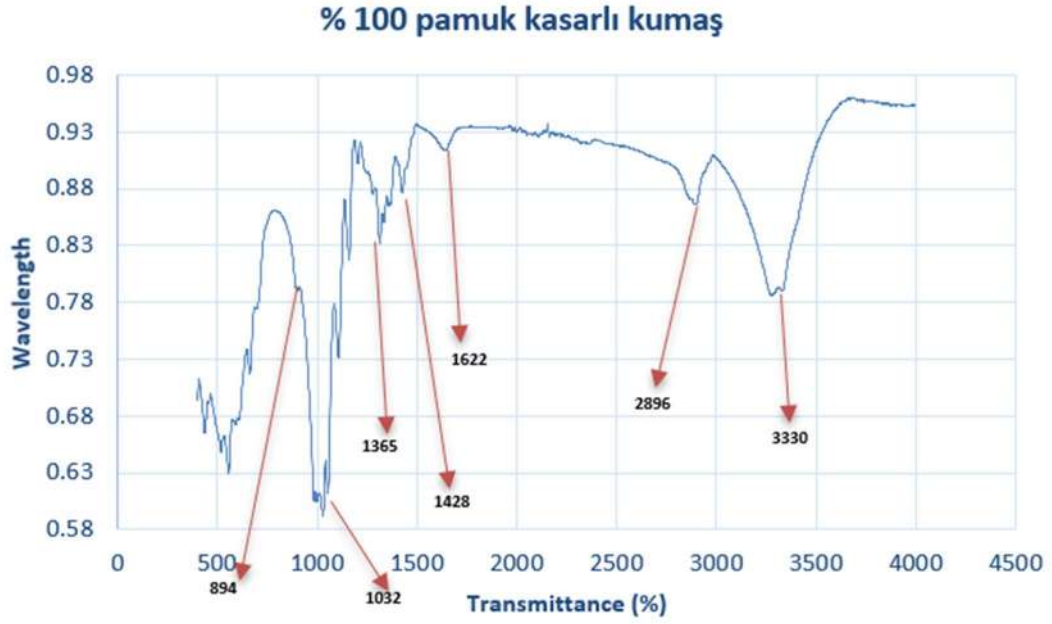
4.2 Çözelti Uygulaması FTIR Analizi Sonuçları

Spectrofotometre sonuçlarının da gösterdiği üzere, %100 pamuklu kumaş üzerinde çözeltiler daha fazla tutunma göstermiştir. Ek olarak deney grubunu sınırlı tutarak, daha detaylı analiz yapılması öngörülmüştür. Bu sebeple %100 pamuklu kumaş grubu FTIR analizi için seçilmiştir. FTIR analizleri, %100 kasarlı kumaş referans alınarak, her bir deneysel çalışma'nın uygulama sonrası ve uygulama sonrası 10 yıkama örnekleri analiz edilmiştir. FTIR analizi tablosunda, öncelikle pamuk elyafına ait grafik pik değerleri belirtilmiş (Şekil 4.2), hemen ardından, 1, 2 ve 3 nolu çözeltilere ait analizler, %100 pamuk kumaş ile karşılaştırılmıştır (Şekil 4.3). 4 ve 8 nolu deneysel çalışmalar, %100 pamuk, %10 lignosülfonat ve 10 yıkama sonrası ile %10/10 tannik asit/lignosülfonat karışımı ve yıkama sonrası (Şekil 4.4) gösterilmiştir. 5 ve 8 nolu deneysel çalışmalar, %100 pamuk, %10 tannik asit ve 10 yıkama sonrası ile %10/10 tannik asit/lignosülfonat karışımı ve yıkama sonrası (Şekil 4.5) gösterilmiştir. 4 ve 6 nolu deneysel çalışmalar, %100 pamuk, %10 lignosülfonat, %30 lignosülfonat ile 10 yıkama sonrası (Şekil 4.6) gösterilmiştir. 5 ve 7 nolu deneysel çalışmalar, %100 pamuk, %10 tannik asit, %30 tannik asit ile 10 yıkama sonrası (Şekil 4.7) gösterilmiştir.

Çizelge 4.2: FTIR analizi tablosu

Deney numarası	Sodyum lignosülfonat(%)	Tannik asit(%)	Uygulama sonrası FTIR	10 Yıkama sonrası FTIR
0	Pamuk	Pamuk	Evet	Hayır
1	0,5	1	Evet	Evet
2	1	1	Evet	Evet
3	0,5	2,5	Evet	Evet
4	10	0	Evet	Evet
5	0	10	Evet	Evet
6	30	0	Evet	Evet
7	0	30	Evet	Evet
8	10	10	Evet	Evet

