

DOKUZ EYLÜL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN
NANO BOYUTLU ÇAPRAZ BAĞLAYICI ÜRÜN
ELDESİ VE KUMAŞA APLİKASYONU

Elif YAŞAR

Ocak, 2013
İZMİR

**SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN
NANO BOYUTLU ÇAPRAZ BAĞLAYICI ÜRÜN
ELDESİ VE KUMAŞA APLİKASYONU**

**Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Yüksek Lisans Tezi
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı**

Elif YAŞAR

Ocak, 2013

İZMİR

YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU

ELİF YAŞAR, tarafından **DOÇ. DR. AYSUN AKŞİT** yönetiminde hazırlanan **“SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN NANO BOYUTLU ÇAPRAZ BAĞLAYICI ÜRÜN ELDESİ VE KUMAŞA APLİKASYONU”** başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından bir Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

.....
Doç. Dr. Aysun AKŞİT

Yönetici

.....
Prof. Dr. Perrin

AKÇAKOCA KUMBASAR

.....
Yrd. Doç. Dr. Bengi KUTLU

Jüri Üyesi

Jüri Üyesi

Prof. Dr. Mustafa SABUNCU

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans çalışmam süresince ilgisini ve desteğini esirgemeyerek bilgisini ve deneyimlerini paylaşan ve tez çalışmamın tüm aşamalarında her zaman yanımda olan danışmanım Sayın Doç. Dr. Aysun AKŞİT'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında karşılaştığım sorunlarda yardımını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Bengi KUTLU ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Nurhan ONAR' a destekleri için teşekkür ederim.

Çalışmamın tüm aşamalarında her zaman yanımda olan ve beni yürekten destekleyen DEÜ Tekstil Mühendisliği Bölümü yüksek lisans öğrencisi, sevgili arkadaşlarım Hayal DALKILIÇ, Gizem Ceylan TÜRKOĞLU ve Esra TOPEL'e teşekkürü borç bilirim. Ayrıca bu tez çalışmasının işletmede hayata geçirilmesinde emeği geçen SUN HOLDİNG A. Ş. Ar-Ge Müdürü Sayın Birkan YURDAKUL'a teşekkürlerimi sunarım. Laboratuvarda yapılan deneylerin işletmeye uyarlanması aşamasında kimyasal madde tedariki konusunda bize yol gösteren ve desteklerini esirgemeyen SETAŞ KİMYA A.Ş.'ye teşekkür ederim.

Son olarak tüm hayatım boyunca sonsuz güvenlerini ve desteklerini hep yanımda hissettiğim sevgili aileme teşekkürlerimi sunarım.

Bu yüksek lisans tezi çalışması Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı tarafından (SANTEZ Proje No: 00619.STZ.2010-1) desteklenmiştir.

Elif YAŞAR

SOL-JEL YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN NANO BOYUTLU ÇAPRAZ BAĞLAYICI ÜRÜN ELDESİ VE KUMAŞA APLİKASYONU

ÖZ

Bu tez çalışmasında, son yıllarda artan çevre bilinciyle konvansiyonel yöntemle alternatif olarak geliştirilen sol-jel yöntemi kullanılarak, viskoz örme kumaşların kullanım ve görünüm özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu yöntem ile konvansiyonel yöntemle nazaran kullanılan kimyasal madde miktarı azaltılmış, konvansiyonel yöntemlerde kullanılan ve günümüzde kanserojen etkisi olduğu ispatlanan formaldehit salımı önlenmiştir.

Viskoz örme kumaşlar, çeşitli silika bileşenleri içeren sol çözeltileri ile kaplanmış ve kaplanan kumaşların boncuklanma ve aşınma dayanımları, boyut değişimi özellikleri ve su tutma yetenekleri geliştirilmeye çalışılmıştır. Bahsedilen bu özellikleri geliştirmek için proje ortağı firma tarafından kullanılan fibric proses ile üniversitede uygulanan sol-jel tekniği karşılaştırılmıştır. Ayrıca çoklu yıkama sonrası kumaşların görünüm ve kullanım özellikleri tekrar incelenmiş olup uygulanan tekniğin yıkama dayanımı araştırılmıştır. Sol-jel yönteminde kullanılan silika bileşenlerinin maliyetini azaltmak amacıyla çeşitli mol oranlarında denemeler yapılmış olup en iyi sonucu veren ve en düşük maliyetli reçete belirlenmiştir. Son olarak belirlenen optimum reçete, proje ortağı firmada işletme şartlarında uygulanmış olup, sol-jel metodunun sanayide uygulanabilirliği araştırılmıştır.

Anahtar kelimeler: Sol-jel, viskon, çapraz bağlanma, boncuklanma, boyut değişimi.

OBTAINING A NANO-SIZED CROSSLINKING CHEMICAL BY SOL-GEL TECHNIQUE AND ITS APPLICATION TO FABRIC

ABSTRACT

In this thesis, appearance and usage properties of viscose knitted fabric is aimed to improve by sol-gel method as an alternative to conventional method along increasing consciousness of environment in recent years. With this method in small quantities of chemicals is used than conventional method and emission of formaldehyde, whose carcinogenic effect is demonstrated nowadays, is prevented.

Viscose knitted fabrics are coated with sol solutions including various silica compounds and abrasion, pilling resistance, dimensional stability, water retention ability of coated fabrics are purposed to develop. In order to improve these properties at the project partner company is used fabric process as a conventional method. And so we compared sol-gel method, is applied at the university, with fabric process, is performed at the company. In addition appearance and usage properties of fabrics are investigated again after multiple washing so that washing resistance of applied method is studied. In order to reduce the cost of silica components is used in sol-gel method different mole ratios are studied. In this way the optimum recipe is determined in terms of cost and performance. Finally the optimum recipe is applied at the company under the operating conditions since therefore in the industry practicability of sol-gel method is researched.

Keywords: Sol-gel, viscose, cross-linking, pilling, dimensional stability.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
YÜKSEK LİSANS TEZİ SINAV SONUÇ FORMU.....	ii
TEŞEKKÜR	iii
ÖZ	iv
ABSTRACT	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xi

BÖLÜM BİR-GİRİŞ.....1

1.1 Genel Bilgiler.....	1
1.2 Kumaş Görünümü ve Kullanımı Etkileyen Fiziksel Özellikler	2
1.2.1 Buruşma	2
1.2.2 Aşınma Dayanımı	5
1.2.3 Boyut Değişimi.....	6
1.2.4 Boncuklanma	8
1.3 Kumaş Görünümü İyileşme Yöntemleri	9
1.3.1 Biyo-parlatma	9
1.3.1.1 Biyoparlatma İşleminin Mamülün Boncuklanma Eğilimine Etkisi	11
1.3.1.2 Biyoparlatma İşleminin Mamülün Yumuşaklığına ve Tutumuna Etkisi	12
1.3.1.3 Biyoparlatma İşleminin Mamülün Hidrofilliğine Etkisi	12
1.3.1.4 Biyoparlatma İşleminin Mamülün Mukavemetine Etkisi	12
1.3.2 Çitosanla Kaplama.....	13
1.3.3 Yakma	13
1.3.4 Kalandırlama	14
1.3.5 Şardonlama.....	16
1.3.6 Zımparalama.....	17
1.3.7 Sol-jel Metodu	18

1.4 Çalışmanın Amacı	18
1.5 Litaretür Özeti.....	19
BÖLÜM İKİ-MATERYAL VE YÖNTEM	29
2.1 Kullanılan Materyal ve Cihazlar	29
2.1.1 Kimyasallar ve Yardımcı Maddeler.....	29
2.1.2 Kumaş	30
2.1.3 Cihaz ve Makinalar	31
2.2 Reçetelerin Hazırlanışı	31
2.2.1 Nanosol Hazırlanması.....	31
2.2.2 Polikarboksilik Asit ile Kaplama	33
2.2.3 Konvalesiyonel Kaplama.....	34
2.3 Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri.....	35
2.3.1 Kumaş Boncuklanma Dayanımı Özelliklerinin Belirlenmesi.....	35
2.3.2 Kumaşların Aşınma Dayanımı Özelliklerinin Belirlenmesi	37
2.3.3 Kumaşların Boyut Değişimi Özelliklerinin Belirlenmesi.....	37
2.3.4 Kumaşların Su Tutma Özelliklerinin Belirlenmesi	38
2.3.5 Çözeltilerin Bulanıklık Derecelerinin Ölçülmesi	39
BÖLÜM ÜÇ-BULGULAR VE TARTIŞMA	40
3.1 Reçete Optimizasyonu Sonuçları	40
3.1.1 Kaplanan Kumaşların Bocuklanma Özellikleri.....	40
3.2 TEOS/GPTMS Mol Oranı Optimizasyonu Çalışması.....	45
3.2.1 Kumaşların Boncuklanma Dayanımlarının İncelenmesi	46
3.2.2 Kumaşların Aşınma Dayanımlarının İncelenmesi.....	46
3.2.3 Kumaşların Boyut Değişimi Özelliklerinin İncelenmesi.....	49
3.2.4 Kumaşların Su Tutma Yeteneklerinin İncelenmesi.....	50
3.2.5 Çözeltilerin Bulanıklık Derecelerinin İncelenmesi	51
BÖLÜM DÖRT-SONUÇLAR.....	52

KAYNAKLAR.....	53
-----------------------	-----------



ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1 Selülozik liflerin gerilim öncesi ve sonrası hidrojen bağlarının durumu	3
Şekil 1.2 Çapraz bağlanmış ve çapraz bağlanmamış selüloz molekülünün su ile şişmiş haldeki hücre duvarı kesit görüntüsü.....	4
Şekil 1.3 Aşınma test cihazı	6
Şekil 1.4 Pamuk ve pamuk-selüloz kopolimerlerinin aşınma dayanımlarının SEM mikroskopunda karşılaştırılması. Aşındırılmış pamuklu kumaş (a), selüloz-poliakrilnitril-polibutylmetakrilat kopolimeri (b), Aşındırılmış pamuk selüloz kopolimeri (c)	7
Şekil 1.5 Boncuklanma testinden sonra kumaşların fotoğrafları: (a,b) işlem görmemiş kumaş; (c,d) SiO ₂ /Al ₂ O ₃ ile kaplanan kumaş	9
Şekil 1.6 Boncuklanma mekanizmasının aşamaları	10
Şekil 1.7 Kompakt (Com) ve taranmış (Cm) ring ipliklerinin yakma işlemi ve sonrası görünüşleri (Sol taraftaki fotoğraflar yakma işlemi öncesi, sağ taraftaki fotoğraflar yakma işlemi sonrası)	14
Şekil 1.8 İki silindirli basit kalandırdan kumaşın geçişi	15
Şekil 1.9 Kalandırlama ile kumaş yapısındaki değişim.	16
Şekil 1.10 Çift tamburlu şardon makinası.....	16
Şekil 1.11 Sol-jel yöntemi işlem akışı	19
Şekil 2.1 Çalışılan çeşitli prosesler için işlem akışı.....	34
Şekil 2.2 BTCA içeren çözelti ile uygulanan işlem akışı.....	35
Şekil 3.1 TEOS ve GPTMS nin hidroliz ve ko-kondenzasyon reaksiyonları sonucu silikon oksit ağ yapısının oluşumu.....	41
Şekil 3.2 Kondenzasyon ve tavlama işlemleri sırasında TEOS ve GPTMS' nin DMDHEU ile karşılıklı etkileşimleri.....	43
Şekil 3.3 DMDHEU ile çapraz bağlanma yapmış olan pamuklu kumaşın hidroliz ve formaldehit salımı	44
Şekil 3.4 Yıkama yapılmayan kumaşların aşınma analizi	48
Şekil 3.5 10 yıkama yapılan kumaşların aşınma analizi	49

Şekil 3.6 10 Yıkama yapılan kumaşların 37.000 devirdeki görünümü. Mol oranları soldan sağa şu şekildedir: 50 mmol/50 mmol, 50 mmol/25 mmol, 50 mmol/10 mmol, 10 mmol/50 mmol, 50 mmol/33 mmol, 10 mmol/10 mmol.49



TABLÖLAR LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 1.1 Üre-formaldehit reaksiyon ürünlerinin (U/F), melamin/formaldehit (M/F) reaksiyon ürünlerinin ve DMDHEU esaslı ürünlerin özellikleri.....	5
Tablo 1.2 Boncuklanma durumunda etkili lif özellikleri	8
Tablo 1.3 Pamuklu kumaşlar için asidik selüloz enzimiyle örnek çalışma reçetesi ...	11
Tablo 1.4 Biyo-parlatma işleminin boncuk oluşumuna etkisi.....	12
Tablo 2.1 Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve tanımları	29
Tablo 2.2 Denemelerde kullanılan 20/1 viskon kumaşın özellikleri	30
Tablo 2.3 Denemelerde kullanılan kumaşın boyama reçetesi	30
Tablo 2.4 Denemelerde kullanılan cihaz ve makineler.....	31
Tablo 2.5 Kaplamalarda kullanılan reçeteler ve hazırlanan çözeltilerin pH değerleri, bu çözeltiler ile kaplanan kumaşların kütleli artış değerleri ve işlem koşulları.....	36
Tablo 3.1 Kaplanan kumaşların boncuklanma değerleri	41
Tablo 3.2 Mol oranı optimizasyonu çalışmasında kullanılan reçeteler	45
Tablo 3.3 Yıkama yapılmayan, 5 ve 10 yıkama yapılan kumaşların boncuklanma değerleri.....	46
Tablo 3.4 Yıkama yapılmayan kumaşların çeşitli devirlerdeki % ağırlık kayıpları ..	47
Tablo 3.5 10 Yıkama yapılan kumaşların çeşitli devirlerdeki % ağırlık kayıpları.....	48
Tablo 3.6 5 yıkama sonrası boyut değişimi.....	50
Tablo 3.7 Kumaşların % su tutma değerleri	51
Tablo 3.8 Nanosol çözeltilerin bulanıklık dereceleri.....	51

BÖLÜM BİR

GİRİŞ

1.1 Genel Bilgiler

Viskon hem rejenere hem selülozik liflerin özelliklerini taşıdığı için günümüzde en çok kullanılan rejenere selüloz lifi olarak bilinmektedir. Viskonun bir lif olarak kullanım çeşitliliğinin fazlalığı, pamuğa göre daha düşük maliyetli oluşu ve üstün konfor özellikleri kullanım alanını oldukça yaygınlaştırmıştır. Emici hijyen ürünlerinden, bebek pedleri ve yüksek mukavemetli kord bezlerine kadar çok geniş bir yelpazede olmak üzere giyim sektöründe, ev tekstilinde ve sanayide kullanılmaktadır.

Çoklu yıkamalar sonrasında viskon lifinde boyut değişimi, may dönmesi, buruşma, aşınma dayanımında azalma, kopma ve yırtılma mukavemetinde azalma, boncuklanma gibi istenmeyen özellikler ortaya çıkmaktadır. (Arslan, 2006) Bu etkileri önlemek veya azaltmak için çeşitli fiziksel ve kimyasal yöntemler kullanılmaktadır. Biyo-parlatma, yakma, kalandırlama, çitosan ile kaplama bunlardan bazılarıdır. Kullanılan diğer bir yöntem ise çapraz bağlanmadır. Formaldehit içeren çapraz bağlayıcı maddeler ile selüloz liflerdeki hidroksil grupları ile bağ yaparak liflerin birbirine göre kayması engellenmektedir. Ancak formaldehitin etkili ve ucuz bir kimyasal madde olmasına rağmen kanserojen etkisi olduğundan şüphelenilmektedir. Güçlü bir kokuya sahip olan ve renksiz olan formaldehit, maruz kalındığında bağışıklık sistemini etkileyebilmektedir. Akut olarak maruz kalan kişide göz, burun ve boğazda son derece tahriş edici etkisi bulunmaktadır. İleri safhada maruz kalmada ise göz, deri ve solunum yollarında ciddi alerjik reaksiyonlara neden olabilir. Normal kullanımda giysiler periyodik olarak yıkandığında formaldehit ile ilişkili problemler oluşmaz. İlk kullanımdan önce buruşmaz kumaşın yıkanması önerilir. Birkaç ülke, çalışma formaldehit konsantrasyon sınırlarını yasalaştırmışlardır (USA'de 0,75 ppm ve Almanya'da 0,5 ppm). Aynı zamanda hükümet sınırlamaları (Avrupa Birliği ve Japonya gibi), firma talepleri (Levi Strauss, Marks and Spencer gibi) ve tekstillerdeki kolaylıkla serbest kalan formaldehit veya

serbest formaldehit için sınırlamalar koyn birkaç etiket (Öko-Tex Standart 100 gibi vardır. Çeşitli formaldehit test metotları arasında sonuçlarda önemli farklılık olması nedeniyle bu sınırlamalar formaldehit için özel test metotları ile spesifikleştirilmiştir. Örneğin yetişkin kıyafetleri ve diğer cilt ile temas eden bitim görmüş kumaşlar için, onların serbest formaldehit içeriği Japan Law 112 metoduna göre 75 ppm'den daha az olduğunda Öko-Tex Standart 100'e göre düşük formaldehit ile işlem görmüş olarak etiketlenebilir ve isimlendirilebilirler (Schramm 2004).

Formaldehitsiz çapraz bağlanma reaksiyonları, nanoteknoloji esasına dayanan sol-jel tekniği ile gerçekleştirilebilmektedir. Bu çalışmada çeşitli başlatıcı maddeler ve uygun katalizör eşliğinde viskon lifinin görünüm ve kullanım özellikleri geliştirilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla çeşitli reçeteler denenmiş olup optimum reçete belirlenmiştir. Bunun dışında kullanılan başlatıcı maddelerin maliyetinin yüksek olmasından dolayı mol oranı optimizasyonu yapılmıştır.

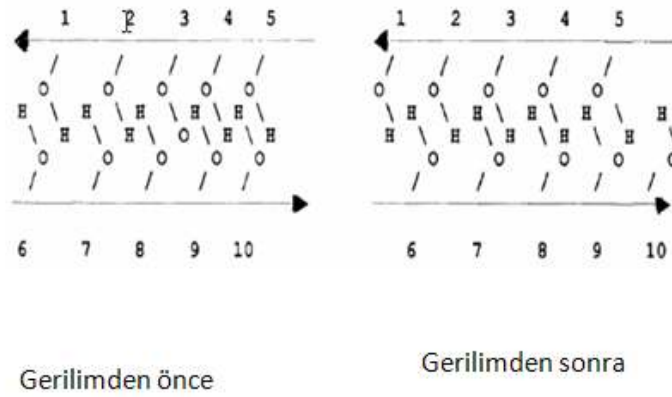
1.2 Kumaş Görünümünü ve Kullanımını Etkileyen Fiziksel Özellikler

1.2.1 Buruşma

Selülozik esaslı mamüller hidrofil yapıda mamüllerdir ve kullanım açısından büyük rahatlık sağlamaktadırlar. Acak sentetik ürünlerle karşılaştırıldığında çekme ve buruşma eğilimi göstermeleri kullanım ve görünüm açısından bir dezavantaj olarak karşımıza çıkmaktadır.

Selülozik liflerin çekmesinin ana nedeni bu liflerin nem absorbe etmeleridir. Absorbe edilen nem kayganlaştırıcı etki ile amorf lif bölgelerinde iç polimer zincir hareketlerini kolaylaştırmaktadır. Bu polimer zincirleri arasında iç hidrojen bağları kopar. Nem absorbe eden selüloz liflerinde gerilim oluşur. Amorf bölgelerdeki iç polimer zincirleri gerilimden kurtulmak için ve hareket etmek için serbesttirler. Hidrojen bağları yeni pozisyonda sabitlenme etkisi ile polimer zincirleri arasında tekrar oluşabilir. Bu oluşan buruşukluk ve kırışıklıklar, ilave prosesler ile (örneğin ütüleme) iç kuvvetleri aşmak için ilave nem ve mekanik kuvvet uygulanana kadar

kalacaktır. Selülozik liflerin nem ile şişmesi kendi kendine çapraz bağlanan üre veya melamin ürünlerinin uygulanmasıyla ile ve selüloz molekülleri ile çapraz bağlanan ürünler ile azaltılabilir. Böyle bir çapraz bağlanma bitim işlemi olmadan da selüloz lifleri suda ağırlıklarının %10'undan daha fazla nem alabilirler. Lifler şişerken kumaş buruşur ve şişmeye sebep olunan iç gerilimlerden kurtulmak için çeker. Şişmiş formdaki liflerin selüloz moleküllerindeki yeni düzenleme, komşu selüloz molekülleri arasında ve çoğunlukla amorf lif bölgelerinde yeni oluşturulan hidrojen bağları ile fikse edilir. Dolayısıyla kurutmadan sonra şişmeyen sentetik liflerden yapılan kumaşlardan farklı olarak, selüloz kumaşlarının düzgünsüz ve buruşmuş görünüşü kalır. Şekil 1.1'de nem absorbe eden selüloz liflerinin gerilim öncesi ve gerilim sonrası hidrojen bağlarının durumu gösterilmiştir.

