

**T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**NANOPARTİKÜL ESASLI SOL – JEL KAPLAMALARLA
KETEN KUMAŞIN MULTİFONKSİYONEL PERFORMANSININ
GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA

DENİZLİ, TEMMUZ - 2019

T.C.
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI
BİLİM DALINIZ YOKSA BU SEKMEYİ SİLİNİZ



NANOPARTİKÜL ESASLI SOL – JEL KAPLAMALARLA
KETEN KUMAŞIN MULTİFONKSİYONEL PERFORMANSININ
GELİŞTİRİLMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA

DENİZLİ, TEMMUZ - 2019

KABUL VE ONAY SAYFASI

ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA tarafından hazırlanan
“NANOPARTİKÜL ESASLI SOL – JEL KAPLAMALARLA KETEN
KUMAŞIN MULTİFONKSİYONEL PERFORMANSININ
GELİŞTİRİLMESİ ” adlı tez çalışmasının savunma sınavı 30.07.2019
tarihinde yapılmış olup aşağıda verilen jüri tarafından oy birliği / oy çokluğu ile
Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.




Jüri Üyeleri

İmza

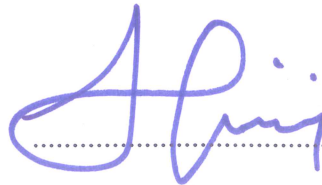
Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Buket ARIK

Üye
Prof. Dr. Aslı DEMİR

Üye
Doç. Dr. Nurhan ONAR ÇAMLİBEL


.....

.....

.....

Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
04/09/2019 tarih ve 35/32... sayılı kararıyla onaylanmıştır.


.....

Prof. Dr. Uğur YÜCEL

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından 2017FEBE066 nolu proje ile desteklenmiştir.

Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.

ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA



ÖZET

**NANOPARTİKÜL ESASLI SOL – JEL KAPLAMALARLA KETEN
KUMAŞIN MULTİFONKSİYONEL PERFORMANSININ GELİŞTİRİLMESİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

(TEZ DANIŞMANI: DR. ÖĞR. ÜYESİ BUKET ARIK)

DENİZLİ, TEMMUZ - 2019

Kimyasal özellikleri pamuğa benzer olan keten liflerinin iyi mukavemet özellikleri, yüksek ısı iletkenlik ve düzgün yüzey özellikleri bulunmaktadır. Ancak düşük buruşmazlık açısı, zayıf boyut stabilitesi, sert tutum ve düşük elastikiyet gibi sakıncaları bu liflerden elde edilen tekstil yüzeylerinin kullanımını kısıtlamaktadır. Bu nedenle tez çalışmasında kumaşların performans özelliklerinin geliştirilmesinde kullanımı giderek artan sol-jel yönteminin keten kumaşlarda da denenmesi, farklı çinko tuzları ve mm nano tozları ile kaplamaların fonksiyonel özelliklerinin artırılması ve etkilerinin değerlendirilmesi amaçlanmıştır. Çalışmada, üç farklı çinko tuzu (çinko asetat, çinko nitrat ve çinko sülfat) ve iki farklı çinko oksit nano tozu ile sol-jel yöntemine göre iki farklı konsantrasyonda hazırlanan kaplamalar keten kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj yöntemleriyle uygulanmıştır. Kaplama sonrası kumaşların % ağırlık değişimleri, ultraviyole koruma faktörleri, antibakteriyel özellikleri, buruşmazlık açıları, kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri, eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerleri ve beyazlık-sarıklık değerleri standartlara uygun şekilde belirlenmiştir. Ayrıca kaplamaların lif yüzeyinde oluşturduğu film tabakası ve kaplamaların element içerikleri sırasıyla Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersiv X-Işını analizi (EDX) aracılığıyla incelenmiştir. Çalışma sonucunda keten kumaşlarda buruşmazlık, antibakteriyel etkinlik ve ultraviyole koruyuculuk tek adımda elde edilebilmiş ve fiziksel özelliklerde önemli sayılabilecek bir değişim gözlenmemiştir. Fonksiyonel etkinlik bakımından çinko oksit nano tozları, çinko tuzlarından daha elverişli bulunmuştur.

ANAHTAR KELİMELELER: Sol – Jel, Kaplama, Çinko Oksit, Nano Toz, Çinko Nitrat, Çinko Sülfat, Çinko Asetat, Multifonksiyon, Keten.