Pamuk bileşimi yaklaşık: % 90 selüloz, % 6 hemiselüloz, % 4 ekstraktifler, lignin ve mumlar'dan oluşur (Satyanarayana ve diğ, 2007). FTIR Analizi pamuk lifine ait FTIR spektrumunu göstermektedir ve selüloz, lignin ve hemiselülozun karakteristik bantları görülmektedir. 3330 cm^{-1} : Selüloz, lignin ve suya ait hidroksil ($-\text{OH}$) gruplarının karakteristik piki, 2896 cm^{-1} : Selüloz ve hemiselülozda bulunan C-H gerilme titreşimine karşılık gelir. 1622 cm^{-1} : liflerde bulunan suyun varlığıyla ilişkilendirilebilir. 1730 cm^{-1} pikinin olmaması, hemiselüloza özgü karboksil grubunun bulunmadığını gösterir, bu durum pamukta hemiselüloz içeriğinin düşük olduğunu doğrular. Orta ve Düşük Dalgaboylarına Ait Pikler; 1428 cm^{-1} : Selülozda bulunan CH_2 gruplarının simetrik bükülme titreşimi, 1365 cm^{-1} ve 1315 cm^{-1} : Sırasıyla C-H ve C-O bükülme titreşimleri, selüloz polisakkaritlerinin aromatik halkalarını gösterir. 1032 cm^{-1} : selülozdaki polisakkarit yapısına ait C-O ve O-H gerilme titreşimleri ve 894 cm^{-1} : Monosakkaritler arasındaki β -glikozidik bağların var olduğunu kanıtlar(selülozun tipik yapısı). Şekil 4.1 de, % 100 pamuk kasa kumaşa ait FTIR analiz grafiği yer almaktadır.

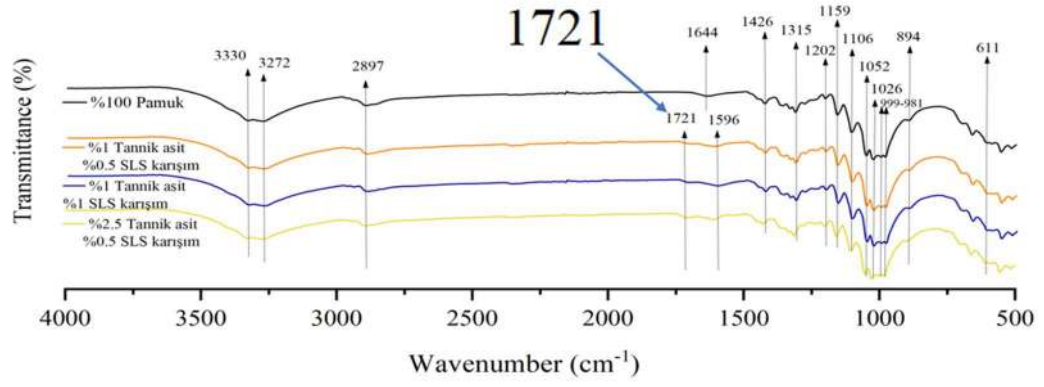


Şekil 4.2: FTIR analizi sonrası % 100 pamuk kasarlı kumaş grafiği.

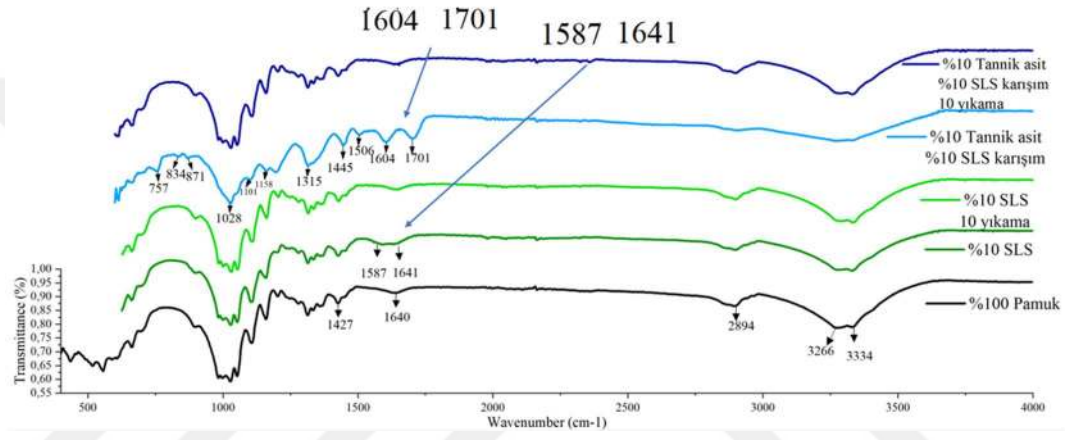
Sodyum lignosülfonata ait FTIR spectrumunda ise, 3292 cm^{-1} : fenolik hidroksil gruplarına ait O–H gerilmesi olarak adlandırılabilir. 2931 cm^{-1} : metil gruplarının C–H gerilmesini göstermektedir. 1592 cm^{-1} ve 1511 cm^{-1} : aromatik iskelet titreşimi ve benzen halkasına ait titreşimleri gösterirken, 1414 cm^{-1} : Metil grubunun C–H bükülme titreşimi sembolize eder. 1369 cm^{-1} : Seringil grubundan kaynaklı C–O gerilmesi (zayıf pik) olarak tanımlanmaktadır. 1127 cm^{-1} : Aromatik halkadaki C–H düzlem içi ve dışı titreşimleri, 1034 cm^{-1} : C–S gerilmesi ve 617 cm^{-1} : S–O gerilmesi olarak gösterilmektedir. (Akshay ve diğ, 2019; Karimov ve diğ, 2021) Tannik asit’e ait FTIR spectrum’unda, $3600\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ aralığında, merkezi 3275 cm^{-1} olan geniş ve güçlü bir absorpsiyon bandı gözlemlenmiş olup, bu bant, hidroksil O–H gruplarının hidrojen bağlarıyla etkileşimli geniş gerilme ve titreşimlerine ve ayrıca aromatik C–H gruplarının orta şiddetli titreşimlerine karşılık gelmektedir. 2833 cm^{-1} , alkan yapısına C–H ait Keskin pik içermektedir. Ayrıca $2927\text{--}2860\text{ cm}^{-1}$ aralığında gözlemlenen Keskin pikler CH_2 ve CH_3 gruplarının simetrik ve asimetrik C–H gerilme titreşimlerine karşılık gelmektedir. Tannik asit ayrıca bazı aromatic ester bileşikleri de içerir. 1714 cm^{-1} : Karbonil gruplarına ait C=O gerilme titreşimi, 1205 cm^{-1} : C–O gerilme titreşimi olarak ifade edilir. (Teguh ve diğ, 2019). Tez çalışmasında, FTIR analizi sadece %100 pamuklu kumaş numunelerine uygulanmıştır. Deney 1, 2 ve 3 numaralı formülasyonların her birinde, pamuk kumaşın kasarlı hali, kaplama sonrası hali ve 10 yıkama sonrası hali incelenmiştir.