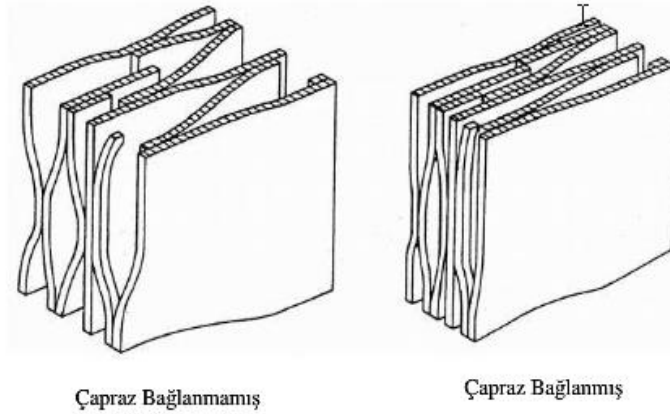


Şekil 1.1 Selülozik liflerin gerilim öncesi ve sonrası hidrojen bağlarının durumu (Uçal, 2005)

Buruşmanın oluşum mekanizması her lif için aynı olmakla birlikte lif özelliklerine bağlı olarak her lifte görünen buruşma etkisi farklılık göstermektedir. Buruşmaya etki eden faktörler şunlardır:

- İplik numarası,
- İpliğin yüzey yapısı,
- Dokunun yüzey yapısı,
- İplik bükümü,
- Terbiye işlemleri sırasında karşılaştığı gerilim ortamları,
- Lifin morfolojik yapısı.

Buruşma sorununu çözmek için selülozik lifler çapraz bağlar ile muamele edilmektedir. Selülozik lifler, reçine meydana getiren çapraz bağlayıcılar ile muamele edildiğinde lif elementleri arasındaki amorf bölgeler doldurulur ve buralara su girmesi zorlaşacağı için lif elementlerinin hareketliliği de kısıtlanmış olmaktadır.



Şekil 1.2 Çapraz bağlanmış ve çapraz bağlanmamış selüloz molekülünün su ile şişmiş haldeki hücre duvarı kesit görüntüsü (Uçal, 2005)

1920'lerin sonunda viskoz, keten veya pamuktan yapılan kumaşların buruşmazlık bitim işlemleri için formaldehit kondenzasyon ürünleri kullanılmıştır. Başlıca üre-formaldehit ürünleri başlangıç olarak kullanılmıştır. Çok geçmeden bu ürünleri melamin-formaldehit bileşikleri takip etmiştir. 1947'de dimetiloletilen üre ürünleri görülmeye başlanmıştır. Pamuğun buruşmazlık bitim işlemi 1950'lerin ortalarından beri önemli bir pazar başarısı kazanmıştır. 1960'lar ve 1970'lerde formaldehite olan ilgi düşük serbest formaldehit düzeyleri ile selüloz çapraz bağlanma bitimlerinin gelişimini cesaretlendirmiştir. Devam eden araştırmalar çok düşük serbest formaldehit ile ürünler ve tamamıyla formaldehit içermeyen ürünler elde edilmesini sağlamıştır (Schindler ve Hauser, 2004; Uçal, 2005; Köstem, 2005).

Reçine meydana getiren ürünler olan üre-formaldehit reaksiyon ürünlerinin (U/F), melamin/formaldehit (M/F) reaksiyon ürünlerinin ve DMDHEU esaslı ürünlerin özellikleri Tablo 1.1'de verilmiştir.

Tablo 1.1 Üre-formaldehit reaksiyon ürünlerinin (U/F), melamin/formaldehit (M/F) reaksiyon ürünlerinin ve DMDHEU esaslı ürünlerin özellikleri

Buruşmazlık Bitim Maddesi	Özellikleri
U/F ürünlerinin özellikleri	DMU oldukça reaktiftir, bitim banyosu birkaç saat içerisinde kullanılmak zorundadır.Hidroliz için düşük stabilite, yıkamaya düşük dayanımYüksek klor tutma Formaldehitin serbest kalması ve yüksek içeriği Çok yüksek elastik rezilyans
M/F ürünlerinin özellikleri	Hidrolize daha iyi stabilite, U/F ürünlerinden daha iyi yıkama dayanımınıspeten yüksek formaldehit içeriği ve serbest kalması U/F ürünlerinden klor tutma konusunda daha az problem daha çok boyut stabilitesi ve sertlik (aynı zamanda naylon ve poliester için)
DMDHEU esaslı ürünlerin özellikleri	Düşükten çok düşük dereceye kadar reaktivite (eter modifiye edildiğinde) Yıkamaya mükemmel dayanım Düşük klor tutma Ortadan çok düşük formaldehit serbest bırakma En yaygın olarak kullanılan buruşmazlık bitimi ürünü

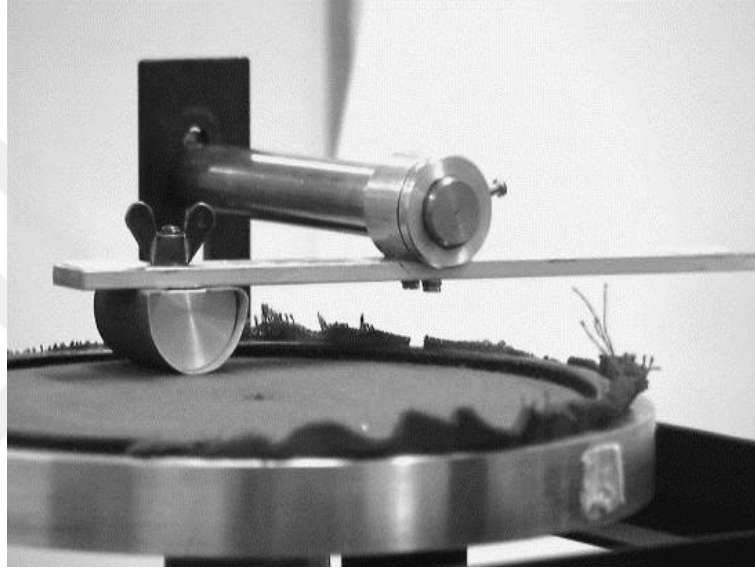
1.2.2 Aşınma Dayanımı

Aşınma genel anlamı ile sürtünme etkisiyle bir cismin yüzey çıkıntılarının ve pürüzlerinin giderek düzleşmesi veya kalınlığının ya da hacminin azalması demektir. Giysi ve kumaşlarda ise daha çok eskiyip yıpranmak, incelmek, erimek anlamında kullanılmaktadır. ‘şeklinde aşınmayı tanımlamışlardır (Sülar, Okur, 2001). Aşınma, performans karakteristiklerinde kayıplara neden olmasının yanı sıra kumaşta istenmeyen fiziksel özellikler yaratarak kumaş görünümünü de etkilemektedir. Kumaş üzerinde sürtünme etkisi ile ortaya çıkan en önemli görünüm değişiklikleri rengin bulaşması (crocking), rengin atması (frosting) ve boncuklanma (pilling) olarak tanımlanabilir. Rengin bulaşması sürtünme etkisi ile rengin bir kumaştan diğerine transferidir. Genellikle boyama işleminin ardından veya fiske olmamış boya nedeniyle ortaya çıkmaktadır. Rengin atması, bölgesel bir aşınma nedeni ile kumaşın ya da giysinin belirli bölgelerinde ortaya çıkan renk değişimidir. Boncuklanma ise küçük lif topları halinde gözlemlenen kumaş yüzey hatasıdır. Kumaşın sürtüldüğü yüzey açısından aşınma tipleri şunlardır:

- Kumaşın kumaşa sürtünmesi ile aşınma,
- Kumaşın tekstil olmayan bir yüzeye sürtünmesi ile aşınma,
- Kumaş bileşenleri arasındaki sürtünmesi ile aşınma,
- Kumaş içerisindeki yabancı maddelerle aşınma.

Kumaşın aşınma direncini etkileyen faktörler şunlardır:

- Lif cinsi,
- Lifin kopma mukavemeti ve eğilme direnci,
- Lif inceliği ve uzunluğu,
- İplik eğirme sistemi, iplik numarası ve bükümü,
- Kumaş sıklığı, kalınlığı ve örgü tipi,
- Kumaşın gördüğü terbiye işlemleri (Okur, 2002; Tayyar, Sarı ve Yağız; 2011).

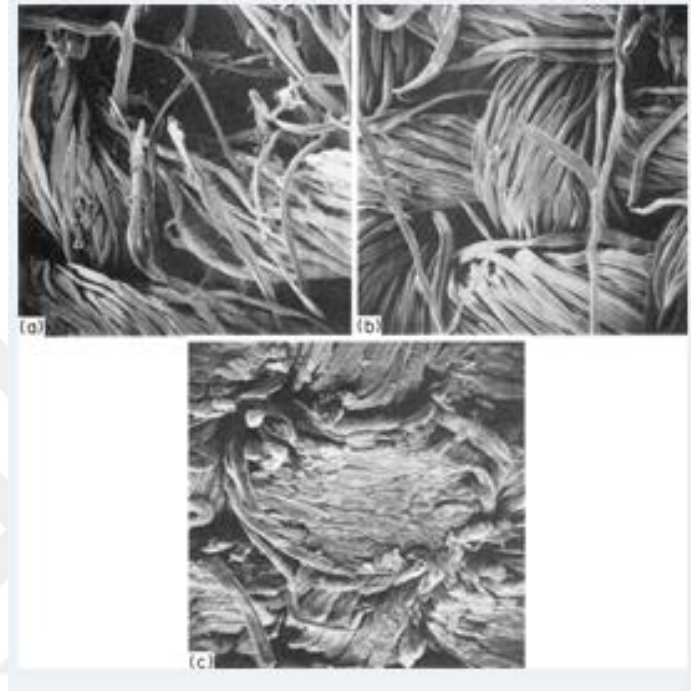


Şekil 1.3 Aşınma test cihazı (Bueno, Lamy ve Renner, 2002)

1.2.3 Boyut Değişimi

Tekstil ürünlerinde çekme ve/veya salma boyutsal değişim olarak tanımlanır. Tekstil mamülleri için yıkamada boyut değişimi problemi her zaman önemli ve üzerinde sürekli çalışılan bir konu olmuştur. Kalite bilincinin kalite değerlendirmesinde boyut değişimi birinci derecede rol oynamaktadır. Örne kumaşların yapılarının dokuma kumaşlara göre daha gevşek olması, birim alandaki bağlantı sayısının az olması nedeniyle ıslandıklarında daha fazla boyut değişimi meydana gelmektedir. Örne kumaşların çekmesine etki eden birçok faktör tanımlanmıştır. Lif karakteristiği, iplik bükümü, ilmek uzunluğu, kullanılan makina tipleri, örme kumaşın makinada sarılırken üzerine aldığı gerilim, terbiye işlemlerinin farklılığı, dikim işlemleri, yıkama ve kurutma metotlarının farklılığı bunlardan

bazılarıdır. Genellikle çekme şeklinde kendini gösteren boyutsal değişim, gevşeme çekmesi ve ilerleyen çekme olarak karşımıza çıkmaktadır. Gevşeme çekmesi, kumaşa dokuma veya örme sırasında uygulanan gerilim kuvvetlerinin serbest kalmasının bir sonucudur. İlerleyen çekme ise tekrarlanan yıkamalar sonucu ortaya çıkar.



Şekil 1.4 Pamuk ve pamuk-selüloz kopolimerlerinin aşınma dayanımlarının SEM mikroskopunda karşılaştırılması. Aşındırılmış pamuklu kumaş (a), selüloz-poliakrilnitril-polibutylmetakrilat kopolimeri (b), Aşındırılmış pamuk selüloz kopolimeri (c) (Jett ve Arthur, 1989)

Çekme problemi üç farklı aşamada karşımıza çıkar:

- Lif aşaması,
- İplik aşaması,
- Kumaş aşaması.

Viskon kumaşlarda çekme asıl olarak lif ve iplik düzeyinde gerçekleşmektedir. Bu sebeple sanfor işlemi viskon kumaş üzerinde etkili değildir (Demirhan ve Meriç, 2005; Arslan 2006).

1.2.4 Boncuklanma

Boncuklanma tekstil yüzeylerinde yıkama ve giyim gibi mekanik etkilerden doğan sürtünme sonucu, bir ya da daha fazla sayıda lifle tutunan küçük, karmaşıklaşmış lif kümesinin oluşması ve tekstil yüzeyine hoş olmayan bir görünüm veren kumaş yüzey hatasıdır. Pilling problemi sadece yüzeyin görünüş ve kullanımını bozmakla kalmaz, iplik yapısından lif ayrıldığı için kullanım süresi de kısalmır. Örme kumaşların yoğunluğu dokuma kumaşlara göre daha az olduğundan, liflerin yüzeye göçü daha kolay olup pilling daha fazladır. Pilling iplik ve örgü yüzey özelliklerine bağlı olarak değişir. Boncuk oluşumu genellikle hav oluşumu, boncuk karmaşıklaşması, boncuk büyümesi ve boncuğun uzaklaşması olarak dört aşamada incelenmektedir. Tablo 1.2 boncuklanmanın üç farklı durumu sol tarafında listelenmiş ve bu durumlar üzerinde önemli lif özellikleri sağ tarafta gösterilmiştir (Akkış, 2006; Kahraman, 2006).

Tablo1.2 Boncuklanma durumunda etkili lif özellikleri (Kahraman, 2006)

Durumlar	Lif Özellikler
Tüy oluşumu	Sürtünme
	Bükülmezlik, serlik, rijitlik
	Kopma dayanımı
	Sürtünme direnci
Karmaşıklık	Biçim, şekil
	Doğrusal yoğunluk
	Bükülmezlik
	Geri kazanma
	Sürtünme
	Uzama, genişleme
Boncuk kopması	Kopma dayanımı
	Esneklik ömrü

Yapılan bir çalışmada boncuklanma mekanizmasının şu aşamalardan meydana geçtiği belirtilmiştir.

A: Boncuklanma başlamadan önce

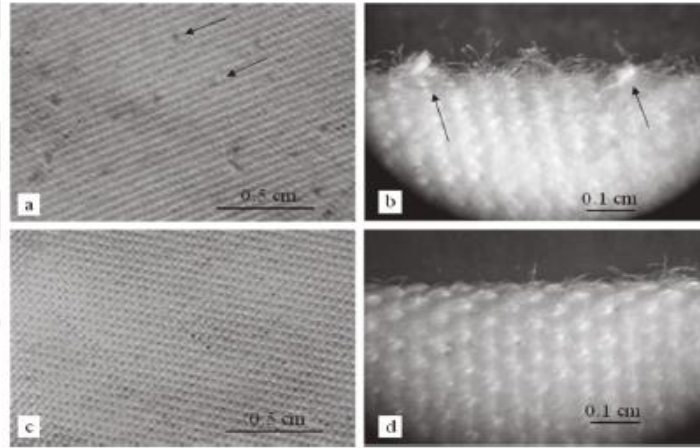
B: Lif uçlarının kumaş yüzeyinde açığa çıkması

C: Lif uçlarının karmaşıklaşması ve boncuk oluşumunun başlaması

D: Boncuğun büyümesi

E: Boncuğun kumaş yüzeyinden ayrılması

F: Boncuğun kopmasının ardından yeni boncuk oluşumu için hazır lif uçları şeklinde olup bu aşamalar Şekil 1.6'de gösterilmiştir.



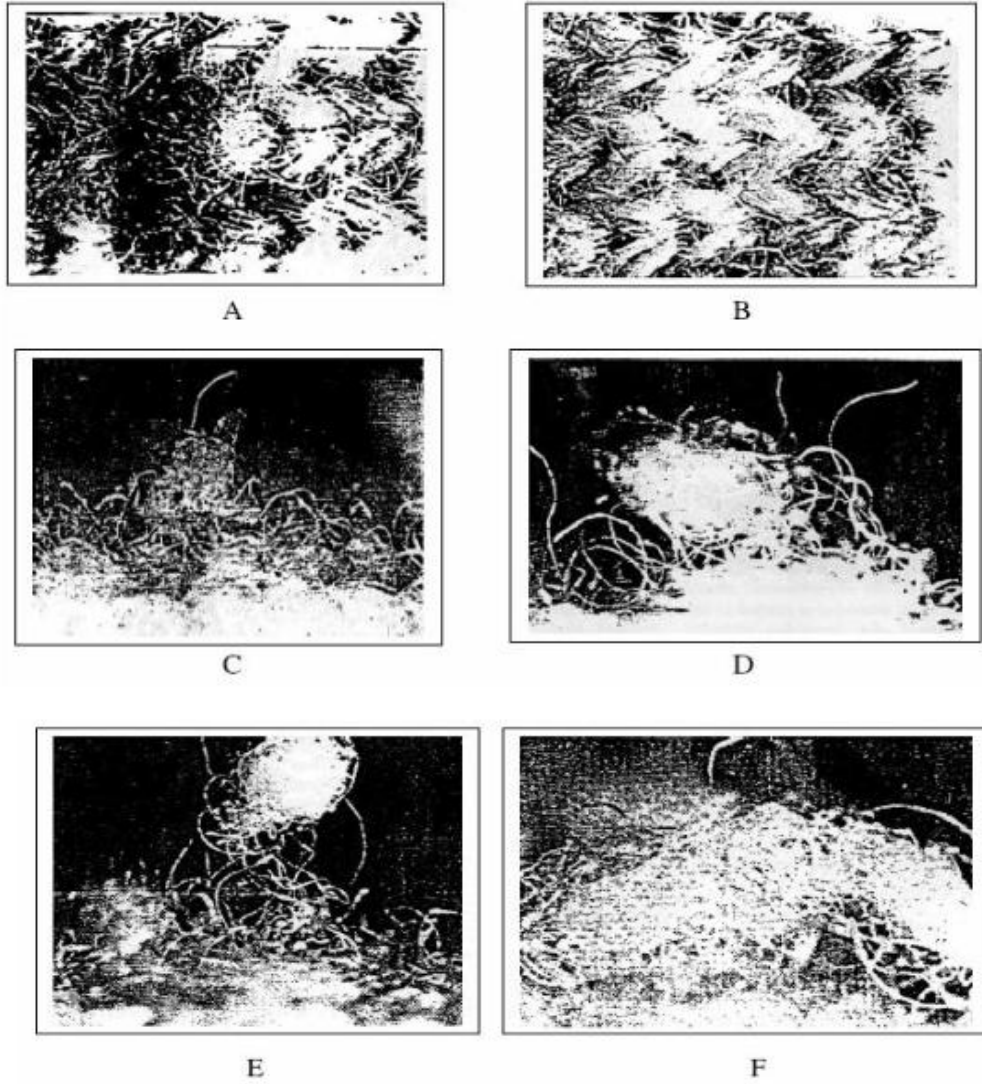
Şekil 1.5 Boncuklanma testinden sonra kumaşların fotoğrafları: (a,b) işlem görmemiş kumaş; (c,d) $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ile kaplanan kumaş (Brzeziński, Kowalczyk, Borak, Jasiorski ve Tracz, 2011)

1.3 Kumaş Görünümünü İyileştirme Yöntemleri

1.3.1 Biyo-parlatma

Selüloza hidrolize eden enzimlerin, kumaş yüzeyinden dışarı çıkan lif uçlarını uzaklaştırma işlemine biyo-parlatma (bio-polishing veya antipilling) bitim işlemi denir. Biyo-parlatma işlemi elyaf, kumaş veya giysi formundaki selüloz içeren mamüllere uygulanmaktadır. Pamuklu kumaşlar, poliestер/pamuk karışımı kumaşlar, keten ve rami kumaşlar, rejenere selüloz esaslı kumaşlar üzerinde sonuçlar alınmaktadır. Selüloz lifleri için biyo-parlatmada en çok kullanılan enzimler selülaz

enzimleri olup özel katalitik etki sonucu selüloz molekülünün 1,4 glikoz bağı kırılmaktadır. Yüzeydeki lif uçları biyokatalitik etkiyle parçalandıktan sonra ek bir mekanik etkiyle uzaklaştırılmaktadır. Bu tür bir mekanik etki için tamburlu, jet veya overflow tipi makinaların kullanılması gerekmektedir. Tablo 1.1’de verilen örnek reçete ile biyoparlatma işlem pH: 4,5-5,5’da 50°C sıcaklıkta, 45-60 dakika işlem yapılmalıdır (Sarışık, 2001; Çoban, 1999; Teal, 1997).