ABSTRACT

MULTIFUNCTIONAL PERFORMANCE IMPROVEMENT OF LINEN FABRIC BY NANOPARTICLE BASED SOL-GEL COATINGS

MSC THESIS

ÖZGE DENİZ KARAMAN ATMACA

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

TEXTILE ENGINEERING

(SUPERVISOR: ASSIST. PROF. DR. BUKET ARIK)

DENİZLİ, JULY 2019

Linen fabrics whose chemical properties are similar to cotton fabrics have good strength, high thermal conductivity and smooth surface properties. On the other hand, the disadvantages like low wrinkle recovery angle, poor dimensional stability, stiff handle and low elasticity limit the usage of textile surfaces derived from linen fibers. Thereby, in this thesis study, it was aimed for sol-gel process, that has gained importance in the enhancement of performance properties of cotton, to be studied linen fabrics as well, to enhance functional properties of the coatings with the help of different zinc salts and zinc oxide nano powders and to compare the effects. In the study, sol-gel coatings prepared by doping three different zinc salts (zinc acetate, zinc nitrate and zinc sulphate) and two different zinc oxide nano powders were applied to linen fabrics by pad-dry-cure method. Then, add on % values, ultraviolet protection factors, antibacterial properties, wrinkle recovery angles, tensile strength and elongation at break values, bending length and bending rigidity values and whiteness-yellowness values were determined according to the standart test methods. Moreover, the coating film layer on the fiber surfaces and elemental content of the coatings were evaluated by scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray analysis respectively. As a result of the study, antiwrinkle effect, antibacterial activity and ultraviolet protection effect could be obtained in one step and in terms of physical properties any considerable changes were not observed. From the point of functional efficiency, zinc oxide nano powders were found to be more favorable than zinc salts.

KEYWORDS:F Sol - Gel, Coating, Zinc Oxide, Nano Powder, Zinc Nitrate, Zinc Sulphate, Zinc Acetate, Multifunction, Linen.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	Hata! Yer işaret
ABSTRACT.....	Hata! Yer işareti
İÇİNDEKİLER.....	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ.....	vi
SEMBOL LİSTESİ.....	vii
ÖNSÖZ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. SOL – JEL YÖNTEMİ.....	3
2.1 Sol – Jel Yönteminde Kullanılan Bileşenler	3
2.1.1 Metal Alkoksitler.....	3
2.1.2 Alkoller.....	4
2.1.3 Katalizörler.....	4
2.1.4 Nanopartiküller.....	5
2.1.4.1 Çinko Oksit (ZnO)	5
2.1.4.2 Silandioksit (SiO ₂)	6
2.1.4.3 Titandioksit (TiO ₂).....	7
2.2 Sol – Jel Yönteminin Aşamaları.....	8
2.2.1 Sol – Jel Oluşumu.....	8
2.2.2 Hidroliz ve Kondenzasyon Reaksiyonları.....	8
2.2.3 Jelleşme.....	9
2.3 Sol – Jel Yöntemi ile Tekstil Yüzeylerinin Kaplanması	10
3. SOL-JEL YÖNTEMİNİN TEKSTİLDE UYGULAMA ALANLARI.....	13
3.1 Güç Tutuşurluk Bitim İşlemi.....	14
3.2 Antibakteriyel Özellik	15
3.3 Buruşmazlık Bitim İşlemi (Kırışıklık Önleme).....	16
3.4 Ultraviyole (UV) Koruması, Kendi Kendini Temizleme, Kir Tutmazlık (Fotokatalitik Etki)	16
3.5 Su ve Yağ İtici Bitim İşlemi (Hidrofob Etki).....	20
3.6 Multifonksiyonel Bitim İşlemi	21
4. SOL-JEL YÖNTEMİNİN KETEN LİFİNİN ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİNDE KULLANILMASI.....	23
5. GEREÇ VE YÖNTEM.....	25
5.1 Gereçler	25
5.1.1 Kullanılan Kumaşlar.....	25
5.1.2 Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	25
5.1.3 Kullanılan Cihazlar.....	26
5.2 Yöntemler	26
5.2.1 Ağartma İşlemi.....	26
5.2.2 Sol-Jel Yöntemiyle Uygulanan Bitim İşlemleri.....	27
5.2.3 Yüzde Ağırlık Değişiminin Belirlenmesi.....	29
5.2.4 Buruşmazlık Açısının Tayini.....	30
5.2.5 Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasının Belirlenmesi.....	31
5.2.6 Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğinin Belirlenmesi.....	31
5.2.7 Beyazlık-Sarıklık İndisinin Belirlenmesi.....	32