Referans olarak kullanılan kasarlı pamuk kumaşta 3330–3400 cm^{-1} aralığında geniş bir O–H bandı, 2850–2950 cm^{-1} aralığında C–H gerilme titreşimleri ve 1100–1000 cm^{-1} aralığında selülozun karakteristik C–O bağları belirgin şekilde izlenmiştir. Kaplama uygulaması sonrasında her üç deneyde de bu temel bantlara ek olarak lignosülfonat ve tannik asit kaynaklı yeni fonksiyonel gruplar spektrumda gözlemlenmiştir. Özellikle O–H bandı genişlemiş ve şiddeti artmış, bu durum lignosülfonat ve tannik asit moleküllerinin lif yüzeyine hidrojen bağı yoluyla bağlandığını göstermektedir. Ayrıca 2850–2950 cm^{-1} aralığında C–H piklerinin belirgin şekilde artması, kaplama maddesindeki metil ve metilen gruplarının kumaş yüzeyine başarılı şekilde tutunduğunu kanıtlamaktadır. 1600–1500 cm^{-1} aralığında görülen yeni aromatik iskelet titreşimleri, lignosülfonatin aromatik yapısını ve tannik asidin fenolik halkalarını doğrular niteliktedir. Benzer şekilde, 1400–1300 cm^{-1} aralığında metil ve seringil gruplarına bağlı titreşimler, kaplamanın pamuk lifine yerleştiğini desteklemektedir. 1100–1000 cm^{-1} bölgesindeki C–O bağları ise lifin doğal polisakkarit yapısı korunurken, kaplama moleküllerinden gelen ilave C–O titreşimlerini de içermektedir. Deneyler arası karşılaştırma yapıldığında, Deney 2 numaralı formülasyonun lignosülfonat oranının daha yüksek olması sebebiyle tüm pik şiddetlerinin en belirgin olduğu görülmektedir. Deney 1’de orta düzeyde bir bağlanma sağlanırken, Deney 3’te bağlayıcı oranının değişmesi nedeniyle pik şiddetlerinde hafif bir azalma izlenmiştir. Her üç deneyde de 10 yıkama sonrası kaplamaya ait pik şiddetleri belirgin şekilde azalmış ancak tamamen kaybolmamıştır. Bu durum, kaplamanın pamuk lifine kısmen bağlandığını ve yıkama direncinin formülasyona bağlı olarak değiştiğini göstermektedir.