Şekil 1.6 Boncuklanma mekanizmasının aşamaları (Kahraman, 2006)

Tablo 1.3 Pamuklu kumaşlar için asidik selüloz enzimiyle örnek çalışma reçetesi

%2 selüloz enzimi
2-3 g/l pH tamponlayıcı madde
0,5 g/l uygun ıslatıcı madde
0,2 g/l kırık önleyici madde (gerekirse)

Biyoparlatma işlemiyle sağlanan etkiler şu şekilde sıralanabilir:

- Daha düşük tüylülükte temiz ve pürüzsüz bir yüzey,
- Boncuklanma oluşma eğiliminde azalma,
- Daha iyi tutum,
- Ticari yumuşatıcılarla kombine edildiğinde benzersiz bir yumuşaklık,
- Yüzeydeki nope benzeri hataları ortadan kaldırmak,
- Daha kontrolü bir baskı elde etmek,
- Liflerin yapısına su alma yeteneğinin iyileşmesi,
- Kullanılmış bir görünüm elde etmek (Ciechańska, Struszczyk, Miettinen-Oinonen ve Strobin, 2002; Mavruz ve Oğulata, 2008; Laga, Wasif ve Shah, 2010; Balcı, Asker ve Kurtoğlu, 2010; Duran ve Ayaz, 1999).

1.3.1.1 Biyo-parlatma İşleminin Mamülün Boncuklanma Eğilimine Etkisi

Biyo-parlatma işleminin uygulanması boncuklanma eğiliminin azaldığı görülmüştür. Ayrıca işlem süresinin uzaması boncuklanma değerinin düşmesini sağlamıştır. Tablo 1.4'te biyo-parlatma işlemi görmüş örneklerin çoklu yıkamalar sonunda elde edilen boncuklanma değerleri görülmektedir (Sarışık, 2001; Köylüoğlu, 1993).

Mavruz ve Oğulata'nın (2009) yaptığı çalışmada biyoparlatma işlemi uygulanmış örme kumaşların boyut değişimi, patlama mukavemeti, pilling gibi bazı fiziksel özelliklerine çoklu yıkamaların (10 ve 20 yıkama) etkisi araştırılmıştır. Enzim konsantrasyonunun kumaşların en ve boy yönündeki boyut değişimine anlamlı bir etkisinin olduğu ve konsantrasyon arttıkça boyut değişiminin azaldığı tespit

edilmiştir. Uygulanan enzim prosesi kumaş yüzeyindeki tüycükleri uzaklaştırmış ve lif yapısına zarar vererek kumaşın patlama mukavemeti değerlerini azaltmıştır. Artan enzim konsantrasyonu numunelerin pilling eğilimini azaltmıştır.

Tablo 1.4 Biyo-parlatma işleminin boncuk oluşumuna etkisi

	Yıkanmamış	5 Yıkama sonrası	20 Yıkama sonrası
İşlem görmemiş	2	2	1
Biyo-parlatılmış	5	4	4

*Martindale boncuklanma testi: 5= Boncuk oluşumu yok, 1= Kuvvetli boncuk var

1.3.1.2 Biyo-parlatma İşleminin Mamülün Yumuşaklığına ve Tutumuna Etkisi

Biyo-parlatma sonucunda örnekler hissedilebilir düzeyde yumuşaklık ve dökümlülük kazanmaktadır. Danimarka Giyim ve Tekstil Enstitüsü tarafından yapılan panel testi sonucunda 30 dakikanın üzerindeki işlem sürelerinde tutumda iyileşme sağlanmıştır. Örneklerin yumuşaklık artışına bağlı olarak eğilme dayanımı azalmıştır.

1.3.1.3 Biyo-parlatma İşleminin Mamülün Hidrofilliğine Etkisi

Klasik yumuşatıcıların aksine selüloz ile işlem gören örneklerin hidrofilliğinde bir azalma görülmemektedir. Yapılan bir çalışmada örneklere çeşitli konsantrasyon, işlem süresi ve pH'larda yapılan biyo-parlatma işlemi sonunda, selüloz enzimlerinin boyarmadde alımını, yumuşaklığı ve hidrofilliği arttırdığı gözlenmiştir.

1.3.1.4 Biyo-parlatma İşleminin Mamülün Mukavemetine Etkisi

Biyo-parlatma işlemi ile selüloz enzimi pamuğu kısmen hidrolize etmesi beklenen bir durumdur. Ancak mukavemetteki bu düşüş, kumaşa zarar verecek düzeyde olmamaktadır.

Mavruz ve Oğulata'nın (2008) yaptığı çalışmada %100 pamuklu süprem kumaşların patlama mukavemeti değerleri biyoenzim türü ve konsantrasyonuna bağlı olarak değişmiştir. Biyo-parlatma işlemi, yüzeydeki tüycükleri uzaklaştırırken, lif yapısına deforme edip, bir miktar mukavemet kaybına neden olmuş, biyoenzim yüzdesi arttıkça bununla orantılı olarak patlama mukavemeti değerleri azalmıştır.

1.3.2 Çitosanla Kaplama

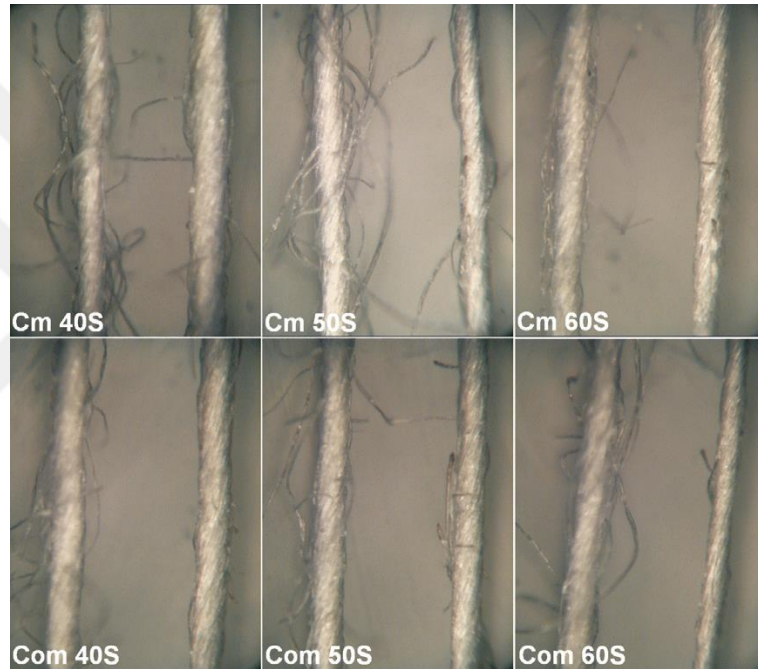
Çitosan, çitinin kısmen deasetilasyonu sonucu elde edilmiş olup su arıtma, biyomedikal uygulamalar, ziraat, biyoteknoloji ve tekstil liflerinin bitim işlemlerinde kullanılmaktadır. Çitosan ayrıca pamuklu kumaştaki nopeleri kaplamak içinde kullanılmaktadır. Çitosan kaplaması kumaş dokunmadan önce ipliklere uygulanmaktadır. Nope içeren lifler, çitosan, non-iyonik ıslatıcı madde ve sodyum sülfat içeren karışım ile kaplanır. Bu sayede kumaşların direk ve reaktif boyarmadde alımı kolaylaşır. Ayrıca olgun olan ve olmayan pamuklu lifleri arasındaki renk farklılığı önlemiş olmaktadır. Ancak çitosanla bitim işlemi gören kumaşların yıkama haslığının ve renk haslığının düşük olduğu görülmektedir. Ancak bu problem kuartörner amonyum bileşikleri ile giderilebilmektedir (Teal, 1997).

1.3.3 Yakma

Yakma işlemi, tekstil materyalinin görünümünü güzelleştirici, kullanım ve daha sonraki işlemler için özelliklerini geliştirici mekanik bir dış yüzey işlemidir. Yakma işlemiyle birlikte iplikteki tüylülük büyük ölçüde uzaklaştırılırken buna bağlı olarak görünüm, incelik, düzgünlük ve çekme özellikleri etkilenmektedir.

Beklerden çıkan alev tekstil yüzeyini yalayarak kısa lif çıkıntılarını uzaklaştırır. Bek pozisyonları ve bekten çıkan alevin taşıdığı özellikler yanma efektini etkilemektedir. Örme kumaşların germeye karşı hassas olmaları nedeniyle gerilime özellikle dikkat edilmesi gerekir. Örgü kumaşlar açık ende veya tüp halde yakmak mümkündür (Ekmekçi ve Duran, 2001).

Xia ve ark. (2009) yaptığı çalışmada taranmış ring ve kompakt ring iplikler, yakma işlemine tabi tutulmuş ve her iki iplik türünde de işlem görmeden önce ve işlemden sonraki tüylülük, düzgünlük, incelik ve çekme mukavemeti değerleri incelenmiştir. Özellikle 3 mm’den daha kısa tüyler olmak üzere genel olarak tüylülük yakma işleminden sonra oldukça azalmıştır. Kompakt ring iplikleri, taranmış ring ipliklerine göre daha yüksek tex değerleri verirken daha az ağırlık kaybına uğramıştır. İpliklerin varyasyon katsayısı yakma işleminden sonra çok az yükselme göstermiştir.



Şekil 1.7 Kompakt (Com) ve taranmış (Cm) ring ipliklerinin yakma işlemi ve sonrası görünüşleri (Sol taraftaki fotoğraflar yakma işlemi öncesi, sağ taraftaki fotoğraflar yakma işlemi sonrası)

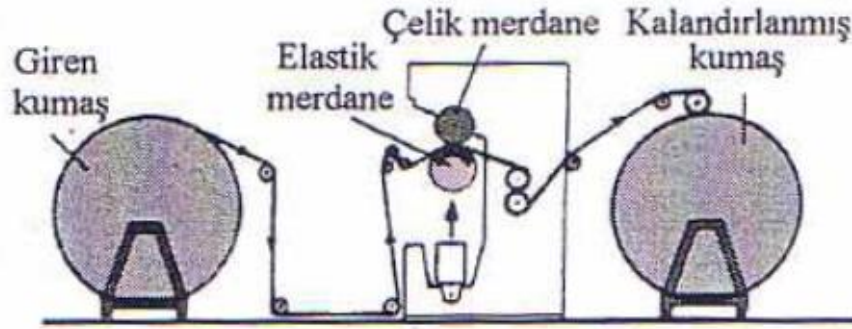
1.3.4 Kalandırlama

Kalandırlama işlemi, kumaşı basınç altındaki en az iki silindir arasından belirli bir hızda geçirerek yüzeyin düzgün hale gelmesi olarak tanımlanabilir. Silindirlerden küçük olan çelikten yapılmış olup büyük olan elastikten yapılmıştır. Yün hariç, pamuklu, sentetik ve bunların karışımı bütün kumaşlara uygulanabilen mekanik bir apre işlemidir. Kalandırlama işlemi sonucu kumaşta şu değişiklikler meydana gelir:

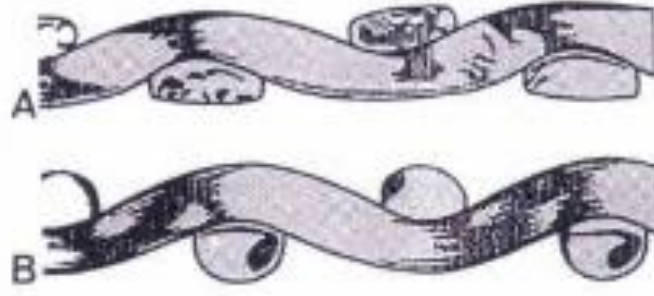
- Kumaş tutumu iyileşir.
- Kumaşın her tarafında aynı kalınlığa ulaşılır.
- Kumaşın yüzeyi düzgünleşir.
- Dokunun sıkılaştırılması ile atkı kaymaları önlenir ve kumaşa daha kapalı bir görünüm kazandırır.
- Kumaşta parlaklık artar, iplikler ezilir ve ışık yansıtan yüzey artar.

Kalandırlama işlemini lif cinsi, doku yapısı, içerdığı nem miktarı ile daha önce gördüğü işlemlerin yanında kalandır özellikleri de etkilemektedir. Kalandır özellikleri olarak:

- Kalandırdaki silindirlerin sayısı ve cinsi
 - Silindirlerin dış yüzey yapıları
 - Uygulanan basınç
 - Silindir sıcaklığı
 - Kumaşın silindirler arasındaki geçiş hızı, durumu ve geçiş sayısı
- etki eden faktörler arasındadır (Çoban, 1999; Mantarlar, 2006; Alan ve Tercan, 2011; Şahin, 2011).



Şekil 1.8 İki silindirli basit kalandırdan kumaşın geçişi (Mantarlar, 2006)



Şekil 1.9 Kalandırlama ile kumaş yapısındaki değişim. A-kalandırlanmamış, B-kalandırlanmış (Mantarlar, 2006)

1.3.5 Şardonlama

Kumaşa özellikle atkı ipliklerinin içerisinde liflerin kumaş yüzeyine çıkarılması ve tüylü bir yüzey oluşturulmasıdır. Piyasada flanel, beaver, peluş ve velur tipinde çeşitli şardonlu kumaşlar kullanılmaktadır. Şekil 1.10'da çift tamburlu şardon makinası gösterilmiştir.



Şekil 1.10 Çift tamburlu şardon makinası (Sabır ve Maralcan, 2010)

Şardonlama işleminin başlıca amaçları şu şekilde sıralanabilir:

- Kumaşa yumuşak bir tutum kazandırmak,
- Kumaşa tüylü bir görünüm kazandırmak,
- Tüylendirilmiş kumaşın lifler arasında daha fazla hava barındırması ile izolasyon etkisi yaratıp kumaşın sıcak tutmasını sağlamak,

- Giyim konforunu artırmak,
- Özellikle sentetik liflerden yapılmış kumaşlarda kumaş yapısını sıkılaştırmaktır.

Eğer liflerin tutunma dayanımları mutlak kopma dayanımlarından yüksek ise kısa tüylü hav tabakası elde edilmektedir. Ancak liflerin tutunma dayanımları çok düşük olması halinde şardonlama elementleri tarafından yakalanan lifler tamamen dışarı çıkacağından, şardonlama döküntüsü olarak mamülden uzaklaşacaktır.

Liflerin mamül içerisinde birbirine tutunma dayanımlarını etkileyen faktörler şunlardır:

- Lifin üst yüzey yapısı,
- Lifin incelik uzunluk ve kıvrıkcılığı,
- Lif yüzeyinde kullanılan şardon yağları ve yumuşatıcılar (özellikle anyonik),
- İplik bükümü,
- Kumaş yapısı,
- Kumaş sıklığı,
- Kumaşın daha önce gördüğü kimyasal ve fiziksel işlemler (Çetin, 2007; Çoban, 1999).

1.3.6 Zımparalama

Zımparalama işleminin diğer adı sütleme olup zımparalama işlemi sonucunda kumaş yumuşak kaygan bir tutum ve yapay deri görünümüne benzer bir görünüm kazanmaktadır. Bu işlem boncuklanmaya azaltmak ve şardonlamaya ön hazırlık yapmak amacıyla da kullanılmaktadır. Renk efekti ve desenlendirme amacıyla sulu zımpara ve bölgesel zımpara yapabilen zımpara makineleri bulunmaktadır (Çetin, 2007; Çoban, 1999).

1.3.7 Sol-jel Metodu

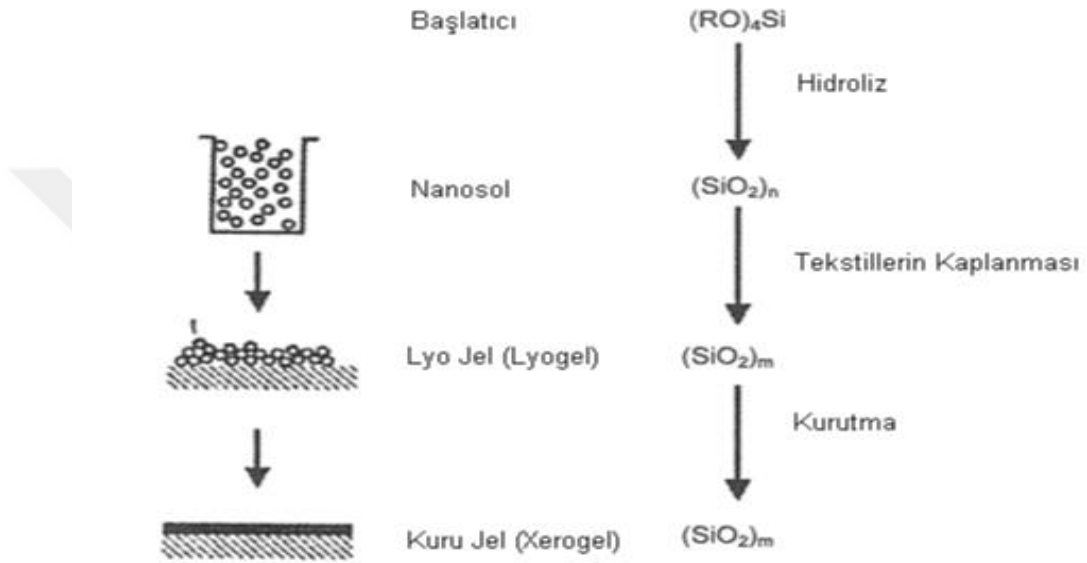
Bir sıvı ile koloidal katı partiküllerinin oluşturduğu stabil süspansiyona sol denir. Belirli bir jelleşme noktasından sonra oluşan üç boyutlu ağ yapısı ise jeli oluşturur. Sol hazırlama reçetesi, metal alkoksit veya metal tuzlarından oluşan başlatıcı madde, şelatlama maddesi (katalizör) ve çözgen maddesinden meydana gelmektedir. Sol-jel metodunda ana reaksiyonlar hidroliz ve kondenzasyon sırasında meydana gelmektedir.

Sol-jel yönteminde işlem adımları sırasıyla sol hazırlama, jelleşme, kurutma, ısıtma işlem veya oksidasyon, katılaşma veya tavlama. Sonuç olarak film, kaplama veya toz halinde seramik materyal elde edilir. Tekstilde sol-jel yönteminde kullanılan materyalden dolayı sinterleme (katılaşma) ve tavlama (annealing) adımları uygulanmamaktadır. Stabil saydam solüsyon hazırlandıktan sonra kondenzasyon reaksiyonu sırasında polimerizasyon derecesi belli bir değere ulaştıktan sonra jelleşme meydana gelmeye başlar. Bu noktadan sonra stabil süspansiyon sıvı bir durumdan elastik özellik gösteren bir materyale dönüşür ve jelleşme noktası viskozimetre ile ölçülür. Üç boyutlu ağ yapısındaki organik içerikleri uzaklaştırmak için yüksek sıcaklıkta ısıtma işlem uygulanır. Bu şekilde homojen ve saf bir malzeme elde edilir (Cireli, Kutlu, Onar ve Erkan, 2006). Şekil 1.11’de sol-jel metodunun işlem basamakları gösterilmiştir.

1.4 Çalışmanın Amacı

Bu çalışmada viskon lifinin kullanım ve görünüm özellikleri geliştirmek ve çoklu yıkamalara karşı dayanımını artırmak amaçlanmıştır. Bu amaçla yapılan daha önceki çalışmalarda reçetelerde formaldehit içeriğinin insan sağlığını olumsuz etkilemesinden dolayı konvansiyonel yöntemlere alternatif olarak sol-jel yöntemi geliştirilmeye çalışılmıştır. Sol-jel yönteminin bu çalışmada tercih edilmesinin diğer bir nedeni ise kullanılan kimyasal madde miktarının konvansiyonel yöntemlere göre çok daha az olmasıdır. Sol-jel yönteminin viskonun lifinin kullanım ve görünüm özellikleri üzerindeki etkisinin değerlendirmek için sol-jel yöntemi ile formaldehit

içeren ve içermeyen diğer konvansiyonel yöntemlerin karşılaştırılması yapılmıştır. TEOS (tetraetoksi silan) ve GPTMS (glisidiloksipropil trimetoksisilan) gibi silan başlatıcıları kullanılmıştır. Katalizör olarak asidik ve bazik katalizörler kullanılmış olup asidik ve bazik hidroliz etkisi incelenmiştir. Az miktarda kullanılan TEOS ve GPTMS'nin maliyetinin fazla olmasından dolayı mol oranı optimizasyonu çalışması yapılmıştır.