5.2.8	Ultraviyole Koruma Faktörünün Belirlenmesi.....	33
5.2.9	Antibakteriyel Aktivitenin Belirlenmesi.....	33
5.2.10	SEM-EDX Analizi.....	33
6.	BULGULAR.....	35
6.1	Yüzde Ağırlık Değişimine İlişkin Bulgular	35
6.2	Buruşmazlık Açısına İlişkin Bulgular	36
6.3	Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasına İlişkin Sonuçlar	38
6.4	Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğine İlişkin Bulgular	39
6.5	Beyazlık-Sarılık Değerlerine İlişkin Sonuçlar	41
6.6	Ultraviyole Koruma Faktörü (UPF) Analiz Sonuçları	42
6.7	Antibakteriyel Test Sonuçları.....	44
6.8	SEM Analiz Sonuçları.....	45
6.9	EDX Analizi Sonuçları.....	51
7.	SONUÇ VE ÖNERİLER.....	56
8.	KAYNAKLAR.....	59
9.	ÖZGEÇMİŞ.....	65

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları (Toygun ve diğ. 2013)	9
Şekil 2.2: Emdirme işlemi sırasında meydana gelen hidrojen bağları.....	11
a) Selüloz liflerindeki hidrojen bağları (Ismail 2016).....	11
b) Yün lifindeki hidrojen bağları (Ismail 2016).....	11
c) Poliester lifindeki hidrojen bağları (Ismail 2016).....	11
Şekil 2.3: Kovalent bağlar (Ismail 2016).....	12
Şekil 3.1: Tekstil bitim işlemlerinde sol - jel teknolojisinin uygulama alanları (Ismail 2016).....	14
Şekil 5.1: Yatay pnömatik emdirme makinesi (Fulard).....	28
Şekil 5.2: Laboratuvar tipi ramöz	29
Şekil 5.3: Buruşmazlık açısı ölçümü aleti	30
Şekil 5.4: Kopma mukavemeti ve uzama ölçümü aleti	31
Şekil 5.5: Sabit açılı eğilme ölçeri	32
Şekil 5.6: Spektrofotometre	33
Şekil 6.1: İşlem sonrası yüzde ağırlık artış değerleri grafiği	36
Şekil 6.2: Buruşmazlık açısı ölçüm sonuçları grafiği	37
Şekil 6.3: Atkı ve çözgü yönünde kopma mukavemeti değerlerinin değişim grafiği	39
Şekil 6.4: Genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği	40
Şekil 6.5: Beyazlık sarılık indisi ölçüm sonuçları grafiği	42
Şekil 6.6: İşlemsiz keten kumaşın SEM görüntüsü	46
Şekil 6.7: Çinko sülfat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü	46
Şekil 6.8: Çinko nitrat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü.....	47
Şekil 6.9: Çinko asetat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü.....	48
Şekil 6.10: Çinko oksit nano (80-200 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü.....	49
Şekil 6.11: Çinko oksit nano (10-30 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü	50
Şekil 6.12: İşlemsiz keten kumaşın EDX analiz grafiği	52
Şekil 6.13: Çinko sülfat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği	53
Şekil 6.14: Çinko nitrat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği .	53
Şekil 6.15: Çinko asetat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği	54
Şekil 6.16: Çinko oksit nano (80-200 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği	54
Şekil 6.17: Çinko oksit nano (10-30 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği.....	55

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1: ASTM D 6603 ve AS/NZS 4399 standartlarına göre kumaşların koruma kategorileri (Alebeid ve Zhaoa 2017)	18
Tablo 5.1: Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri	25
Tablo 5.2: Denemelerde kullanılan cihazlar	26
Tablo 5.3: Sol – jel yöntemiyle kumaşların işleminde kullanılan 1. adım ve 2. adım kimyasalları ve kullanım miktarları	27
Tablo 5.4: pH ölçüm sonuçları	28
Tablo 6.1: İşlem sonrası yüzde ağırlık artış değerleri	35
Tablo 6.2 : Buruşmazlık açısı ölçüm sonuçları	37
Tablo 6.3: Kopma mukavemeti ve kopma uzaması sonuçları	38
Tablo 6.4: Eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği ölçüm sonuçları	40
Tablo 6.5: Beyazlık sarılık indisi ölçüm sonuçları	41
Tablo 6.6: Ultraviyole koruma faktörü (UPF) analiz sonuçları	43
Tablo 6.7: Antibakteriyel aktivite test sonuçları	44
Tablo 6.8: Kaplamalardaki ZnO partiküllerinin ortalama çapları	51
Tablo 6.9: Elementel analiz sonuçları	51