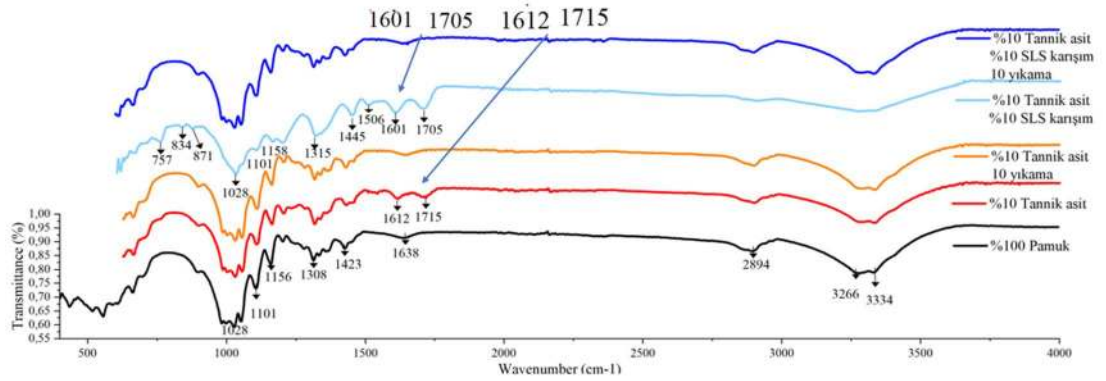
Genel olarak, elde edilen FTIR bulguları, lignosülfonat ve tannik asit esaslı kaplamanın %100 pamuk kumaş üzerinde hidrojen bağları ve kısmen kovalent etkileşimlerle tutunduğunu; yıkama işlemlerine karşı kısmi bir dayanıklılık sergilediğini ortaya koymaktadır. Bu sonuçlar, formülasyon optimizasyonunun ve uygun yardımcı bileşenlerin kullanımının kaplama verimliliğini artırmak için kritik öneme sahip olduğunu göstermektedir.



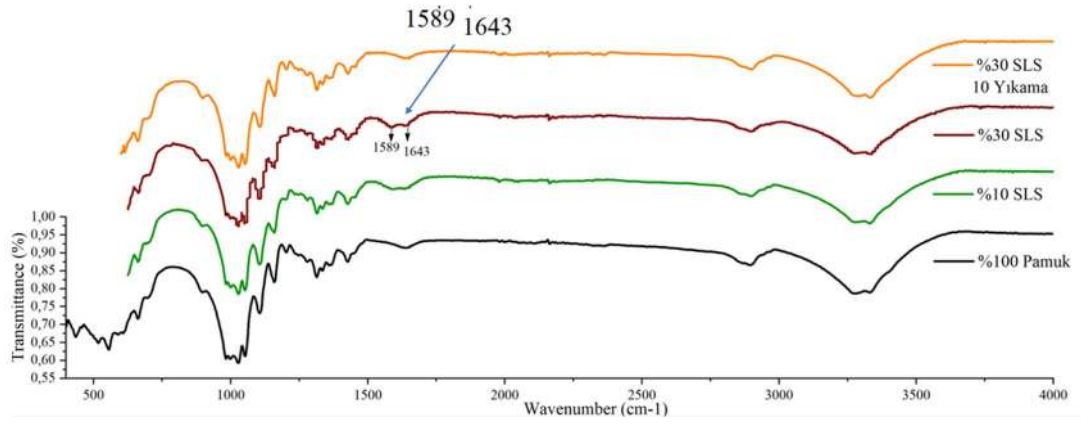
Şekil 4.3: %100 pamuk, 1, 2 ve 3 nolu deneysel çalışma FTIR analizi



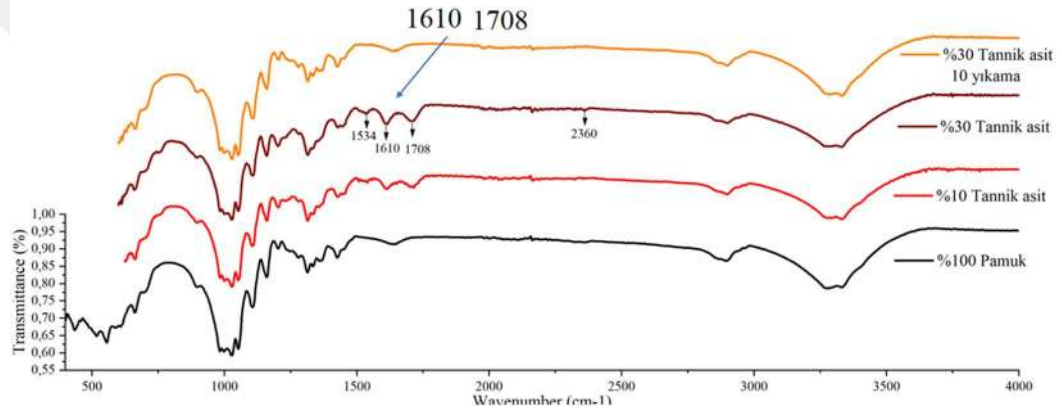
Şekil 4.4: %100 pamuk, %10 lignosülfonat ve 10 yıkama sonrası, %10/10 tannik asit/lignosülfonat ve yıkama sonrası FTIR analizi.



Şekil 4.5: %100 pamuk, %10 tannik asit ve 10 yıkama sonrası, %10/10 tannik asit/lignosülfonat ve yıkama sonrası FTIR analizi.



Şekil 4.6: %100 pamuk, %10 lignosülfonat, %30 lignosülfonat ile 10 yıkama sonrası FTIR analizi.



Şekil 4.7: %100 pamuk, %10 tannik asit, %30 tannik asit ile 10 yıkama sonrası FTIR analizi.