Şekil 1.11 Sol-jel yöntemi işlem akışı (Celep, 2007)

1.5 Literatür Özeti

Abidi, Hequet ve Tarimala (2007), su iticilik ve buruşmazlık özelliklerini geliştirmek için pamuklu kumaşlara viniltrimetoksisilan (VTMS) ile asidik ortamda işlem yapmışlardır. Belirli bir konsantrasyona kadar VTMS miktarındaki artış buruşmazlık derecesini artmış bu noktadan sonraki ilaveler buruşmazlık derecesinin düşmesine neden olmuştur. En yüksek 260° buruşmazlık açısı değeri elde edilmiştir. İstatistiksel analizler buruşmazlık açısı üzerinde $CH_2=CH-Si(OCH_3)_3$ konsantrasyonunun artmasının önemli bir etkisinin olduğunu göstermiştir. 3,6 mol/l VTMS içeren çözelti ile işlem gören pamuklu kumaşın buruşmazlık açısının %80 geliştiği gözlenmiştir. Bu demek oluyor ki fonksiyonalize edilen pamuklu kumaşın buruşmazlık etkisi göstererek deformasyondan geri dönüş eğilimi, muamele

edilmeyen kumaştan daha yüksektir. 3,6 mol/l konsantrasyondan daha yüksek konsantrasyonlarda buruşmazlık derecesinde az miktarda azalma gözlenmiştir. Bunun nedeni daha yüksek VTMS konsantrasyonlarında polisilan networkünün oluşumu daha büyük moleküller ile sonuçlanır ve bu moleküller selüloz zincirleri arasında hareket edemez ve selüloz ile kovalent bağlar oluşturamaz. Dolayısıyla selüloz zincirleri tekrardan birbirlerine göre kaymaya başlarlar.

Alongi, Ciobanu ve Malucelli (2012), çalışmalarında tetraetilortasilikat, tetraetilortatitanat, tetraetilortozirkonat ve alüminyum izopropilat başlatıcıları kullanarak sol-jel tekniğine göre kaplanmış örneklerin mekaniksel özellikleri değişikliği uğramadan termal stabilitesi ve güç tutuşurluğu geliştirilmesi amaçlanmıştır. Martindale metoduna göre 2100 devirde işlem görmemiş pamuklu kumaşın yüzeyinde zarar meydana geldiği tespit edilmiştir. Çeşitli başlatıcılarla sol-jel metoduna göre işlem gören kumaşların görünümünde belirli bir zarar gelmesi (delik gibi) için gerekli olan aşınma devir sayıları oldukça yükselmiştir. Özellikle Yoldas metoduna göre hazırlanan alüminyum oksit sol çözeltisi ve tetraetilortatitanat başlatıcısının hidroliziyle elde edilen titanyum dioksit sol çözeltisiyle kaplanan örneklerin devir sayıları 3 kat yükselmiştir. Ancak zirkonyum dioksit sol çözeltisiyle kaplanan örneklerin performansı diğer metal alkoksitlere göre oldukça düşük çıkmıştır. Elektron mikroskopunda görüldüğü gibi kumaş yüzeyindeki zirkonyum dioksit dağılımının diğer metal alkoksitlere göre daha kötü olmasından dolayı aşınmaya karşı direnci daha az olabileceği düşünülmektedir.

Brzezinski, Kowalczyk, Borak, Jasiorski ve Tracz (2011), başlatıcı madde olarak (3-glisidiloksipropil) trimetoksisilan ve alüminyum isopropoksit kullanılarak üretilen modifiye hibrid $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sol çözeltisi ile kaplanan poliester/pamuk karışımı kumaşların aşınma ve boncuklanma dayanımını incelemişlerdir. Kumaşların aşınma dayanımı %38 artarken 5 yıkama sonunda bu değerde değişme gözlenmemiştir. İşlem görmemiş kumaşın boncuklanma dayanımı 2-3 iken $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sol çözeltisi ile kaplanan kumaşın boncuklanma dayanımı 5 olarak gözlenmiştir. Lif yüzeyindeki hibrid kserojel kaplamanın uniform olarak dağıldığı bu nedenle yüksek elastikiyete sahip olduğu görülmüştür.

Huang, Nien, Hsiao ve Chang (2006), çalışmalarında, pamuklu kumaşlar, Hoover metoduna göre üretilen dimetiloetilen üre (DMEU), değişik konsantrasyonlarda TEOS ve çeşitli hacimlerde isopropanol (IPA) içeren çözelti ile emdirme, kurutma ve fiksaj işlemlerine tabi tutulmuştur. FTIR sonuçlarına göre pamuk lifleri ile DMEU etherleşme reaksiyonu gösterirken, DMEU'nin fonkyonel grubu $>C=O$ ile SiO_2 'nin $-OH$ grubu arasında hidrojen bağları oluşmuştur. Ayrıca çözgen maddesi olarak su yerine IPA'nın kullanılması absorbsiyon pikinin düşük frekans aralığına kaymasına neden olmuştur. TEOS, kumaşların buruşmazlık özelliklerini (DCRA/WCRA), çekme mukavemetlerini, ısıl dayanımlarını ve sararma özelliklerini geliştirmiştir, ancak kumaşların yumuşaklık değerlerini az da olsa düşürmüştür. IPA ise kumaşların çekme mukavemeti değerlerini düşürmüştür ancak buruşmazlık özelliklerini iyileştirmiştir. Fiksaj süresi açısından bakıldığında, süre uzadıkça kumaşların çekme mukavemet değerleri düşerken, lifler ve kimyasallar arasında çapraz bağlanma reaksiyonları artacağından kumaşların buruşmazlık açıları yükselmiştir. Fiksaj sıcaklığı arttıkça kumaşların çekme mukavemetleri azalırken DCRA ve WCRA değerleri artmaktadır. Kumaşların yumuşaklık değerleri ile fiksaj sıcaklığı arasında anlamlı bir ilişki gözlenmemiş olup en iyi sarılık indeksi değeri $130^{\circ}C$ 'de elde edilmiştir. TGA analizine göre işlem görmemiş kumaşta piroliz tek adımda meydana gelirken işlem görmüş kumaşta 2 adımda meydana gelmiştir. 20 yıkama sonucu sol-jel işlemine göre kaplanan kumaşın buruşmazlık açısı %4 düşüş gösterirken konvansiyonel yöntemle göre kaplanmış kumaşta bu düşüş çok azdır. Ancak 20 yıkama sonrasında bile sol-jel işlemiyle kaplanan kumaşlarda çekme mukavemeti ve yumuşaklık değerleri konvansiyonel yöntemle göre kaplanan kumaşlardan daha iyi çıkmıştır. Kumaşların DMEU ve %3 TEOS ve az miktarda IPA ile kaplanması sonucu buruşmazlık ve çekme mukavemetlerinin geliştirilebileceği gözlenmiştir.

Huang, Hwang, Chen, Lin, ve Wang (2007a), çalışmalarında değişik mol oranlarında (3:7, 5:5, 7:3, 10:0) 1,2,3,4 butanetetrahidrokarboksilik asit (BTCA)/maleik anhidrid (MAH) ve değişik konsantrasyonlarda TEOS (%0, 1.5, 3.0) kullanılarak sol-jel çözeltileri hazırlanmıştır. Ham kumaş, konvansiyonel yöntemle ve sol-jel yöntemiyle işlem görmüş kumaşların kuru ve yaş buruşma açısı (DCRA/WCRA), kopma mukavemeti (TSR), sararma indeksi ve yumuşaklık değerleri incelenmiştir. Sol çözeltilisine TEOS ilavesi kumaşların buruşma dayanımı, mukavemeti ve sararma

özelliklerini geliştirirken, yumuşaklık değerlerini çok az miktarda azaltmıştır. Çözeltideki BTCA mol oranı ve TEOS konsantrasyonu artıkça kumaşların kuru ve yaş buruşma açısı değerleri yükselmiştir. Kumaşların çözgü yönü mukavemet değerleri, BTCA mol oranı arttığında azalmakta, ancak TEOS konsantrasyonu yükseldiğinde artmaktadır. Ayrıca işlem sıcaklığının artmasıyla kumaşların DCRA/WCRA değerlerinin yükseldiği gözlenmiştir. İşlem sıcaklığının mukavemete etkisi incelendiğinde her ne kadar sıcaklık arttığında kumaşların mukavemet değerleri düştüğü gözlenirse de birçok kumaşın mukavemet değerleri konvansiyonel yöntemle göre işlem gören kumaşın mukavemet değerinden yüksek çıkmıştır. İşlem sıcaklığının kumaş yumuşaklık değerlerini etkilemezken kumaşların sararma indeksini olumsuz yönde etkilemiştir. Sol çözeltisindeki BTCA/MAH konsantrasyonu (%6, 8, 10, 12) artıkça mukavemet değerleri düşerken, buruşmalık açıları başta yükselmiş, %12 konsantrasyonda ise düşüş göstermiştir. FT-IR ve ^{13}C NMR analizlerinde BTCA/MAH ve SiO_2 arasında H_2O meydana geldiği görülmüştür. Sol çözeltisi ile işlem görmüş kumaşlarda 20 yıkamadan sonra fiziksel özelliklerinde önemli bir düşüş gözlenirse bile yumuşaklık dışında bütün açılardan bakıldığında konvansiyonel yöntemle göre işlem görmüş kumaşlara göre üstün durumdadır. BTCA/MAH (5:5), %3 TEOS içeren sol çözeltisiyle emdirilen ve 80°C , 5 dk ön kurutma, 170°C , 2 dk fiksaj işlemine tabi tutulan kumaşlar, DMDHEU ile işlem gören kumaşların buruşma dayanımına yaklaşık değerinde ve daha yüksek değerinde mukavemete sahip olabilirler.

Huang, Yang, Lin ve Lian (2007b), çalışmalarında DMDHEU ile işlem görmüş pamuklu kumaşlar, farklı mol oranlarında ve çeşitli fiksaj sıcaklıklarında TEOS/titanyum IV n-bütoksik (TTB) içeren sol çözeltileri ile kaplanmıştır. FTIR ve NMR analizlerine göre SiO_2 ile DMDHEU arasında hidrojen bağları oluşmuştur. Fiksaj sıcaklığının artmasıyla birlikte kumaşların DCRA/WCRA değerleri yükselirken, mukavemet değerleri düşmüştür. Aynı zamanda sıcaklığın artmasıyla kumaşların sarılık indeksleri artarken yumuşaklık değerleri daha az etkilenmiştir. Ayrıca işlem görmüş kumaşların buruşmazlık özellikleri (DCRA ve WCRA), çekme mukavemetleri ve sarılık indeksleri TEOS mol oranı arttıkça iyileştiği görülmüştür. Ancak işlem görmüş kumaşların yumuşaklık değerleri TEOS mol oranı arttıkça olumsuz etkilenmiştir. TEOS/TTB mol oranı 10/1 olduğu zaman kumaşların

DCRA/WCRA ve çekme mukavemetlerinde gerileme, sarılık indeksinde iyileşme görülmektedir. Bu durum büyük partiküllerin aglomerasyonu sonucu partiküllerin lif moleküllerine nüfuz etmesinin zorlaşması şeklinde açıklanabilir. Bundan başka TEOS/TTB ile işlem görmüş kumaşın UV dayanımı konvansiyonel yöntemle göre işlem görmüş kumaşa ve ham kumaşa göre çok daha iyi çıkmıştır. Bu durum sol çözeltilerindeki TiO_2 varlığıyla açıklanabilir. Sol çözeltileri ile işlem görmüş kumaşların 20 yıkama sonrası DCRA/WCRA, mukavemet ve UV dayanım değerlerinde düşme gözlenmiştir. Bu durum sol çözeltileri ile işlem görmüş kumaşlarda kullanılan bitim işlem maddelerinin yıkama sırasında uzaklaştığını gösterse bile yumuşaklık dışında diğer tüm özelliklerde, konvansiyonel yöntemle göre işlem yapılmış kumaşlara nazaran daha iyi sonuçlar elde edilmiştir.

Lam, Kan ve Yuen (2011b), DMDHEU ve değişik konsantrasyonlarda TiO_2 'den oluşan çözelti ile kaplanan kumaşların kuru buruşmazlık açıları, UPF değerleri, yırtılma ve çekme mukavemetlerini incelemiştir. Pamuklu kumaşların buruşmazlık açıları DMDHEU miktarı arttıkça iyileşme göstermiştir özellikle TiO_2 ilavesi olumlu yönde etkilemiştir. Ayrıca eklenen TiO_2 veya nano TiO_2 ilavesi, UV koruma özelliklerini geliştirmek için multifonksiyonel bitim işlemi maddesi olarak görev almıştır. DMDHEU ile işlem gören ve ardından fiksaj yapılan kumaşların yırtılma ve çekme mukavemetleri düşmüştür. Katalizör olarak ilave edilen TiO_2 veya nano TiO_2 örneklerin yırtılma mukavemetini az da olsa yükseltmiştir ancak çekme mukavemeti üzerinde bir etkisi bulunmamıştır. Sadece DMDHEU ile işlem gören kumaşta formaldehit 50 ppm çıkarken %2 nano TiO_2 -DMDHEU ile işlem gören kumaşta 12 ppm çıkmıştır.

Schramm, Binder ve Tessadri (2004), çalışmalarının 1. aşamasında 2 farklı reçete ile işlem görmüş %100 pamuklu kumaşın kuru buruşmazlık açısı (DCRA) ve belirli devirlerdeki aşınma sonucu yüzdesel ağırlık kayıplarını incelemiştir. BTCA (%3, %6 w/w), katalizör olarak SHP (%3, %6 w/w) kullanılarak konvansiyonel yöntemine işlem görmüş olan pamuklu kumaşların DCRA değerleri formülasyondaki BTCA miktarı ve aynı zamanda pamuğa bağlanmış BTCA miktarı arttıkça artmıştır. Ancak aşınma deneyinde 12.000 devir sonunda önemli ölçüde ağırlık kaybı meydana

gelmiştir. Sol-jel yöntemine göre farklı miktarlarda TEOS/GPTMS içeren TEOS/GPTMS (30/10, 30/30, 30/50, 0/60) çözeltilerle emdirilen kumaşlarda kuru buruşmazlık açısı (DCRA) değerleri işlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında neredeyse aynı olduğu görülmektedir. Değişik miktarlarda TEOS/GPTMS içeren sol çözeltilerinden elde edilen kserojellerin FTIR diyagramlarına bakıldığında uygulanan fiksaj şartlarında GPTMS'nin epoksi halka açılmasının tam olarak tamamlanmadığı görülmektedir. Bu yüzden selüloz ile sol-jel networkü arasında çapraz bağlanma meydana gelmemiştir. Dolayısıyla pamuklu kumaşlarda buruşmazlık etkisi görülmemektedir. Buna rağmen TEOS/GPTMS çözeltisiyle işlem gören kumaşlarda 50.000 devir sonunda bile yüzdesel ağırlık kaybı oldukça azdır. Çalışmanın 2. aşamasında kullanılan bu iki yöntemin dezavantajlarını ortadan kaldırmak amacıyla BTCA çözeltisiyle emdirme yapılan kumaşlar ardından TEOS/GPTMS sol çözeltisiyle işlem görmüştür. Bu işlem emdirme sırasını değiştirilerek tekrarlanmıştır. DCRA değerleri, formülasyondaki BTCA miktarı arttıkça yükselmiştir. Çözeltideki GPTMS miktarı ile emdirme sırası DCRA değerini orta derecede etkilemiştir. Sol-jel çözeltisinin uygulanması ile kumaşların aşınma dayanımı kayda değer şekilde artmıştır. 15.000 devirden daha az bir devirde işlem görmemiş kumaş tamamen parçalanırken, 6% (w/w) BTCA ve 30/30 TEOS/GPTMS içeren çözeltiyle işlem gören kumaş 50.000 devirde bile henüz bir zarara uğramamıştır. Bu bulunanlar sol-jel yönteminin kumaşın aşınma dayanımını önemli ölçüde geliştirdiğini ve formülasyondaki GPTMS miktarının kumaşın aşınma özellikleri üzerinde etkili olduğunu göstermiştir. Çalışmanın 3. aşamasında pamuklu kumaş TEOS/GPTMS/BTCA/SHP çözeltisiyle işlem gördüğü zaman kuru buruşmazlık açısında (DCRA) önemli ölçüde düşme gözlenmiştir. Bu durum sol-jel yöntemindeki kondenzasyon reaksiyonunun asidik koşullarda yapılmasından kaynaklanmış olabilir. Buna rağmen aynı çözelti ile işlem gören kumaşın aşınma dayanımı oldukça iyi çıkmıştır. Bulunanlar neticesinde BTCA ile selülozik materyal arasında çapraz bağlanma gerçekleşmemiştir. Pamukla bağ yapan BTCA'nın teorik olarak miktarı 2,5 mg/g olarak hesaplanmıştır. Bu yüzden bitim işlemi görmüş pamuklu kumaşa yapılan bazik işlem BTCA'nın uzaklaşmasına neden olmuştur sonucuna varılabilir.

Schramm, Rinderer, Binder ve Tessadri (2005), 2 adımlı ve tek adımlı olmak üzere iki kaplama yapmışlardır. İki adımlı çalışmada 6-9 g/100 mL miktarlarda sulu DMDHEU çözeltisi ile işlem gören kumaşlar (DM6-W, DM9-W), hidrolize edilmiş TEOS veya GPTMS çözeltileri ile kaplanmıştır. Hidrolize uğramış alkoksi silikonların konsantrasyonlarının verimliliği nasıl etkilediğini incelemek için TEOS ve GPTMS 1:1 ve 1:10 olmak üzere su ve etanolle seyreltilmiştir. 2 adımlı işlemde farklı TEOS çözeltileri (etanolle seyreltilmiş) ile işlem gören DM6-W'de formaldehit salımı miktarında bir değişiklik gözlenmemiştir. Ancak farklı GPTMS çözeltileri (etanolle seyreltilmiş) ile işlem gören DM6-W'de önemli ölçüde formaldehit salımı düşmüştür. Bunun nedeni, tek bağla selülozik materyale bağlanan DMDHEU'nin N-metilol gruplarının GPTMS'nin epoksi grubuyla reaksiyonu olarak açıklanabilir. Bundan dolayı serbest formaldehit değeri düşmüştür. Beklendiği gibi DMDHEU miktarı 6 g/mL'den 9 g/mL'ye yükselmesi formaldehit emisyonunun artmasına neden olmuştur. DM6-W ile kaplanmış kumaşlar, TEOS çözeltisi ile işlem gördüğünde DCRA değerleri düşmüştür, seyreltmenin yükselmesiyle birlikte DCRA değerleri yükselmektedir. GPTMS kullanıldığında DCRA değerlerinde önemli ölçüde gelişme gözlenmiştir. 9 g/100 mL DMDHEU işlem gören kumaşın ardından etanolle seyreltilmiş GPTMS (1:10) ile kaplanması sonucu en yüksek DCRA değeri elde edilmiştir (308°). Bu bulunanlar göre GPTMS polietilen oksit meydana getirmektedir veya epoksi grubunun halka açılması yoluyla selüloza çapraz bağlarla bağlanmıştır. Bu durumda DMDHEU'nin basit bir katalizör olarak fonksiyonu olabilir. Benzer eğilim $\beta=9$ g/mL DMDHEU ile işlem görmüş pamuklu kumaşlarda da gözlenebilir. Çekme mukavemeti açısından karşılaştırıldığında önemli bir değişiklik meydana gelmemiştir. GPTMS ile işlem gören kumaşlarda, TEOS ile işlem gören kumaşlara göre yırtılma mukavemetinde daha yüksek bir düşüş gözlenmiştir. Beyazlık indeksi (WI) açısından baktığımızda TEOS veya GPTMS ile yapılan ek kaplama işlemi WI değerlerini düşürmüştür. Ayrıca GPTMS ile işlem gören kumaşın WI değeri TEOS'la işlem görenlere göre daha düşük çıkmıştır.

Tek adımlı çalışmada pamuklu kumaşlar, hidroliz reaksiyonundan önce 6 g/100 mL DMDHEU ve TEOS veya GPTMS kombinasyonundan oluşan çözeltiyle fiske edilmiştir. Bu çözeltilerle kaplanan kumaşların formaldehit salım miktarı

değerlendirildiğinde, aynı çözeltiler ile 2 adımda yapılan çalışmada kaplanan kumaşların formaldehit salım miktarlarının yaklaşık aynı değerde olduğu görülmüştür. Tek adımlı işlemde TEOS-DMDHEU çözeltisiyle kaplanan kumaşların DCRA değerleri mükemmel buruşmazlık özellikleri (281°) gösterirken, GPTMS-DMDHEU çözeltisiyle kaplanan kumaşların DCRA değerleri (214°) ancak ham kumaşın DCRA değerine ulaşmıştır. Bu bulunanlardan anlaşılabileceği gibi hidroliz ve tavlama (annealing) işlemi sırasında TEOS'un reaktif grupları ve DMDHEU arasında reaksiyon gerçekleşmemiştir. Bundan dolayı DMDHEU selüloz materyali ile çapraz bağ yapmış olduğu düşünülebilir. Bunun dışında GPTMS'nin epoksi grubu tercihen DMDHEU'nin hidroksil gruplarıyla reaksiyona girmiş olduğu sonucu çıkarılabilir. Bu durumu sadece GPTMS ile kaplanan kumaş ile tek adımlı GPTMS-DMDHEU ile kaplanan kumaşın FTIR sonuçları da desteklemektedir. GPTMS ile kaplanan kumaşta epoksi halkasının C-O-C bağının gerilim titreşimi 910 cm^{-1} dalga boyunda görülmekte iken, aynı dalga boyunda GPTMS-DMDHEU ile kaplanan kumaşta epoksi halkasının açılmasından dolayı bu titreşim görülmemektedir. 1707 cm^{-1} 'deki absorpsiyon frekans dalgası DMDHEU'nin C=O grubunu göstermektedir.

Nanosol çözeltilerinde etanol yerine su kullanıldığında formaldehit değerleri, etanolle hazırlanan çözeltilere göre 6 g/100 mL DMDHEU ile işlem görmüş kumaşların TEOS ile kaplanması sonucu büyük bir düşüş gözlenirken GPTMS ile kaplanan kumaşlarda orta derecede bir düşüş meydana gelmektedir. Benzer durum DMDHEU miktarı 9 g/mL olduğunda da görülmektedir. DCRA değerleri neredeyse aynıdır veya biraz daha düşüktür. Çekme mukavemeti ve yırtılma mukavemetinde önemli bir değişiklik meydana gelmemiştir. Aynı eğilim WI değerleri içinde geçerlidir.

Sol çözeltilerine eklenen Triton X-100 yüzey aktif maddesinin kumaşların formaldehit salımı ve tekstil fiziksel özellikleri etkisi incelenmiştir. TEOS ve GPTMS'nin hidrolizi sırasında Triton X-100 eklendiğinde formaldehit emisyonunu önemli ölçüde yükseltmiştir. Ayrıca 2 adımda işlem gören kumaşların formaldehit salımı hemen hemen aynı seviyededir. GPTMS ile işlem gören kumaşların formaldehit salım değerleri bu uygulamada düşmemiştir. Ancak tek adımlı işlem

yapılan DMDHEU-TEOS ve DMDHEU-GPTMS kombinasyonlarıyla işlem gören kumaşlarda formaldehit salımı Triton X-100 ilavesiyle düşmüştür. Triton X-100 ilave edilerek işlem gören kumaşların fiziksel özelliklerinde, hem etanol veya saf su ile hazırlanan sol çözeltileri ile işlem gören pamuklu kumaşlara göre önemli bir değişikliğin olmadığı görülmektedir.

Kaplama materyalinin özelliklerini değerlendirmek için, DMDHEU ile TEOS veya GPTMS kombinasyonundan oluşan işlem çözeltilerinin saf kserojeli üretilmiştir. Saf kserojeller etanol, saf su ve saf su içine Triton X-100 ilavesi içinde hazırlanmıştır. Etanol ve suda yapılan sadece TEOS, sadece GPTMS, tek adımda yapılan TEOS-DM_x (x=6,9,12) ve GPTMS-DM6 çözeltilerinin kserojelinden neredeyse transparan bir katı elde edilmiştir. Etanol ve su ile seyreltilmiş TEOS ile üretilen kserojelin kırılma olmasına rağmen tek adımla elde edilen ve etanolle seyreltilmiş TEOS-DM6'da oda sıcaklığında kondenzasyon reaksiyonu sırasında kırık oluşumu gözlenmemiştir. Bu sonuç DMDHEU'nin kurutmada sırasında kimyasal kontrol katkı maddesi olarak görev yaptığı iddiasını desteklemiştir. SEM mikroskobu görüntülerinde Triton X-100, sol çözeltisine dahil edildiğinde mikrogözenekli kserojelin üretilmediği görülmektedir.

Wang ve Chen (2006), 3-glisidiloksi propil-trimetoksisilane, tetraetoksi silan, katalizör ve solvent içeren sol-jel solüsyonuna β -çiklodekstrin ilave etmişlerdir. Sol-jel solüsyonu içerisindeki β -çiklodekstrin pamuğa yeni yüzey özellikleri vermek için jelasyon prosesinde pamuklu kumaş üzerine β -çiklodekstrinin bağlanması sağlayabilmiştir. Stabil β -çiklodekstrin sol-jel solüsyonu hazırlamak için uygun teknik koşullar sunulmuştur. β -çiklodekstrin çözeltideki diğer bileşenler ile kompleksler oluşturabilmiştir. Komplekslerin bir sonucu olarak muamele edilen kumaş sol-jel yöntemi ile yeni fonksiyonel özellikler kazanmıştır.

Wang, Li, Min ve Chen (2008), diğer çalışmada TEOS, etanol, H₂O ve HCl içeren sol çözeltisi içine hidrofobik katkı maddesi olarak hexadecyltrimethoxysilane (HTEOS) ilave edilmiştir. Kaplanan kumaşlar oldukça iyi hidrofobik özellikler kazanmıştır. Ancak sol çözeltisi ile işlem gören kumaşların aşınma dayanımı

olumsuz yönde etkilenmiş olup işlem görmemiş kumaşa göre yüzdesel ağırlık kayıpları artmıştır. Bunun dışında kumaşlara ütü istemeyen özellik kazandıran BTCA, sodyumhipofosfit ve trietanolamin çözeltisiyle örnekler emdirildikten sonra yukarıda bahsedilen sol çözeltisiyle kaplanmışdır. Sonuç olarak kumaşların hızlı ve yavaş buruşmazlık açıları sadece BTCA, sodyumhipofosfit ve trietanolamin ile işlem gören kumaşların buruşmazlık açılarına göre daha yüksek çıkmıştır. Pamuklu kumaşlarda uygulanan su iticilik bitim işleminin kumaşın buruşmazlık özelliklerini olumsuz etkilemediği sonucuna varılmıştır.

Wang ve Chen (2009), çalışmalarında buruşmazlık bitim işleminde meydana gelen kopma mukavemeti düşüşünü azaltmak için, 1,2,3,4-butanetetracarboxylic acid (BTCA) ile kaplanmış kumaşlar TEOS, γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTS) içeren sol çözeltisiyle emdirilmiştir. MPTS miktarı arttıkça kumaşların buruşma açılarında artış, kopma mukavemetlerinde düşüş gözlenmiştir. Sol çözeltisinin konsantrasyonu %50'den %100'e çıkınca örneklerin buruşma açıları 238,8°'den 252,4°'e, kopma mukavemetleri 578,2'den 635 N'a yükselmiştir. Silika sol ile işlem gören kumaşlarda 200 devir sürtünme sonrası önemli bir değişiklik meydana gelmezken sadece BTCA ile işlem görmüş kumaş 127 devir sonunda zarar görmüştür. Ayrıca sol konsantrasyonu arttıkça kumaşları aşınma sonucu ağırlık kayıpları azalmıştır. Sol çözeltisinin pH 4'ten 6'ya ve 7'den 10,5'e yükseldiğinde kumaşların buruşmazlık açılarında yükselme görülmüştür. Kumaşların alkali ortamdaki buruşmazlık açıları asidik ortama göre çok daha iyi çıkmıştır. Ancak alkali ortamda pH arttıkça çekme mukavemetleri düşmüştür. Emdirme sırası açısından ilk önce BTCA ile kaplanıp sonra sol çözeltisiyle işlem gören kumaşların buruşmazlık açıları, birinci adımda sol jel yöntemiyle kaplanıp ikinci adımda BTCA çözeltisiyle emdirilen kumaşlara göre daha iyi çıkmıştır. Her iki emdirme sırasına göre de işlem gören kumaşlarda en iyi çekme mukavemeti değerleri iki kere kurutma bir kere fiksaj işlemi yapıldığında sağlanmıştır. Emdirme sırası ve fiksaj-kurutma sayısının kumaşların aşınma dayanımı üzerinde çok önemli bir etkisi olmamıştır. 200 devir sonrasında bile kumaşlarda çok az ağırlık kaybı meydana gelmiştir.

BÖLÜM İKİ

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Kullanılan Materyal ve Cihazlar

2.1.1 Kimyasal ve Yardımcı Maddeler

Denemelerde Tablo 2.1’de özellikleri verilen kimyasallar kullanılmıştır.

Tablo 2.1 Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve tanımları

Kimyasal madde	Marka	Tanımı
Etanol, $\geq$ % 99,5	Merck	Çözgen
Hidroklorik asit, %37	Sigma-Aldrich	pH ayarlayıcısı
Amonyum hidroksit, %28-30	Sigma-Aldrich	pH ayarlayıcısı
Tetraetil ortasilikat, $\geq$ % 98	Sigma-Aldrich	Nano sol üretimi için başlatıcı madde
(3-glisidiloksipropil) trimetoksisilan, $\geq$ % 98	Aldrich	Nano sol üretimi için başlatıcı madde
N-methylol dihydroxyethylene urea (Rucon FAN)	Rudolf Duraner	Çapraz bağlayıcı
Bütanetetra karboksilik asit, %99	Aldrich	Çapraz bağlayıcı
Magnezyum klorür, $\geq$ % 98	Sigma	Katalizör
Sodyumhipfosfit monohidrat	Sigma-Aldrich	Katalizör
Formaldehit, %37	Merck	Katalizör
Ruco Wet	Rudolf Duraner	Noniyonik ıslatıcı madde
2408 ECE A	SDL ATLAS	Deterjan
Sodyum bikarbonat	Horasan Kimya	Ard işlem maddesi

2.1.2 Kumaş

Çalışmada 20/1, %100 viskon siyah süprem kumaş kullanılmıştır. Sun Holding A.Ş. Ar-Ge Merkezi tarafından temin edilen 20/1, % 100 viskoz süprem kumaşın özellikleri Tablo 2.2’de verilmiştir. Tablo 2.3’de viskon kumaşın boyama reçetesi verilmiştir.

Tablo 2.2 Denemelerde kullanılan 20/1 viskon kumaşın özellikleri

Özellik	Tanımı
Lif oranı ve cinsi	% 100 viskon
Örme tipi	Süprem
Çubuk sayısı	13 çubuk/cm
Sıra sayısı	18 çubuk/cm
Gramaj	194 g/m ²

Tablo 2.3 Denemelerde kullanılan kumaşın boyama reçetesi

Kimyasal	Miktar
Reaktif Boyarmadde (EVERZOL BLACK EDG)	60 g/l
Reaktif Boyarmadde (EVERZOL BLACK EDR)	20 g/l
Islatıcı	2 g/l
Silikat	50 g/l
Kostik	22 g/l

2.1.3 Cihaz ve Makinalar

Denemelerde Tablo 2.4’de özellikleri belirtilen cihaz ve makinalar verilmiştir.

Tablo 2.4 Denemelerde kullanılan cihaz ve makinalar

Cihaz ve Makinalar	Tanımı
Ataç marka, F-350 model laboratuvar tipi fular	Kumaşların empregnasyonu
Nüve KD 400 marka etüv (maksimum sıcaklık 250 °C)	Kumaşların kurutulması, yaş jellerin kurutularak kuru jel elde edilmesi
Arçelik marka 3320 model otomatik çamaşır makinası	Kumaşların boyut değişimi özelliklerinin belirlenmesi için çoklu yıkama yapılması
Human corporation Zeneer navi power I marka saf su cihazı	Saf su elde edilmesi
Rapid marka, H-TS-3 model ramöz	Kumaşların fiksajı
Ohaus marka hassas terazi	Malzemelerin tartılması
İnolab marka pH metre	Hazırlanan solüsyonların pH değerinin tespiti
Nu- Martindale marka aşınma ve boncuklanma cihazı	Kumaşların aşınma ve boncuklanma dayanımının tespiti
Ortoalsera marka, dijijen 20 model santrifuj	Örneklerin su tutma yeteneği tayini
FEI Quanta 250 FEG marka Scanning Electron Microscope (SEM)	Kumaşların mikroyapısal analizi
Hach marka 2100 P model Bulanıklıkölçer	Çözeltilerin bulanıklığının tayini

2.2 Reçetelerin Hazırlanışı

2.2.1 Nanosol Hazırlanması

Nanosol çözeltileri Şekil 2.1’de gösterilen işlem akışına göre hazırlanmıştır. Çözücü olarak etanol (EMPROVE® Ph Eur, BP, JP, USP., absolute suitable for use

as excipient, $\geq 99,5$ V/V, Merck, Almanya) ve distile su kullanılmıştır. Asidik hidroliz için pH ayarlayıcısı olarak 0,01 N hidroklorik asit (HCl) çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Almanya), bazik hidroliz için amonyum hidroksit (NH₄OH) çözeltisi (ACS Reagent, %28-30 NH₃ basis, Sigma-Aldrich, Almanya) kullanılmıştır. Başlatıcı madde olarak tetraetil ortosilikat (TEOS, purum $\geq 98,0$ (GC), Sigma-Aldrich, Almanya) ve/veya (3-glisidiloksi propil) trimetoksisilan (GPTMS, $\geq 98\%$ liquid, Aldrich, Almanya) kullanılmıştır. Çapraz bağlanmayı sağlayan madde olarak modifiye edilmiş dimetiloldihidroksietilenüre (DMDHEU) esaslı Rucon FAN (yüksüz, berrak sarımsı sıvı, Rudolf Duraner, Türkiye) kullanılmıştır. Katalizör olarak magnezyum klorür (MgCl₂) ($\geq 98\%$, anhydrous, Sigma, Almanya), sodyumhipofosfit monohidrat (SHP, puriss p.a. reag. Ph. Eur., Sigma-Aldrich, Almanya) ve formaldehit (%37, yaklaşık %10 metanol ile stabilize edilmiş, Merck, Almanya) kullanılmıştır. Islatıcı madde olarak Ruco WET (alkil fosfat ve etoksile yağ alkolü karışımı esaslı noniyonik ıslatıcı madde, Rudolf Duraner, Türkiye) kullanılmıştır.

1. ve 2. reçete ile hazırlanan çözeltilerde, etanol içerisine TEOS ve GPTMS sırayla ilave edilmiştir. Daha sonra çözelti içerisine distile su eklenmiştir. Çözeltilerin bir kısmına asidik hidroliz için 0,01N HCl, diğer kısmına bazik hidroliz için NH₄OH çözeltisi ilave edilmiştir.

4. reçete ile hazırlanan çözeltide; bir miktar distile su içerisine sırasıyla ıslatıcı madde olarak Ruco WET, formaldehit, başlatıcı madde olarak TEOS ve GPTMS eklenmiştir. Katalizör olarak kullanılan magnezyum klorür 10 ml distile suyun içerisinde çözüldükten sonra çözeltiye yavaş yavaş ilave edilmiştir. Daha sonra çözelti, distile suyun geri kalanı ilave edilerek 100 g'a tamamlanmıştır. Bu grup çözeltilerde, konvansiyonel fibric prosesinin sol-jel yöntemiyle yapılması amaçlanmıştır.

5., 6., 7. ve 8. reçetelerde hazırlanan çözeltiler için bir miktar distile su içerisine sırasıyla Ruco WET, formaldehit ve DMDHEU tek başına veya DMDHEU/ TEOS ve DMDHEU/GPTMS şeklinde ikili kombinasyonlar veya

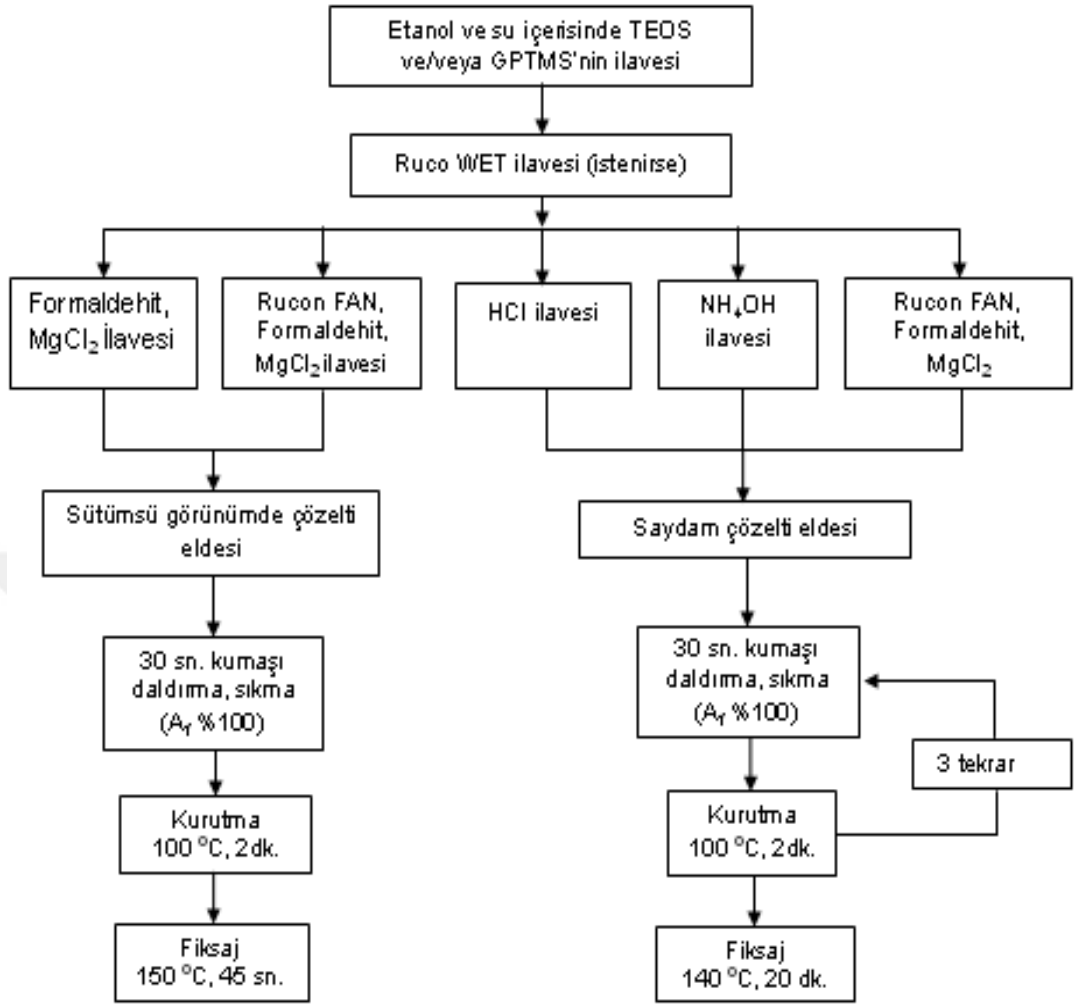
DMDHEU/TEOS/GPTMS şeklinde üç maddenin kombinasyonu ilave edilmiştir. Daha sonra 10 ml distile su içerisinde çözünmüş magnezyum klorür ve kalan su çözeltiye eklenmiştir.