Tez kapsamında, %1 ve %0.5 oranlarında gerçekleştirilen çözelti oranları, %10 ve %30 olarak da kumaş yüzeyine uygulanmış ve uygulama sonrası FTIR analizi ile 10 yıkama sonrası FTIR analiz sonuçları elde edilmiştir.

4.3 Yanmazlık Testi Sonuçları

Tüketiciye yönelik giysi ve tekstil ürünlerinde alev alma riskini değerlendirmek için farklı standartlarda yanmazlık testi uygulanmaktadır. Başlıca yanmazlık standartları ASTM D1230 (kumaşların dikey yanma testi), 16 CFR Part 1610 (ABD mevzuatına göre giyim kumaşlarının yanmazlık sınıflandırılması), ISO 6941/ ISO 6940 (alev yayılma hızı ve süresi ölçümü), EN 1103 (Avrupa tekstil maddeleri giysilerinde yanmazlık tayini.), BS 5438 (Kumaşların alev yayılma özellikleri, özellikle perdeler ve döşemeler).

Tez çalışması kapsamında yapılan arařtırmalar sonrasında, yanmazlık özelliđi için uygulanan yanmazlık testi, 16CFR 1610, ASTM D1230 ve ISO 6941/6940 standartlarına göre modifiye edilerek uygulanmıřtır. Almaxtex tekstil 17025 test laboratuvarında bulunan 16CFR 1610 yanmazlık testi cihazı, řekil 4.9’da gösterilmiřtir.



řekil 4.8: 16 CRF 1610 Yanmazlık test cihazı.

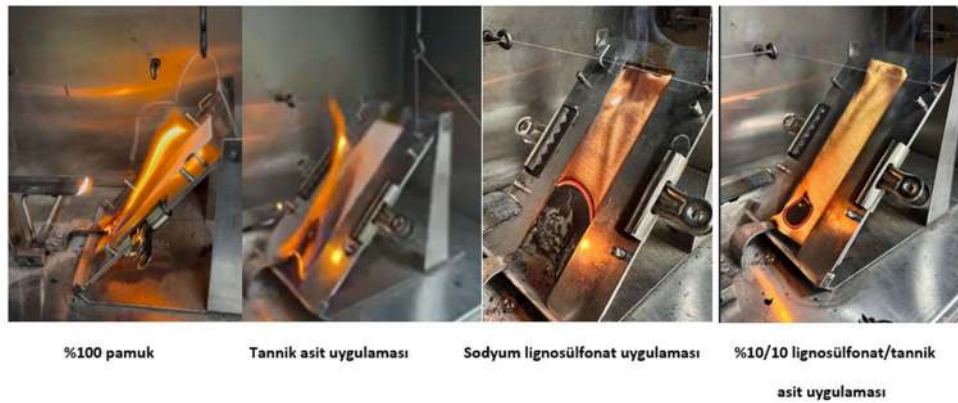
16 CFR 1610 Test standardına göre, numune alınacak parçalar kumař üzerinden dikey ve yatay yönde cihaz aparatına yerleřtirilecek řekilde kesilir ve fırçalama aparatı ile kumař tüyleri yüzeye çıkarılır. Numuneler test öncesi etüvde sıcaklık $105\pm 3^{\circ}\text{C}$ řartlarında bekletilir. Ek olarak, Etüvden alınan numuneler desikatörde 15 dk daha az olmamak kořulu ile sođuyuncaya kadar susuz silicajel içeren bir desikatörün içinde bekletilir ve sonrasında yanmazlık testi için Cihaza 45° açılı ile yerleřtirilir. Alev boyu 1 cm olacak řekilde ölçüm yapılır ve cihaz kumař yüzeyine dođru hareket ederek 1 sn bekleyip kumařın yanma davranıřı izlenir. Yanma iřlemi gerçekteřiyor ise, kronometre çalıřmaya bařlar ve 45° eğimli platform üzerinde duran kumařın en üst kısmında ipe bađlı ađırlık, ipin yanması sonucu ađırlıđı ařađı dıřırır ve kronometre durur. Böylece ne kadar süre içerisinde yandıđı ölçölür. Tez çalışması kapsamında, 16 CFR 1610, ASTM D1230 ve ISO 6941/6940 standartlarına göre modifiye ettiđimiz yanmazlık testinde ise, prosedür ve kumařın hazırlanması 16 CFR 1610 (řekil 4.8) standardına göre yapıldı. Test cihazında alev boyu 1 cm olarak ölçölüdü. Metoda ek olarak, cihazı otomatik 1 sn kumař yüzeyine dokundurmak yerine, kumař yanıncaya kadar kumař yüzeyinde bekletildi ve alev aldıđı andan itibaren kronometre tutularak, alevin ađırlıđı kopardıđı süre

hesaplandı. Farklı içeriklerde çözelti uygulanan %100 pamuk kumaşın yanma test sonucu ve karşılaştırması Çizelge 4.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 4.3: 16 CFR 1610 modifiye edilmiş yanma testi sonuçları