Bu reçetelerin kaplama işlemi şu şekilde gerçekleştirilmiştir: Viskon kumaş örnekleri 25 °C’de 30 sn. için hazırlanan nanosol çözeltilerine daldırılmıştır. Emdirilen kumaşlar bir fulard (Ataç marka, F-350 model laboratuvar tipi fulard) ile %100 A_f olacak şekilde (fulard basıncı: 2,5 kg/cm²) sıkılmıştır. Emdirilen ve sıkılan kumaşlar laboratuvar tipi etüvde (KD400 Model, Nüve®, Türkiye) 100 °C’de 2 dk. kurutulmuş ve çözeltiler çeşitli sıcaklık ve zamanlarda laboratuvar tipi ramözde (H-TS-3, Rapid Labortex Co., LTD., Taipei, Tayvan) fikse edilmiştir. Kumaşlar 1 g/l sodyum bikarbonat (NaHCO₃) (yumuşak kristal toz halinde) çözeltisi (pH 8,0) ile 66°C 20 dk. yıkama işlemine tabi tutulmuştur ve 40°C’de 5 dk. ılık suda durulanmıştır. Daha sonra kumaşlar asılarak kurutulmuştur.

2.2.2 Polikarboksilik Asitle Kaplama

Günümüzde birçok araştırma DMDHEU’nin yerine geçecek, formaldehit salımı yapmayan çapraz bağlayıcı maddeler üzerine yapılmaktadır. Formaldehit salımı yapmayan bütanetetrakarboksilik asit (BTCA) gibi polikarboksilik asitler, uygun katalizör eşliğinde selülozun esterleşmesine neden olurlar. Bu sayede kaplanan kumaşın buruşma dayanımı artar. Ancak endüstriyel uygulamalarda maliyetinin yüksek olmasından dolayı yaygın olarak kullanılmamaktadır (Schramm ve ark., 2004; Huang ve ark., 2006). Bu nedenden dolayı bu çalışmada BTCA ile işlem görmüş boncuklanma özelliği incelenmiştir.

3. reçete ile hazırlanan çözeltide, bir miktar distile su içerisine sırasıyla BTCA, katalizör olarak SHP ve Ruco WET eklenmiştir. Şekil 2.2’de BTCA içeren çözelti ile işlem akışı gösterilmiştir. Kumaşlar 1 g/l sodyum bikarbonat çözeltisi (pH 8,0) ile 66°C 20 dk. yıkama işlemine tabi tutulmuştur ve 40°C’de 5 dk. ılık suda durulanmıştır. Daha sonra kumaşlar asılarak kurutulmuştur.



Şekil 2.1 Çalışılan çeşitli prosesler için işlem akışı

2.2.3 Konvansiyonel Kaplama

9. Reçetede belirtilen miktardaki distile su üzerine, çapraz bağlanmayı sağlayan DMDHEU ve katalizör olarak $MgCl_2$ ilave edilmiştir. Daha sonra örnek kumaşlar 1 kere emdirme işlemine tabi tutulmuştur. Emdirmenin ardından örnek kumaşlar laboratuvar tipi etüvde $100^{\circ}C$ 'de 2 dk. kurutulmuştur. Daha sonra $150^{\circ}C$ 'de 2,5 dk. fikse edilmiştir. Kumaşlar 1 g/l sodyum bikarbonat çözeltisi (pH 8,0) ile $66^{\circ}C$ 'de 20 dk. yıkama işlemine tabi tutulmuştur ve $40^{\circ}C$ 'de 5 dk. ılık suda durulanmıştır. Son olarak kumaşlar asılarak kurutulmuştur.



Şekil 2.2 BTCA içeren çözelti ile uygulanan işlem akışı

2.3 Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri

Kumaşların görünüm ve kullanım özelliklerini değerlendirmek için boncuklanma ve aşınma dayanımı, boyut değişimi özellikleri, su tutma yetenekleri ve bulanıklık dereceleri değerlendirilmiştir. Örneklerin çoklu yıkamalar sonrasında bahsedilen özellikleri tekrar incelenmiştir. Çoklu yıkamalar 5 g/l ECE A deterjanı (fosfat içermeyen referans deterjan, optik beyazlatıcı madde içermez) ile 40°C’de 60 dk. selülozik kumaşlara uygun programda Arçelik marka 3320 model otomatik çamaşır makinasında yapılmıştır. Yıkama sırasında kullanılan toplam yük 2 kg’dır. Her 5 yıkamadan sonra kumaşlar kurutulmuştur.

2.3.1 Kumaş Boncuklanma Dayanımı Özelliklerinin Belirlenmesi

Nu-martindale marka (James H. Heal & Co. Ltd., İngiltere) boncuklanma ve aşınma test cihazı kullanılarak kaplanan ve kaplanmayan kumaşların boncuklanma dayanımları, TS EN ISO 12945-2, 2002, ‘Tekstil-Kumaşlarda Yüzey Tüyleneşmesi ve Boncuklanma Yatkınlığının Tayini-Bölüm 2:Geliştirilmiş Martindale Metodu’ standardına göre ölçülmüştür. Dairesel bir deney numunesi, bir Lissajous deseni

Tablo 2.5 Kaplamalarda kullanılan reçeteler ve hazırlanan çözeltilerin pH değerleri, bu çözeltiler ile kaplanan kumaşların kütleli artış değeri ve işlem koşulları

Kimyasal maddeler	1. Reçete	2. Reçete	3. Reçete	4. Reçete	5. Reçete	6. Reçete	7. Reçete	8. Reçete	9. Reçete
TEOS	11 ml	11 ml	-	1,59 g	-	1,59 g	-	1,59 g	-
GPTMS	11 ml	11 ml	-	1,81 g	-	-	1,81 g	1,81 g	-
Etanol	50 ml	50 ml	-	-	-	-	-	-	-
H ₂ O	32 ml	32 ml	50 ml	82,02g	82,4 g	80,85g	80,63g	79,04g	500 ml
HCl (0,01N)	10 ml	-	-	-	-	-	-	-	-
NH ₄ OH çözeltisi	-	0,6 ml	-	-	-	-	-	-	-
DMDHEU	-	-	-	-	3 g	3 g	3 g	3 g	15 g
Ruco WET	-	-	0,1 g	0,23 g	0,23 g	0,23 g	0,23 g	0,23 g	-
Formaldehit	-	-	-	13,63g	13,63g	13,63g	13,63g	13,63g	-
MgCl ₂	-	-	-	0,7 g	0,7 g	0,7 g	0,7 g	0,7 g	3,5 g
BTCA	-	-	3,75 g	-	-	-	-	-	-
SHP	-	-	2 g	-	-	-	-	-	-
pH	3,05	10,24	2,2	3,83	4,03	3,77	3,80	3,805	4,00
Kütleli artış (%)	29,68	21,44	13,18	5,62	6,17	4,71	6,65	7,29	3,98
Kurutma	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.	100°C, 2 dk.
Fiksaj	140°C, 20 dk.	140°C, 20 dk.	180°C, 2 dk.	150°C, 45 sn.	150°C, 45 sn.	150°C, 45 sn.	150°C, 45 sn.	150°C, 45 sn.	150°C, 2,5 dk.
Emdirme	3 kere	3 kere	1 kere	1 kere	1 kere	1 kere	1 kere	1 kere	1 kere

oluşturacak şekilde belirli bir kuvvet uygulanarak, deney numunesi ile aynı kumaştan bir kumaş yüzeyine sürülerek bir yüzey üzerinden geçirilir. Kumaşlar deneye tabi tutulmadan önce standart atmosfer şartlarındaki (20±20°C sıcaklıkta, % 65±5 bağıl nemde) serbest hava akışına maruz bırakılarak, herhangi bir gerilme kuvveti uygulanmadan en az 18 saat süreyle şartlandırılmıştır. Aşındırıcı materyal olarak deney numunesi ile aynı kumaş kullanılmıştır. Her iki deney numunesi olarak destek malzemesi olarak keçe kullanılmıştır. 2500 devir sonunda kumaşlar, en yüksek değer 5-en düşük değer 1 olarak K2 skalasına göre değerlendirilmiştir.

2.3.2 Kumaşların Aşınma Dayanımı Özelliklerinin Belirlenmesi

Nu-martindale marka (James H. Heal & Co. Ltd., İngiltere) boncuklanma ve aşınma test cihazı kullanılarak kaplanan ve kaplanmayan kumaşların aşınma dayanımları, TS-EN-ISO 12947-2, 2001, ‘Tekstil-Martindale Metoduyla Kumaşların Aşınmaya Karşı Dayanımının Tayini-Bölüm 2: Numune Kopmasının Tayini’ standardına göre ölçülmüştür.

Belirli bir yük altındaki dairesel bir deney parçası, bir Lissajous deseni oluşturan öteleme hareketi ile bir aşındırma yapan aşındırıcı (standart kumaş) ile aşındırılmıştır. Aşındırıcıyı içeren deney parçası tutucusu, deney parçası düzlemine dik olan kendi eksenine etrafında ayrıca serbestçe dönebilmektedir. Kumaşlar standart atmosfer şartlarında ($20\pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta, % 65 ± 5 bağıl nemde) en az 18 saat süreyle şartlandırılmıştır. Deney parçaları, deney parçası tutucusuna köpük bir destek ile monte edilmiştir. Aşındırma yükünün basıncı 9 kPa dır. Aşındırıcı materyal olarak standart dokuma yün kumaş kullanılmıştır. Standart dokuma yün kumaşın altında ise dokunmuş yün keçe bulunmaktadır. Kumaşların aşınma özellikleri belirli devir sayılarındaki yüzdesel ağırlık kaybına göre değerlendirilmiştir. Ayrıca kumaşların tamamen parçalandıkları devir sayıları kaydedilmiştir.

2.3.3 Kumaşların Boyut Değişimi Özelliklerinin Belirlenmesi

Kumaşların boyut değişimi özelliklerinin incelenmesi için kumaşların deneye hazırlanması TS4073 EN ISO 3759, 1999, ‘Tekstil- Boyut Değişmesinin Tayini için Deneylerde Kullanılan Kumaş Parçaları ile Giysilerin Hazırlanması, İşaretlenmesi ve Ölçülmesi’ standardına göre yapılmıştır. Yıkama sonrasında boyut değişimleri ise TS 392 EN 25077, 1996, ‘Tekstil Mamülleri- Yıkama ve Kurutmadan sonra Boyut Değişmesinin Tayini’ standardına göre ölçülmüştür. Boyuttaki azalma(çekme) ”- ” işareti ile, artma(uzama) ”+ ” işareti ile ifade edilmiştir. Çoklu yıkama sonrasında kumaşlar sererek kurutulmuştur. Boyut değişimi (%) kumaşın çubuk ve sıra yönünde olmak üzere aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır:

$$\% \text{ Boyut deęiřimi} = (L_2 - L_1) / L_1 \quad (2.1)$$

L_1 : Yıkama yapılmadan önceki uzunluk

L_2 : Yıkama yapıldıktan sonraki uzunluk

2.3.4 Kumařların Su Tutma Yeteneklerinin Belirlenmesi

Yıkama yapılmayan kumařların su tutma yeteneęi TS 1243,2008, ‘Tekstil Maddelerinde Su Tutma Özellięinin Tayini (Santrifuj Metodu)’ standardına göre deęerlendirilmiřtir. Belirlenmiř olan tartma kapları ve kapakları ayrıca deney parçasını baęlamak için kullanılan bakır tel kuru halde tartılmıřtır. Her bir dara kütlesi T olarak kaydedilmiřtir. 0,5 g olarak tartılan deney numunelerinin her biri 5 dk. süre ile oda sıcaklıęında saf su içine daldırılmıřtır. Daldırma süresi sonunda saf su içinden çıkarılan deney numuneleri 9800 m/s²’lik açısal bir ivme üretmek için gereken açısal hız ile hızlanma zamanı da dahil olmak üzere 5 dk. süre ile santrifüjde döndürölmüřtür.

Dönme hareketi bitince deney numuneli tartma kaplarına geri alınıp üzeri kapatılmıřtır. Nemli deney numunesi ile baęlama teli ve tartma kabının yař kütlesi M řeklinde kaydedilmiřtir. Islak haldeki deney numunesi tartma kabı ve baęlama teli ile birlikte etüvde 105°C’de 1,5 saat bekletilmiřtir. Kurutulmuř olan deney numunesi, baęlama teli ve tartma kabı ile birlikte tartılmıřtır ve her bir tartma sonucu, kuru kütle D řeklinde kaydedilmiřtir. Denemeler 2 tekrarlı olarak yapılmıřtır.

$$R = 100(M - D) / (D - T) \quad (2.2)$$

R : Su tutma yeteneęi %

M : Nemli deney parçasının dara kütlesi ile birlikte kütlesi

D : Kuru deney parçasının dara kütlesi ile birlikte kütlesi

T : Dara kütlesi

2.3.5 Çözeltilerin Bulanıklık Derecelerinin Ölçülmesi

Hazırlanan nano sol çözeltilerinin bulanıklık derecesini nefeleometrik olarak ölçmek için Hach marka 2100P model turbidimetre kullanılmıştır. Değerlendirmeler TS 5091 EN ISO 7027, ‘Su Kalitesi-Bulanıklık Tayini’ standardına göre yapılmıştır. Örnekler 25 mm çapında, 50 mm uzunluğundaki bir kaba konmuş olup 0-1000 NTU (nephelometric turbidity units) aralığında ölçüm yapılmıştır. Formazin standart olarak kullanılmıştır.



BÖLÜM ÜÇ

BULGULAR VE TARTIŞMA

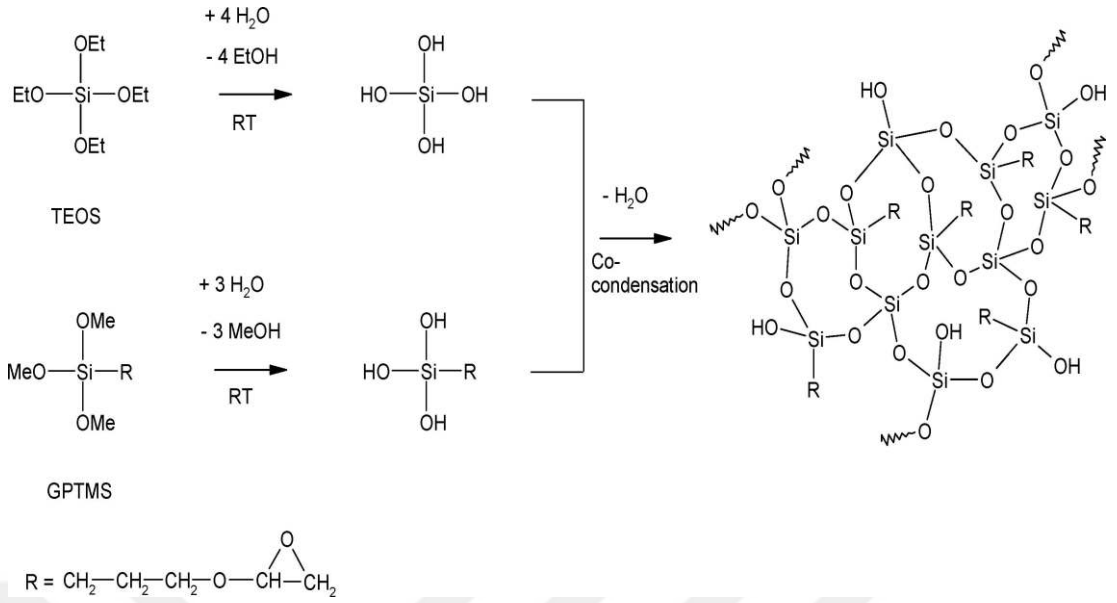
3.1 Reçete Optimizasyonu Sonuçları

Reçete optimizasyonu çalışması, Tablo 2.5'te verilen 9 reçete için de yapılmış olup kumaşların boncuklanma değerine göre optimum reçeteler belirlenmiştir.

3.1.1 Kaplanan Kumaşların Boncuklanma Özellikleri

Tablo 3.1'de kaplanan kumaşların K2 skalasına göre boncuklanma değerleri gösterilmiştir. En iyi boncuklanma değerleri, 1. ve 2. reçetelerle TEOS ve GPTMS içeren ve sırasıyla asidik ve bazik hidroliz reaksiyonları ile elde edilen sollar kullanarak elde edilmiştir. GPTMS'nin epoksi halkası açılmasından dolayı viskon liflerinin hidroksil gruplarıyla reaksiyona girerek çapraz bağlanma gerçekleşmiş olabilir. Bu şekilde lifler arasında meydana gelen çapraz bağlanma ve tek lifler arasında oluşan sürtünmenin artması sonucu liflerin yer değiştirme yetenekleri azalmıştır. Bununla birlikte nanosol ile kaplanan kumaşın iplik kayma dayanımı da artmıştır. Bundan dolayı sol-jel kaplamanın kumaşı mekanik etkilere karşı koruduğu söylenebilir (Schramm ve ark., 2004; Mahltig ve Textor 2008). Şekil 3.1'de TEOS ve GPTMS'nin hidroliz ve ko-kondenzasyon reaksiyonları sonucu silikon oksik ağ yapısının oluşumu gösterilmiştir.

Çapraz bağlayıcı olarak BTCA, katalizör olarak SHP kullanılarak elde edilen 3. reçete ile yapılan denemelerdeki boncuklanma değerleri 1. ve 2. reçeteden daha düşük olsa bile iyi olduğu söylenebilir. Viskon lifindeki hidroksil grupların esterleşmesi sonucu çapraz bağlanma meydana gelmiş olabilir. Sözü edilen çapraz bağlanma iki aşamada oluşur. Birinci aşamada cyclical anhydride meydana gelir. İkinci aşamada ise cyclical anhidrid, selülozik lifin hidroksil gruplarıyla ester bağı meydana getirir. Ester bağı sayısı arttıkça çapraz bağlanma derecesi de yükselmektedir (Šauperl ve Stana-Kleinschek, 2010; Lam, Kan ve Yuen, 2011a).



Şekil 3.1 TEOS ve GPTMS nin hidroliz ve ko-kondenzasyon reaksiyonları sonucu silikon oksit ağ yapısının oluşumu (Schramm ve ark., 2005)

Tablo 3.1 Kaplanan kumaşların boncuklanma değerleri

Reçete	Boncuklanma Değerleri (TS EN ISO 12945-2, 2002)
1. Reçete	K 5
2. Reçete	K 5
3. Reçete	K 4-5
4. Reçete	K 4
5. Reçete	K 4
6. Reçete	K 3
7. Reçete	K 4-5
8. Reçete	K 4-5
9. Reçete	K 4-5

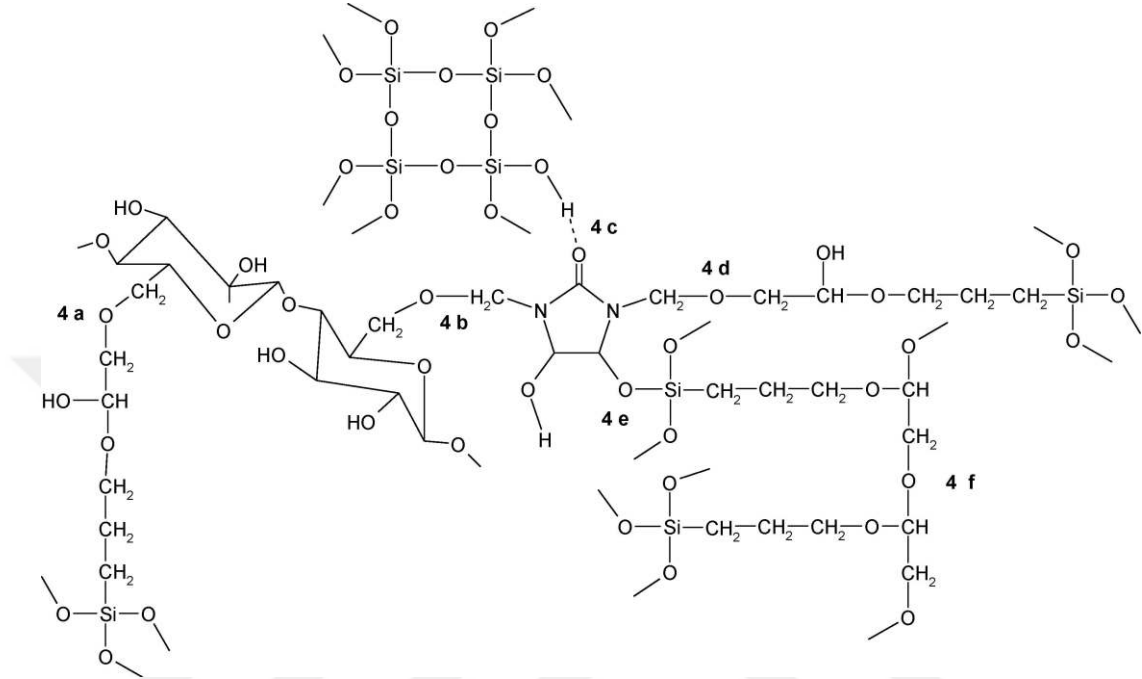
TEOS ve GPTMS kullanarak, fakat miktarını azaltarak ve katalizör olarak MgCl_2 ve formaldehit içeren reçeteler kullanarak kaplanan kumaşların (4. reçete) boncuklanma değerleri 4 olup, 1. ve 2 reçetelerle elde edilen değerlere göre kısmen düşmüştür.

MgCl₂ ve formaldehit katalizörlüğünde ve reaktif madde olarak DMDHEU (5. reçete), kullanarak muamele edilen kumaşların boncuklanma değerleri 1. ve 2. reçeteye işlem gören kumaşların boncuklanma değerlerine göre kötüdür.

DMDHEU ve TEOS ile işlem gören kumaşın (6. reçete) boncuklanma değerinin, sadece DMDHEU ile işlem gören kumaşın (5. reçete) boncuklanma değerinden düşük olup TEOS ilavesinin kumaşın boncuklanma dayanımını olumsuz etkilediği görülmüştür. Bu durum TEOS konsantrasyonunun belirli bir değeri aşması sonucu meydana gelen aglomerasyondan kaynaklanmış olabilir. Bu durumda partiküllerin lif moleküllerinin içine girmesi ve kumaş ile bağ yapmasını zorlaştırmıştır (Huang ve ark., 2007b). Schramm ve arkadaşlarının (2005) yaptığı çalışmada bu sonucu desteklemiştir. Çalışmada kumaştaki çapraz bağlanma, kuru buruşmazlık açısı değerlendirilerek yorumlanmıştır. DMDHEU ile işlem gören kumaşın kuru buruşmazlık açısı TEOS ilavesiyle birlikte düşmüştür. Bunun dışında DMDHEU/TEOS içeren reçetede TEOS miktarı düştükçe kumaşın kuru buruşmazlık açısında artış görülmüştür. GPTMS ve DMDHEU ile işlem gören kumaşın (7. reçete) boncuklanma değeri ise sadece DMDHEU ile işlem gören kumaşın boncuklanma değerinden (5. reçete) yüksek çıkmıştır. Schramm ve arkadaşlarının yaptığı aynı çalışmada bulunanlar da bu sonucu desteklemektedir. DMDHEU içeren reçeteye TEOS ilavesine ters olarak GPTMS ilavesi yapıldığında kuru buruşmazlık açısı değerinde önemli bir artış meydana gelmiştir. Bunun nedeni GPTMS'nin polietilenoksit meydana getirmesi veya epoksi halkasının açılması yoluyla selüloza çapraz bağlanması olabilir. Bu durumda DMDHEU katalizör görevi görmüş olabilir.

TEOS, GPTMS ve DMDHEU ile işlem gören kumaşın (8. reçete) boncuklanma değeri, diğer reçetelere benzer şekilde 1. ve 2. reçeteler ile muamele edilen kumaşın boncuklanma değerine göre düşük çıkmış olup GPTMS ve DMDHEU ile işlem gören kumaşın (7. reçeteye) boncuklanma değeriyle aynıdır. Dolayısıyla TEOS yerine GPTMS'nin boncuklanma değerleri bakımından daha etkin olduğu sonucuna varılabilir. Şekil 3.2'de kondenzasyon ve tavlama işlemleri sırasında TEOS ve GPTMS' nin DMDHEU ile olası karşılıklı etkileşimleri gösterilmiştir.

Konvansiyonel yöntemle göre işlem gören kumaşlar (9. reçete) sol-jel yöntemiyle 1. ve 2. reçeteler kullanarak kaplanan kumaşların boncuklanma değerlerinden daha iyi boncuklanma değeri vermemiştir.

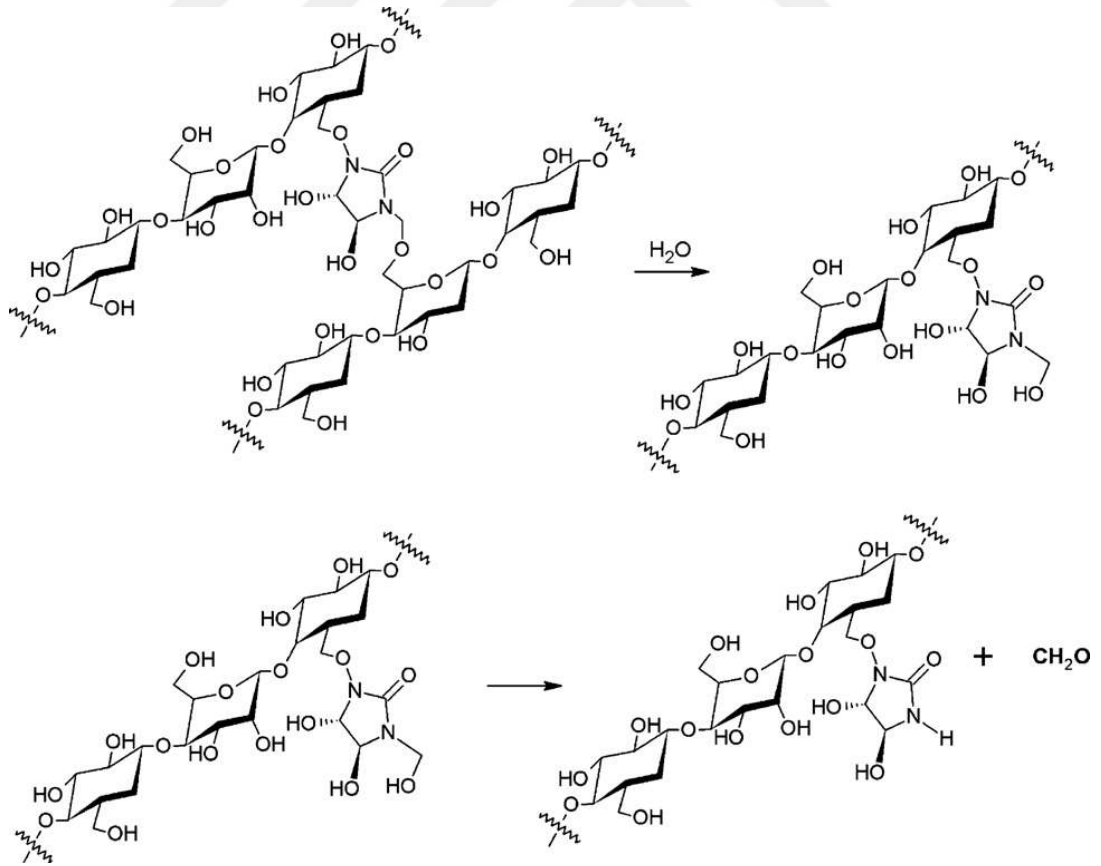


Şekil 3.2 Kondenzasyon ve tavlama işlemleri sırasında TEOS ve GPTMS' nin DMDHEU ile karşılıklı etkileşimleri (Schramm ve ark., 2005)

4. reçetede katalizör olarak kullanılan formaldehitin hem kumaşın boncuklanma dayanımı açısından olumsuz etkisi hem de insan sağlığına zararlarından dolayı reçete optimizasyonu çalışmasında ileriki safhalarda kullanılacak reçetede bulunmaması uygun görülmüştür. Konvansiyonel yöntemde (9. reçete) hem DMDHEU'nin hem de suyun çok kullanılması ve boncuklanma değerinin 1. ve 2. reçeteye göre daha düşük olması dezavantajları arasındadır. Ayrıca günümüzde en çok kullanılan bitim maddesi olan DMDHEU'nin formaldehit salımı yaptığı ve dolayısıyla kanserojen etkisi olduğu şüphelenilmektedir. Ayrıca DMDHEU'nin mukavemet kaybına ve beyazlık indeksinin düşüşüne yol açtığı bilinmektedir (Huang ve ark., 2007a; Hebeish ve ark., 2009; El-Sayed, Abo-Shosha ve Ibrahim, 2008; Hashem, Hauser ve Smith, 2003). DMDHEU'nin olduğu reçetelerle kaplanmış kumaşların boncuklanma dayanımlarının, 1. ve 2. reçete ile işlem görmüş kumaşların boncuklanma dayanımlarından kötü olması ve yukarıda belirtilen olumsuz özelliklerinden dolayı

ileriki safhalarda kullanılacak reçetelerde DMDHEU'nin bulunmaması tercih edilmiştir. Şekil 3.3'de DMDHEU ile çapraz bağlanma yapmış olan pamuklu kumaşın hidroliz ve formaldehit salımı gösterilmiştir.

BTCA ile kaplanmış örneklerin boncuklanma dayanımları 1. ve 2. reçeteden daha düşük olsa bile iyi olduğu söylenebilir. Ancak tekstil endüstrisinde çapraz bağlayıcı olarak BTCA, bazı dezavantajlarından dolayı yaygın olarak kullanılmamaktadır. Bunlardan bazıları maliyetinin yüksek olması ve mukavemet kayıplarına neden olmasıdır. Ayrıca bu asitlerin selüloz ile reaksiyonu için katalizör olarak çok miktarda sodyum hipofosfit kullanımını gerektirir. Sodyum hipofosfit yalnızca pahalı değil, aynı zamanda bazı boyarmaddelerin özellikle reaktif ve sülfür boyarmaddelerinin rengini bozarak indirgen madde olarak davranır (Lam, Kan ve Yuen, 2011a). Bundan dolayı reçete optimizasyonu çalışmasında, sonraki incelemeler için BTCA çapraz bağlayıcı olarak seçilmemiştir.



Şekil 3.3 DMDHEU ile çapraz bağlanma yapmış olan pamuklu kumaşın hidroliz ve formaldehit salımı (Peng, Yang ve Wanga, 2011)

Sonuç olarak reçete optimizasyonu çalışmasında, kumaşların boncuklanma dayanımına göre en iyi değeri veren 1. ve 2. reçete seçilmiştir. Bu reçetelerde kullanılan maddeler (TEOS, GPTMS) konvansiyonel buruşmazlık maddelerine alternatif olup formaldehit içermemektedirler. Ayrıca diğer bir buruşmazlık bitim maddesine alternatif olan BTCA' ya göre maliyetleri daha düşüktür.

3.2 TEOS/ GPTMS Mol Oranı Optimizasyonu Çalışması

1. reçetede bulunan TEOS ve GPTMS (TEOS/GPTMS:50/50 mmol) saf kimyasallar olup özellikle GPTMS'nin maliyeti oldukça yüksektir. Bundan dolayı çeşitli mol oranlarıyla denemeler yapılmış olup en iyi boncuklanma ve aşınma dayanımı, yüzdesel boyut değişimi, su tutma kabiliyeti ve bulanıklık dereceleri veren TEOS/GPTMS mol oranı saptanmaya çalışılmıştır. Bu amaçla TEOS/GPTMS: 50/50 mmol, 50/10 mmol, 10/50 mmol, 50/33 mmol, 10/10mmol ve 50/25 mmol mol oranlarıyla denemeler yapılmıştır.

Tablo 3.2 Mol oranı optimizasyonu çalışmasında kullanılan reçeteler

Kimyasal maddeler/Mol oranı	50mmol/50 mmol	50mmol/25 mmol	50mmol/10 mmol	10mmol/50 mmol	50mmol/33 mmol	10mmol/10 mmol
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	2,2 ml	11 ml	2,2 ml
GPTMS	11ml	5,5ml	2,2ml	11ml	7,2ml	2,2 ml
H ₂ O	32 ml	32 ml	32 ml	32 ml	32 ml	32 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
HCl (0,01 N)	10 ml	10 ml	10 ml	10 ml	10 ml	10 ml
pH	3,00	2.98	2,94	3,04	2,90	2,98
Kurutma	100°C,2dk.	100°C,2dk.	100°C,2dk.	100°C, 2dk.	100°C, 2dk.	100°C, 2dk.
Fiksaj	140°C, 20 dk.	140°C, 20 dk.	140°C, 20 dk.	140°C, 20 dk.	150°C, 45 sn.	150°C, 45 sn.
Emdirme	3 kere	3 kere	3 kere	3 kere	1 kere	1 kere

3.2.1 Kumaşların Boncuklanma Dayanımlarının İncelenmesi

Tablo 3.3’de yıkama yapılmayan, 5 ve 10 yıkama yapılan kumaşların K2 skalasına göre boncuklanma değerleri gösterilmektedir. Yıkama yapılmayan tüm kumaşların boncuklanma değerleri 5 olup en iyi değeri vermiştir. Elde edilen amorf yapıda 3 boyutlu network sayesinde liflerin birbirine göre kayması engellenmiştir. 10 yıkama sonrasında bile TEOS/GPTMS oranı 50 mmol/50 mmol ve 10mmol/10 mmol olan reçetelerin boncuklanma değerleri 4/5 çıkmıştır. Ancak TEOS/GPTMS oranı 50 mmol/10 mmol ve 10 mmol/10 mmol olan reçetelerin boncuklanma değerleri 10 yıkama sonrasında 3/4’e gerilemiştir. Bu durumun GPTMS’nin epoksi halkasının açılmasıyla selüloza çapraz bağlanmasından dolayı gerçekleştiği söylenebilir. Bu reçetelerde GPTMS miktarı düştükçe daha az çapraz bağlanma sonucu liflerin birbirine göre kayması kolaylaşmış ve dolayısıyla boncuklanma değerleri düşmüştür.

Tablo 3.3 Yıkama yapılmayan, 5, ve 10 yıkama yapılan kumaşların boncuklanma değerleri

Yıkama sayısı/ TEOS:GPTMS Mol oranı	Yıkama yok	5 Yıkama	10 Yıkama
50 mmol/ 50 mmol	5	5	4/5
50 mmol/ 25 mmol	5	4	4
50 mmol/ 10 mmol	5	4	3/4
10 mmol/ 50 mmol	5	5	4/5
50 mmol/ 33 mmol	5	4/5	4
10 mmol/ 10 mmol	5	4	3/4

Sonuç olarak GPTMS mol oranı arttıkça kumaşların çoklu yıkama sonrasında bile boncuklanma değerlerinin iyileştiği, TEOS mol oranının ise kumaşların boncuklanma dayanımını etkilemediği söylenebilir.

3.2.2 Kumaşların Aşınma Dayanımlarının İncelenmesi

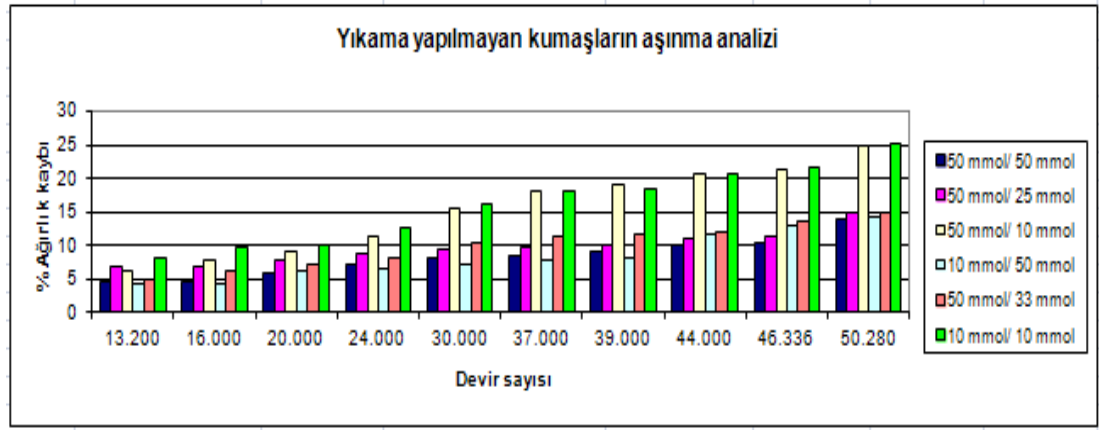
Tablo 3.4’te yıkama yapılmayan kumaşların çeşitli devirlerdeki yüzdesel ağırlık kayıpları verilmiştir. Sonuçlara göre TEOS/GPTMS mol oranı 50 mmol/50 mmol

içeren çözelti ile işlem gören kumaş 50.000 devirde dahi %13,8 ağırlık kaybına uğramıştır. Nanosol çözeltisinde kullanılan TEOS ve GPTMS gibi silika bileşikleri nano sol kaplamanın lif yüzeyine adhezyonunu artırdığı ve böylece kaplanan kumaşın mekanik etkilere karşı dayanımının geliştiği söylenebilir (Brzeziński ve ark., 2011). Ancak GPTMS mol oranı düştükçe örneklerin yüzdesel ağırlık kayıplarının arttığı görülmektedir. GPTMS'nin, selülozla çapraz bağlanması sonucu kumaşların boncuklanma özelliğine benzer şekilde aşınmaya karşı dayanımının da artırdığı söylenebilir.

Tablo 3.4 Yıkama yapılmayan kumaşların çeşitli devirlerdeki % ağırlık kayıpları

TEOS/GPTMS	Yıkama yok			
	20.000	30.000	40.000	50.000
50 mmol/ 50 mmol	5,9	8,2	9	13,8
50 mmol/ 25 mmol	7,8	9,5	10,1	15
50 mmol/ 10 mmol	9,1	15,6	19	24,8
10 mmol/ 50 mmol	6,2	7	8	14,2
50 mmol/ 33 mmol	7	10,3	11,6	14,8
10 mmol/ 10 mmol	10,2	16,1	18,3	25,3

50.000 devirde TEOS/GPTMS mol oranı 50 mmol/50mmol olan çözelti ile kaplanmış kumaşın yüzdesel ağırlık kaybı 13,8 iken 10 mmol/50 mmol mol oranına sahip çözelti ile kaplanan kumaşın yüzdesel ağırlık kaybı 14,2'dir. Bu yüzden çözeltideki TEOS mol oranının artması kumaşların aşınma dayanımını çok fazla etkilemediği söylenebilir. Yıkama yapılmamış kumaşların yüzdesel ağırlık kayıpları 50.000 devirde şu şekilde sıralanabilir: *10 mmol/10 mmol > 50 mmol/10 mmol > 50 mmol/25 mmol > 50 mmol/33 mmol > 10 mmol/50 mmol > 50 mmol/50 mmol*. Şekil 3.4'te verilen yıkama yapılmayan kumaşların ağırlık kaybı/devir sayısı grafiği bu sonucu desteklemektedir.



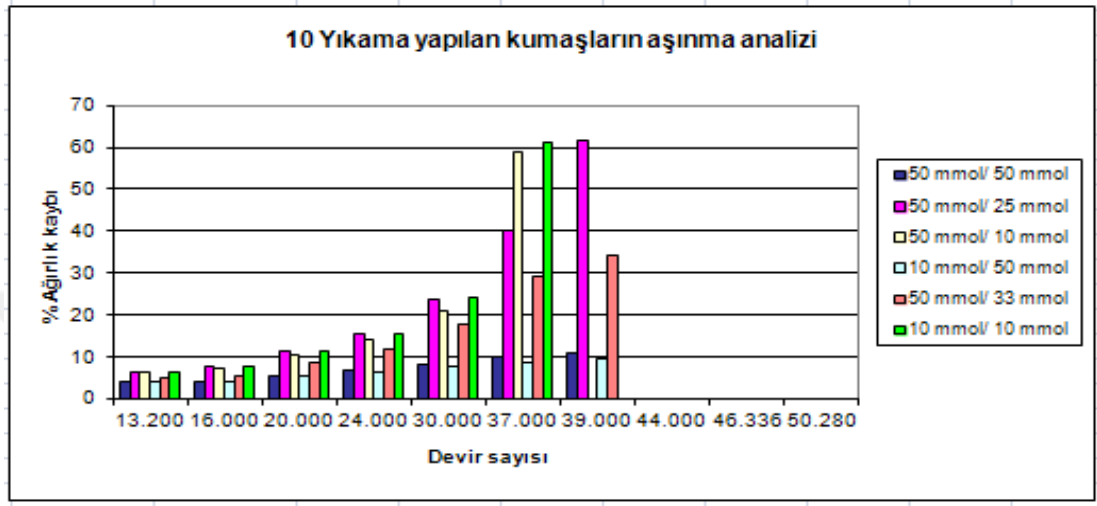
Şekil 3.4 Yıkama yapılmayan kumaşların aşınma analizi

10 yıkama yapılan kumaşların aşınma analizi sonuçları yıkama yapılmayan kumaşların aşınma analizi sonuçlarıyla benzer eğilimdedir. Tablo 3.5’de kumaşların çeşitli devirlerdeki yüzdesel ağırlık kayıpları verilmiştir. Yukarıda bahsedildiği gibi kumaşların GPTMS mol oranı arttığında kumaşların yüzdesel ağırlık kayıpları azalırken aşınma dayanımları gelişmiştir. GPTMS mol oranının az olduğu 50 mmol/10 mmol içeren çözelti ile kaplanmış örnek 37.000 devirde parçalanırken, 10 mmol/10 mmol içeren çözelti ile kaplanmış kumaş 37.000 devirde tamamen parçalanmıştır. Ancak GPTMS miktarının yüksek olduğu (50 mmol/ 50 mmol ve 10 mmol/50 mmol) reçetelerle işlem görmüş kumaşların aşınma analizi sonucu yüzdesel ağırlık kayıpları yıkama yapılmayan örnekleriyle birbirine yakın çıkmıştır.