Çözelti uygulama	Alev Boyu	Yanma hızı Dikey	Yanma hızı yatay
%100 pamuk	1 cm	27 sn	30 sn
%10 Sodyum lignosülfonat	1 cm	3-4 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı	3-4 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı
%10 Tannik asit	1 cm	19 sn	26 sn
%30 Sodyum lignosülfonat	1 cm	3-4 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı	3-4 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı
%30 Tannik asit	1 cm	13 sn	24 sn
%10 Sodyum lignosülfonat + %10 Tannik asit karışım	1 cm	3 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı	3 sn söndü 5 dk ve üzeri içten yandı

Çizelge 4.3' te gösterildiği üzere, 16 CFR 1610 modifiye edilmiş yanma testi sonuçları, %100 pamuk, %10 ve %30 tannik asit kaplı pamuğun yandığını, sodyum lignosülfonat'ın ise 3 sn içerisinde söndüğünü ve içten içe yanmaya devam ettiğini göstermektedir (Şekil 4.9).



Şekil 4.9: Yanma testi esnasında kumaşların alev alma davranışları

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1 Sonuçlar

Bu tez çalışmasında, tekstil ürünlerinin temizlik ihtiyacını azaltmak amacıyla geliştirilecek olan kaplama malzemesi için, lignosülfonat ve tannik asit bazlı çapraz bağlayıcı kullanarak kumaş yüzeyinde kalıcılık araştırılmıştır. Deneysel tasarım kapsamında, %100 pamuk, %50 pamuk / %50 polyester karışım kumaş ve %100 polyester kumaş numunelerine, farklı lignosülfonat ve tannik asit oranlarına sahip reçeteler, fular yöntemiyle uygulanmış, kaplama öncesi, kaplama sonrası ve 10 yıkama sonrası kumaş yüzeyinde kalıcılığı incelenmiştir. Ek olarak, sodyum lignosülfonat'ın literatürde bilinen FR alev geciktirici özelliği de, yapılan deneysel çalışmalarla gözlemlenmiştir.

Literatür çalışmaları göstermektedir ki, lignosülfonat ve tannik asit, farklı kullanım amaçları ile bu güne kadar bir çok araştırma da ayrı ayrı incelenip değerlendirilmiştir. Tez çalışması bilinen literatür çalışmalarından farklı olarak, tannik asit ve lignosülfonat'ın aynı anda ve farklı karışım oranlarında kullanımını içermektedir.

1- Yapılan deneysel çalışmalar ve analizler , tannik asit'in pamuk ile etkileşime girerek C-C ve C-O pikleri ile bağlanma olduğunu göstermektedir.

2- Sodyum lignosülfonat tek başına pamuk ile bağlanmakta fakat FTIR pikleri yıkama sonrası büyük ölçüde kaybolmakta, kalıcılığı büyük oranda azalmaktadır. Dolayısı ile FTIR sonuçları tannik asit'in, bağlayıcı görevi gördüğünü analiz etmektedir.

3- Sodyum lignosülfonat ve tannik asit karışımı, her iki bileşiğin' de izlerini taşımaktadır fakat yüksek oranlarda kullanıldığında, çözelti çökme yapmakta ve homojen dağılım göstermemektedir. Yıkama sonrası kalan pikler tannik asite aittir. FTIR pikleri özellikle 1600-1700 (C-C ve C-O) ve 3200-3300 (O-H genişleme), büyük ölçüde tannik asit'in mevcut olduğunu göstermektedir.

4- Lignosülfonat'ın alev geciktirici özelliği'nin var olduğu, yapılan 16 CFR 1610 ve ASTM D1230 modifiye testi sonrasında gözlemlenmiştir.

5.2 Öneriler

- 1- Sodyum lignosülfonat'ın kumaş yüzeyinde alevi kısa sürede söndürme (3sn) işlevi, tannik asit' in bağlayıcılığı ile birlikte kullanılarak, gelecek çalışmalar için referans oluşturacaktır
- 2- Tez çalışması kapsamında uygulanan karışım çözelti metodu değiştirilerek, katman katman yöntemi ile aynı deneyler gerçekleştirilebilir ve tannik asit ile lignosülfonat'ın birlikte kullanımı sonrası pamuklu kumaş yüzeyine olan tutunma özelliği araştırılabilir.
- 3- FR özelliği, %30 ve %10 luk çözelti sonrası test edilmiştir. Bu özellik, hazır giyim giysileri için daha düşük konsantrasyonlarda ve koruyucu ekipman giysileri için daha yüksek konsantrasyon oranlarında araştırılabilir.
- 4- Tannik asitin pamuklu kumaş yüzeyinde bağlayıcı olduğu gözlemlenmiş olup, antibakteriyellik gibi diğer özellikler de incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Akalın, M.** (1994). *Tekstilde Bitim İşlemleri*, Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Tekstil Eğitimi Bölümü, İstanbul.
- Akshay, S., Veerender, S., Santanu, B., S.Wazed, A.** (2019). Sodium ligninsulfonate: a bio-macromolecule for making fire retardant cotton fabric, *Cellulose*, 26, 8191–8208.
- Aydın, S. A. , Üstün, F.** (2006). *Tanenler 1, Kimyasal yapıları, farmakolojik etkileri, Analiz yöntemleri*. İstanbul Üniv. Vet. Fak. Derg. 33 (1), 21-31, 2007 İstanbul.
- Calvo-Flores, F. G., & Dobado, J. A.** (2010). Lignin as renewable raw material.
- Chang, B.-P., Hazizan, M. A., Ramdziah, M. N., Siti, N.** (2013). Abrasive wear performance and antibacterial assessment of untreated and treated ZnO-reinforced polymer composite, *Polymer Composites*, 34, 1020-1032.
- Charbonnet, J., Lawrence, C., Rubin, L., Tepfer, S.** (2013). New approaches in cotton crosslinking. Green team final report to levi Strauss & co. Greener Solutions 2013. University Of California, Berkeley.
ChemSusChem, 3(11), 1227-1235.
- Gambichler, T., Avermaete, A., Bader, A., Altmeyer, P. and Hoffmann, K.** (2001). Ultraviolet protection by summer textiles. Ultraviolet transmission measurements verified by determination of the minimal erythema dose with solar-simulated radiation, *British Journal of Dermatology*, 144: pp. 484-489.
- Han, K., Yu, M.** (2006). Study of the preparation and properties of uv- blocking fabrics of a PET/TiO₂ nanocomposite prepared by in situ polycondensation, *Journal Of Applied Polymer Science*, 100: pp. 1588–1593.
- Henry, C., Nikafshar, S., Gondaliya, A., Alinejad, M.** (2019). Lignin-based polyurethanes: Opportunities for bio-based foams, elastomers, coatings and adhesives, *Polymers*, 11(7), 1202.
- Holme, I.** (2003). Water Repellency and Water Proofing in Textile Finishing, *Society of Dyers and Colourists (Eds. F.J. Segal)*, (pp 135- 213). Bradford, UK.
- Ji, Y., Li, X., Jin, K., Fan, Z., Hou, K., Du, P., Xu, B., Cai, Z.** (2024). Research Progress and Development Trend of Textile Auxiliaries, *Fibers and Polymers*, 25:1569–1601.
- Jiang, H., Zeng, W., Hu, X., Tan, Y., Liu, G., Zhang, W.** (2025). Biobased cationic blue dye for covalently bonding with oxidized cotton: A sustainable strategy for durable, coloristic, and multifunctional cotton fabric. *Industrial Crops & Products*, 224, 120288.
- Karimov, O.K., Teptereva, G.A., Chetvertneva, I.A., Movsumzade, E.M., Karimov, E.K.** (2021). The structure of lignosulfonates for production of carbon catalyst support, *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 839, 022086.

- Kaushal, N., Singh, A.K.** (2023). Advancement in utilization of bio-based materials including cellulose, lignin, chitosan for bio-inspired surface coatings, *International Journal of Biological Macromolecules*, 246, 125709.
- Lacasse K., Baumann W.** (2004). *Textile Chemicals, Environmental Data and Facts*, Springer, Newyork.
- Lacruz, A., Salvador, M., Blanco, M., Vidal, K., Goitandia, A. M., Martinková, L., Kyselka, M., de Ilarduya, A.M.** (2021). Biobased waterborne polyurethane-urea/SWCNT nanocomposites for hydrophobic and electrically conductive textile coatings. *Polymers*, 13(10), 1624.
- Li, P., Liu, C., Xu, Y., Jiang, Z., Liu, Y., Zhu, P.** (2020). *Novel and eco-friendly flame retardant cotton fabrics with lignosulfonate and chitosan through LbL: Flame retardancy, smoke suppression and flame retardant mechanism, Polymer degradation and stability*, 181(2020) 109302.
- Montejo-Mesa, L. A., Díaz-García, A. M., Cavalcante, C. L., Jr., Vilarrasa-García, E., Rodríguez-Castellón, E., Ballesteros-Plata, D., Autié-Castro, G. I.** (2024). Evaluation of APTES-functionalized zinc oxide nanoparticles for adsorption of CH₄ and CO₂, *Molecules*, 29(21), 5219.
- Orasugh, J. T., Temane, L. T., Kesavan Pillai, S., Ray, S. S.** (2025). Advancements in Antimicrobial Textiles: Fabrication, Mechanisms of Action, and Applications, *ACS Omega*, 10, 12772–12816.
- Osowa, R., Walsh, T.P.** (1993). Effects of Acidic and Alkaline Treatments on Tannic Acid and Its Binding Property to Protein, *Journal of agricultural and food chemistry*.
- Özsevinç, A.** (2012). *Konvansiyonel ve Nanoteknoloji Esaslı Su İticilik Bitim Kimyasalları Kullanılarak Farklı Yapıdaki Tekstil Malzemelerinin Su Geçirmezlik Özelliklerinin Araştırılması*. (Yüksek Lisans Tezi). Erciyes Üniversitesi, Kayseri.
- Öztürk, G.** (2015). Güneşten Koruyucular, *Fotodermatoloji*, Türkiye, 509 s.
- Pandit, P., Maity, S., Singha, K., Uzun, M., Shekh, M.** (2021). Potential biodegradable face mask to counter environmental impact of Covid-19. *Cleaner Engineering and Technology*, 4, 100178.
- Pennanen, H.** (2017). *Coating of textile structures with ultra fine cellulose powder*. (Lisans tezi). Lahti university of applied sciences, Faculty of Technology, Degree Programme in Clothing and Textile Technology, Finlandiya.
- Polat, A.** (2024). *Sodyum Lignosülfonat'ın Tekstil Kaplamacılığında Kullanılabilirliğinin Araştırılması*. (Yüksek Lisans Tezi). Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Bursa.
- Rungruangkitkrai, N. Phromphen, P. Chartvivatpornchai, N. Srisa, A. Laorenza, Y. Wongphan, P. Harnkarnsujarit, N.** (2024) Water Repellent Coating in Textile, Paper and Bioplastic Polymers: A Comprehensive Review, *Polymers*, 16 (19), 2790.
- Samanta, K.K., Basak, S., Chattopadhyay, S.K.** (2015). Specialty Chemical Finishes for Sustainable Luxurious Textiles. *In Handbook of*