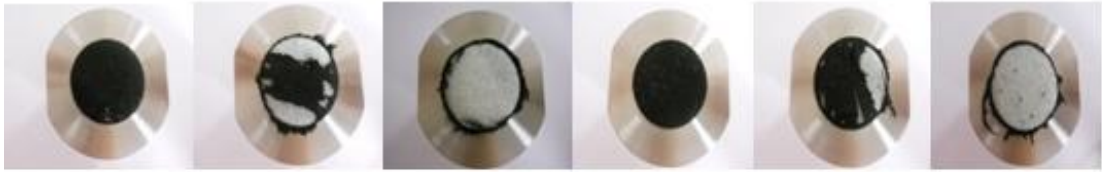
Tablo 3.5 10 Yıkama yapılan kumaşların çeşitli devirlerdeki % ağırlık kayıpları

Yıkama sayısı/ Mol oranı	10 Yıkama			
	20.000	30.000	40.000	50.000
50 mmol/ 50 mmol	5,3	8,1	10,9	15,1
50 mmol/ 25 mmol	11,2	23,5	61,6	x
50 mmol/ 10 mmol	10,6	21,1	x	x
10 mmol/ 50 mmol	5,3	7,5	9,5	12
50 mmol/ 33 mmol	8,7	17,5	34,1	x
10 mmol/ 10 mmol	11,1	24	x	x

10 yıkama yapılmamış kumaşların yüzdesel ağırlık kayıpları 30.000 devirde şu şekilde sıralanabilir: $10 \text{ mmol}/10 \text{ mmol} > 50 \text{ mmol}/25 \text{ mmol} > 50 \text{ mmol}/10 \text{ mmol} > 50 \text{ mmol}/33 \text{ mmol} > 50 \text{ mmol}/50 \text{ mmol} > 10 \text{ mmol}/50 \text{ mmol}$. Şekil 3.5’de verilen 10 yıkama kumaşların ağırlık kaybı/devir sayısı grafiği bu sonucu desteklemektedir.



Şekil 3.5 10 yıkama yapılan kumaşların aşınma analizi



Şekil 3.6 10 Yıkama yapılan kumaşların 37.000 devirdeki görünümü. Mol oranları soldan sağa şu şekildedir: 50 mmol/50 mmol, 50 mmol/25 mmol, 50 mmol/10 mmol, 10 mmol/50 mmol, 50 mmol/33 mmol, 10 mmol/10 mmol.

3.2.3 Kumaşların Boyut Değişimi Özelliklerinin İncelenmesi

Kumaşlarda 5 ve 10 yıkama sonucunda bir miktar boyut değişimi gözlenmiştir. Yıkamanın neden olduğu çubuk ve sıra yönündeki boyut değişimi miktarları Tablo 3.6’da görülmektedir. Kumaşlarda bir miktar boyut değişimi görülmesine karşın, bu değerler işlem görmemiş kumaşa ve fibric proses ile işlem görmüş kumaşa göre çok azdır. Çünkü sol-jel kaplama yapılan örneklerde meydana gelen 3 boyutlu network yapısı, yıkama sırasında liflerin birbirine göre kaymasını engellemiştir. Kumaşlar 5 yıkama sonunda çubuk yönünde %2,8 ile %8,6 arasında çekerken, sıra yönünde %3,5

ile %0,3 arasında uzamıştır. 10 yıkama sonunda ise çubuk yönünde %10,8 ile %7,1 arasında çekme, sıra yönünde %0,2 ile %5,3 arasında uzama şeklinde boyut değişimi meydana gelmiştir.

Tablo 3.6 5 yıkama sonrası boyut değişimi

5 Yıkama sonunda % boyut değişimi						
	50mmol/ 50mmol	50mmol/ 25mmol	50mmol/ 10mmol	10mmol/ 50mmol	50mmol/ 33mmol	10mmol/ 10mmol
Çubuk	-4,1	-2,8	-6,2	-4,4	-4,4	-8,6
Sıra	0,5	3,5	0,4	0,3	1,2	0,3
10 Yıkama sonunda % boyut değişimi						
Çubuk	-10,8	-6,8	-7,1	-8,6	-7,3	-9,9
Sıra	2,6	5,3	0,2	0,6	3,4	0,6

3.2.4 Kumaşların Su Tutma Yeteneklerinin İncelenmesi

Selülozik liflerin çapraz bağlanma derecesi tayini için kumaşların su tutma yetenekleri ölçülmüş olup Tablo 3.7’de % su tutma değerleri verilmiştir. İşlem görmemiş kumaşın su tutma yüzdesi en fazla çıkmıştır. Çünkü kumaş yüzeyinde selüloz liflerini birbirine bağlayan –OH bağları dışında bir çapraz bağlanma meydana gelmediği için suyun yüzeyden liflerin arasına nüfuz edebilmesi kolaylaşmıştır. En düşük değer % 49,8 su tutma değeri ile 50 mmol/50 mmol içeren reçeteye kaplanmış kumaşta çıkmıştır. TEOS/GPTMS: 50 mmo/10 mmol mol oranı içeren çözeltiyle işlem görmüş kumaş (% 64,2) 10 mmol/50 mmol mol oranı içeren çözeltiyle işlem görmüş kumaşa göre (% 58,7) daha yüksek çıkmıştır. Bu durum GPTMS mol oranı artmasıyla çapraz bağlanmanın arttığını göstermektedir. Bu şekilde suyun lifler arasına nüfuz etmesi zorlaşmıştır. Bu sonuçlar kumaşların boncuklanma ve aşınma analizinde bulunanlarla aynı doğrultuda çıkmıştır.

Tablo 3.7 Kumaşların % su tutma değerleri

TEOS/GPTMS	Water retention(%)
50 mmol/50 mmol	49,8
50 mmol/25 mmol	59,3
50 mmol/10 mmol	64,2
10 mmol/50 mmol	58,7
50 mmol/33 mmol	57
10 mmol/10 mmol	66
Untreated fabric	74,2

3.2.5 Çözeltilerin Bulanıklık Derecelerinin İncelenmesi

Türbidimetrik ölçüm çözelti içindeki silika bazlı (TEOS ve GPTMS) başlatıcıların çözünüp çözünmediğini anlamak için yapılmıştır. Tablo 3.8’de hazırlanan transparan nanosol çözeltilerinin bulanıklık dereceleri verilmiştir. Tüm reçetelerin bulanıklık dereceleri oldukça düşük olup 6,4 ile 0,5 NTU arasındadır. Bu durum silika bazlı başlatıcıların, çözelti içinde tamamen çözündüğünün göstergesidir (Onar, Ebeoğlu, Kayatekin ve Çelik, 2007). Bu yüzden elde edilen çözeltilerin nano boyutta olduğu söylenebilir. Özellikle TEOS/GPTMS: 10 mmol/50 mmol ve 10 mmol/10 mmol oranına sahip çözeltiler çok iyi berraklığa sahiptir.

Tablo 3.8 Nanosol çözeltilerin bulanıklık dereceleri

TEOS/GPTMS	Nephelometric Turbidity Unit(NTU)
50 mmol/50 mmol	6,4
50 mmol/25 mmol	6,4
50 mmol/10 mmol	4,5
10 mmol/50 mmol	0,9
50 mmol/33 mmol	2,8
10 mmol/10 mmol	0,5

BÖLÜM DÖRT

SONUÇLAR

Reçete optimizasyonu çalışmasında, kumaşların boncuklanma dayanımına göre en iyi değeri veren 1. ve 2. reçete seçilmiştir. Bu reçetelerde kullanılan maddeler (TEOS, GPTMS) konvansiyonel buruşmazlık maddelerine alternatif olup formaldehit içermemektedirler. Ayrıca diğer bir buruşmazlık bitim maddesine alternatif olan BTCA'ya göre maliyetleri daha düşüktür.

Sol-jel yönteminin ve Fibrice prosesin, çoklu yıkamalar sonunda aşınma, boncuklanma dayanımı ve boyut değişimi özellikleri karşılaştırıldığında reçete optimizasyonu çalışmasında da en iyi sonucu veren ve sol jel yöntemi ile elde edilen 1. ve 2. reçetenin en yüksek değerleri verdiği görülmüştür. Özellikle asidik hidrolizle elde edilen 1. reçete ile kaplanmış kumaşın fiziksel özellikleri diğer reçetelere göre oldukça iyi çıkmıştır.

TEOS/GPTMS mol oranı optimizasyonu çalışmasında boncuklanma ve aşınma dayanımı, boyutsal stabilite ve su tutma yeteği bakımından en iyi sonucu TEOS/GPTMS: 50 mmol/50 mmol ve 10 mmol/50 mmol olan reçeteler vermiştir. Bu durumdan GPTMS miktarının artmasıyla kumaş görünüm ve kullanım özelliklerinin olumlu yönde etkilendiği sonucu çıkarılmıştır.

Hazırlanan sol çözeltilerinin bulanıklık dereceleri oldukça düşük değerlerde çıkması çözeltilerin nano boyutta hazırlandığını göstermiştir.

KAYNAKLAR

- Abidi, N., Hequet, E. ve Tarimala, S. (2007). Functionalization of cotton fabric with vinyltrimethoxysilane. *Textile Research Journal*, 77 (9), 668-674.
- Akkış, B. (2009). *Farklı iplik numaralarından örülmüş değişik örgü tiplerinin kumaşın fiziksel özelliklerine etkisi*. Çukurova Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Adana.
- Alan, G. ve Tercan, M. (2011). Filtrasyon amaçlı tekstillere uygulanan bitim işlemleri. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 5 (3), 46-53.
- Alongi, J., Ciobanu, M. ve Malucelli, G. (2012). Thermal stability, flame retardancy and mechanical properties of cotton fabrics treated with inorganic coatings synthesized through sol-gel processes. *Carbohydrate Polymers*, 87 (3), 2093-2099.
- Arslan, B., (2006). *Ev tipi yıkamanın çeşitli iplik ve örgü tipinden mamul viskon kumaşlar üzerindeki etkileri*. Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Balcı, O., Asker, Ğ. ve Kurtoglu, N. (2010). Biyoparlatma ve reaktif boyama işlemlerinin kombine uygulanması ile hızlı boyama prosesi. *Mühendislik Bilimleri ve Tasarım Dergisi*, 1 (1), 39-48.
- Brzeziński, S., Kowalczyk, D., Borak, B., Jasierski, M. & Tracz, A. (2011). Nanocoat finishing of polyester/cotton fabrics by the sol-gel method to improve their wear resistance. *Fibres and Textiles in Eastern Europe*, 19 (6-89), 83-88.
- Bueano, M., A., Lamy, B., ve Renner, M., (2002). Effect on grain size and abrasion duration on the state of textile fabric surface. *Wear*, 253 (3-4), 448-457.

- Ciechańska, D., Struszczyk, H., Miettinen-Oinonen, A. ve Strobin G. (2002). Enzymatic treatment of viscose fibres based woven fabric. *Fibres and Textiles in Eastern Europe, October/December*, 60-63.
- Celep, Ş. (2007). *Nanoteknoloji ve tekstilde uygulama alanları*. Çukurova Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Adana.
- Cireli, A., Kutlu, B., Onar, N. ve Erkan, G. (2006). Tekstilde ileri teknolojiler. *Tekstil ve Mühendis*, 13 (61), 7-20.
- Çetin, C. (2007). *Dokuma kumaş özelliklerinin ve görmüş olduğu mekanik bitim işlemlerinin dokuma kumaş mukavemetine etkisi*. İstanbul Teknik Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Çoban, S. (1999). *Genel tekstil terbiyesi ve bitim işlemleri* (10). İzmir: Ege Üniversitesi, Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezi.
- Demirhan, F. ve Meriç, B. (2005). Örme kumaş ve giysilerde yıkama ve kurutma sonrası boyut değişimlerinin incelenmesi. *Journal of Engineering Science*, 11 (3), 381-390.
- Duran, K. ve Ayaz, Ö. Y. (1999). Selülozların rejenere selüloz liflerinde kullanımıyla alternatif terbiye prosesleri. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 5, 390-396.
- Ekmekçi, A. ve Duran, K. (2011) Pamuklu kumaşlarda tüylenme sorunu ve önleme çareleri. *Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Son Gelişmeler Sempozyumu VIII*. Mayıs, Bursa, 1-18.
- El-Sayed, M. Z., Abo-Shosha, M. H. ve Ibrahim, N. A. (2008). Preparation of polyethylene glycol/polyacrylamide adduct and utilization in cotton finishing. *Carbohydrate Polymers*, 5, 479-483.

- Hashem, M., Hauser P. ve Smith B. (2003). Wrinkle recovery for cellulosic fabric by means of ionic crosslinking. *Textile Reserch Journal*, 73, 762-766.
- Hebeish A., Hashem M., Shaker N., Ramadan M., El-Sadek B. ve Hady M.A. (2009). Effect of post- and pre-crosslinking of cotton fabrics on the efficiency of biofinishing with cellulase enzyme. *Carbohydrate Polymers*, 78, 953-960.
- Huang, K., S., Nien, Y., H., Hsiao, K., C. ve Chang, Y., S. (2006). Application of DMEU-SiO₂ Gel Solution in the Antiwrinkle Finishing of Cotton Fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 102(5), 4136-4143.
- Huang ,K.,S., Hwang, M., C., Chen, J., S., Lin, S., J. ve Wang, S., P. (2007a). Application of mixed gel solution in the anti-wrinkle finishing of cotton fabrics. *The Journal of the Textile Institute*, 98(2), 169-176.
- Huang, K., S., Yang, K., L., Lin, S., J. ve Lian, W., T. (2007b). Antiwrinkle Treatment of Cotton Fabric with a Mixed Sol of TEOS-TTB/DMDHEU. *Journal of Applied Polymer Science*, 106(4), 2559–2564.
- Jett, C. ve Arthur, J. C. (1989). Chemical modification of cellulose and its derivaties. *Comprehensive Polymer Science and Suppliments*, 6, 49-80.
- Kahraman, B. (2006). *Örme kumaşlarda boncuklanma nedenlerinin incelenmesi*. Marmara Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Köstem, A. M. (2005). *Farklı buruşmazlık apre maddeleri uygulanan kumaşlarda dikiş performansının incelenmesi*. Uludağ Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Bursa.
- Köylüoğlu, C. (1993). Selülozik elyaf içeren dokumalar için biyolojik yıkama. 3. *Tekstil Boyaları ve Kimyasal Maddeleri ve Uygulamadaki Son Yenilikler Sempozyumu*. Mayıs, Bursa, 113-126.

- Laga, S. K., Wasif, A. I. ve Shah, K. (2010). Bio-polishing of knit goods. *The Indian Textile Journal*. October, 121(1), 52-54
- Lam, Y., L., Kan, C., W. ve Yuen, C., W., M. (2011a). Wrinkle-resistant finishing of cotton fabric with BTCA - the effect of co-catalyst, *Textile Research Journal*, 81(5), 482-493.
- Lam, Y. L., Kan, C. W. ve Yuen, C. W. M. (2011b). Wrinkle-resistant finishing with dimethyloldihydroxyethyleneurea (DMDHEU)-the effect of co-catalyst. *Textile Research Journal*, 81 (14), 1419-1426.
- Mahltig, B. ve Textor, T. (2008). *Nanosols and textiles* (1-224), Singapore: World Scientific Publishing Co.
- Mantarlar, M.. (2006). *Tekstil makinalarında kullanılan silindirler ve silindir kaplama malzemelerinin bazı mekanik özelliklerinin belirlenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- Mavruz, S., Oğulata, R. T. (2008). Tekstil terbiyesinde biyoparlatma uygulamaları ve pamuklu örme kumaşların bazı fiziksel ve kimyasal özelliklerine etkisi. *Tekstil ve Mühendis Dergisi*, 14 (66), 15-22.
- Mavruz, S., Oğulata, R., T. (2009). Biyoparlatma uygulanmış örme kumaşlara tekrarlı (çoklu) yıkamaların etkisinin incelenmesi. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 19 (3), 224-230.
- Okur, A. (2002). *Tekstil materyallerinde mukavemet testleri*. İzmir: Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları, No:303.

- Onar, N., Ebeoğlu, M., F., Kayatekin, I. ve Çelik, E. (2007). Low-temperature, sol-gel-synthesized, silver-Doped titanium oxide coatings to improve ultraviolet-blocking properties for cotton fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*, 106, 514-525.
- Peng, H., Yang, C. Q. ve Wang, S. (2011). Nonformaldehyde durable press finishing of cotton fabrics using the combination of maleic acid and sodium hypophosphite. *Carbohydrate Polymers*, 87 (1), 491-499.
- Sabır, E., C. ve Maralcan, A. (2010). 2/1 Z Dimi PES/VIS/EA dokuma kumaş özelliklerine şardon parametrelerinin etkisi. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4(2), 1-8.
- Sarıışık, M. (2001). *Tekstil terbiye işlemlerinde enzimler* (286). İzmir: Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları.
- Sauperl, O. ve Stana-Kleinschek, K.,(2010). Differences Between Cotton and Viscose Fibers Crosslinked with BTCA. *Textile Research Journal*, 80(4), 383-392.
- Schindler, W., D. ve Hauser P., J. (2004). *Easy-care and durable press finishes of cellulosics*. Chemical Finishing of Textiles (51-73), Cambridge: Woodhead Publishing Ltd.
- Schramm, C., Binder, W. ve H., Tessadri, R. (2004). Durable Press Finishing of Cotton Fabric with 1,2,3,4-Butanetetracarboxylic Acid and TEOS/GPTMS. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 29(3), 155-165.
- Schramm, C., Rinderer, B, Binder ,W., H., Tessadri, R. ve Duelli, H. (2005), Treatment of 1,3-dimethylol-4,5- dihydroxyimidazolidine-2-one finished cellulosic material with tetraethoxysilane or glycidyloxypropyl-trimethoxysilane solutions. *Journal Of Materials Science*, 40(8), 1883-1891.

- Şahin, O. (2011). *Fonksiyonel bitim işlemleri*. Diploma Çalışması. Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Fakültesi.
- Sülar, V. ve Okur, A. (2001). Kumaşlarda aşınma ve eskime. *Tekstil Maraton*, 11, 55, 28-40.
- Tayyar, A., E., Sarı, F., ve Yağız, İ. (2001). Gömleklik kumaşlarda yapısal parametrelerin kumaşın aşınma direncine etkileri. *Tekstil ve Mühendis*, 18(84).
- Teal, S. (1997). *Economic analysis of cotton textile finishing processes*. Yüksek Lisans Tezi, Texas Tech Üniversitesi, Teksas.
- Uçal, N., B. (2005), *Pamuklu mamüllerde kullanılan çapraz bağlayıcı maddeler ile renk arasındaki ilişkinin incelenmesi*. Yüksek Lisans Tezi, Uludağ Üniversitesi, Bursa.
- Wang, C. ve Chen, L., (2009). Surface Treatment of anti-crease finished cotton fabric based on sol-gel technology. *Surface Review and Letters*, 16 (5), 715-721.
- Wang, C., Li, M., Min, W. ve Chen, L., (2008). Cotton fabric properties with water-repellent finishing via sol-gel process. *Surface Review and Letters*, 15 (6), 833-839.
- Wang, C. X. ve Chen, Sh. L. (2006). Surface treatment of cotton using b-cyclodextrins sol-gel method. *Applied Surface Science*, 252, 6348-6352.
- Xia, Z., Wang, X., Ye, W., Xu, W., Zhang, J. ve Zhao, H. (2009). Experimental investigation on the effect of singeing on cotton yarn properties. *Textile Research Journal*, 79 (17), 1610-1615.