Sustainable Luxury Textiles. Springer, Fibers and Polymers (pp.145-184).

- Sarıçetin, A.** (2024). *Yara iyileşmesinde tannik asit ve çinko oksit'in epitelyal mezenkimal geçiş(EMT) üzerine etkileri* (Doktora tezi). Uludağ Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Bursa
- Satyanaraya KG, N., Guimarães JL, Wypych F.** (2007) Studies on lignocellulosic fibers of Brazil. Part I:Source, production, morphology, properties and applications, *Composites Part A-Applied Science and manufacturing*, 38(7):1694-1709.
- Scarlett, W.L.** (2003). Ultraviolet radiation: sun exposure, tanning beds, and vitamin D levels. What you need to know and how to decrease the risk of skin cancer, *The Journal of the American Osteopathic Association*, 103(8): 371-375.
- Seleti, R. J.** (2010). *TiO₂ nanoparticles in textile finishing*. (Yüksek lisans tezi). Liberec Teknik üniversitesi, Tekstil Mühendisliği, Tekstil kimya teknolojisi, Çekya.
- Sfameni, S., Rando, G., Visco, A., Textor, T.** (2022). Functional silane-based nanohybrid materials for the development of hydrophobic and water-based stain resistant cotton fabrics coatings, *Nanomaterials for Chemical Engineering*, 12(19), 3404.
- Solihat, N., Hidayet A, Taib, M., Hussin, M., Lee, S., Ghani, M., Edrus, S., Vahabi, H., Fatriasari, W.** (2022). Recent developments in flame retardant lignin-based biocomposite: manufacturing and characterization, *Journal of polymers and the environment*, 30: 4517-4537
- Tatlı, M.** (2020). *Tekstil Yüzeylerine Kaplama Yöntemi İle Fonksiyonel Özellik Kazandırılması*. (Yüksek Lisans Tezi). Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli.
- Teguh, V., Dewi, A., Komang, W., Iravan, S., Anuraga, J.** (2019). Fourier Transform Mid-Infrared (FTIR) Spectroscopy to Identify Tannin Compounds in The Panicle of Sorghum Mutant Lines, *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*, 546, 042045.
- Tyrone L. V.** (1994). *Textile Processing and Properties: Preparation, Dyeing, Finishing, and Performance*, Elsevier Science B.V., Netherlands
- Yan, W., Shi M., Dong, C., Liu, L., Gao, C.** (2020). Application of tannic acid in membrane technologies. *Advances in colloid and interface science Journal of polymers and the environment*, 284 (2020) 102267
- Zhou, Y., Yan, X.** (2024). Natural Materials in Functional Finishing: Antimicrobial and Odor Control Textile Finishes. *In Advances in Renewable Natural Materials for Textile Sustainability*, CRC Press.
- Zia, K.M., Parveen, B., Tabasum, S., Hussain, M.T.** (2021). Waterborne green textile polyurethane dispersions finishes from cotton seed oil-based polyol, *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 2, 100170.

ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Filiz EMİROĞLU

E-posta :

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2012,Uludağ Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği
- **Yüksek Lisans** : 2025, Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Polimer Malzeme Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- Malzeme İnovasyon Müdürü, Yeşim Grup, Bursa, Türkiye (Ocak 2022-Halen)
- Ar-Ge Merkezi Müdürü, Yeşim Grup, Bursa, Türkiye (Ağustos 2017-Ocak 2022)
- Arge Mühendisi, Yeşim Grup, Bursa, Türkiye (Eylül 2012-Ağustos 2017)