SEMBOL LİSTESİ

AF	: Alınan Flotte Oranı
EDX	: Enerji Dispersiv X-Işını Analizi
GPTMS	: 3-Glisidoksipropiltrimetoksisilan
NMR	: Nükleer Manyetik Rezonans
ORMOSİL	: ORganik MOdifiye SİLanlar
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEOS	: Tetraetilortosilikat
TGA	: Termogravimetrik Analiz
UPF	: Ultraviyole Koruma Faktörü
UV	: Ultraviyole Işınları

ÖNSÖZ

Tez çalışmamda tez konusunun seçimi, tezin uygulama aşamaları, değerlendirilmesi sırasında her türlü yardımı gösteren değerli danışman hocam Sayın Dr. Öğr. Üyesi Buket ARIK' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmam süresinde her zaman desteklerini gördüğüm aileme, eşime ve minik kızım Asya'ya candan teşekkür ederim.

Tez çalışmam esnasında laboratuvarlarını kullanmama izin verdikleri ve çalışmamı destekledikleri için Hürsan Havlu Üretim San. Tic. A.Ş. firmasına teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasının maddi olarak desteklenmesini 2017FEBE066 nolu yüksek lisans proje kapsamında sağlayan Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim.

1. GİRİŞ

Sol-jel, cam, jel ve seramik tozları elde etmede kullanılan bir kimyasal sentezleme yöntemidir. Bu yöntem bir çözeltide (sol) bulunan metal alkoksitlerin hidrolizi ve zamanla polimerleşerek jel oluşturması şeklinde özetlenebilmektedir. Sol-jel yöntemi, sıvı başlatıcıların hidrolizine ve kolloidal sol maddenin oluşmasına dayanmaktadır. Başlatıcı olarak silisyum veya titanyum, zirkonyum veya vanadyum esaslı metal alkoksitler veya metal tuzları kullanılabilir. İlk adımda sıvı halde herhangi bir madde homojen bir şekilde çözelti veya süspansiyon olarak hazırlanmakta ve jelleştirme yapıldıktan sonra bu madde katılaştıran matris içerisine fiziksel olarak bağlanmaktadır (Ismail 2016, Gashti ve diğ. 2016, Malucelli 2016, Çamlıbel Onar ve Arık 2017). Bu yöntem, esasında sistem sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yaptığı için bu şekilde isimlendirilmektedir. Bu yöntemle oldukça saf ve küresel biçimli tozlar, ince film kaplamalar, seramik fiberler, mikro gözenekli inorganik zarlar, monolitik seramik ve camlar ya da aşırı gözenekli arojel malzemeler üretilmektedir (Hasançebi 2006, Gashti ve diğ. 2016).

Sol-jel yöntemi, günümüzde tekstil yüzeylerinin fonksiyonel özelliklerinin geliştirilmesinde alternatif bir yöntem olarak önerilmekte ve bu alanda yapılan yayın ve projelerin sayısı her geçen gün artmaktadır. Son yıllarda, sol-jel yönteminin kumaşlara fonksiyonel özellikler (güç tutuşurluk, antibakteriyellik, UV koruyuculuk, buruşmazlık vs.) kazandırmak amacıyla kullanılmaya başlandığı da görülmektedir. Hatta birden fazla özelliğin aynı anda sağlanabildiği multifonksiyonel uygulamalar da bulunmaktadır. Bilinen klasik yöntemlerle çok adımlı uygulanan ve çok fazla kimyasal gerektiren bu işlemlerin, sol-jel yöntemiyle tek adımda yapılabilmesi ve zararlı kimyasalların daha az gereksinimi nedeniyle sol-jel yöntemi, tekstil bitim işlemleri açısından oldukça önemli olup gelecek çalışmalar açısından da umut verici olmaktadır. Ayrıca tekstil sanayii için de karlılık ve kalitenin iyileştirilmesi anlamlarına gelmektedir (Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

Keten (*Linum usitatissimum L*), bir gövde lifi olup, tekstil ve kompozit sanayinde hammadde olarak kullanılmaktadır. Keten lifi, bir yıllık ömrü olan keten

bitkisinin saplarından elde edilmektedir. Keten bitkileri uzun saplı, dalları az ve lifleri çok olan türdendir. Lifler gövdenin kabuk bölümünde birbirine yapışık olarak bulunmaktadır. Olgunlaşma evresinden sonra makineler aracılığı ile köküyle birlikte topraktan çıkartılarak ve tohumlarından ayrıştırılmaktadır (Anonim 2007).

Keten lifleri, yüksek mukavemet, yüksek ısı iletkenlik ve düzgün yüzey özelliklerine sahiptir. Ancak düşük buruşmazlık açısı, zayıf boyut stabilitesi, sert tutum ve düşük elastikiyet gibi olumsuz yanları da bulunmaktadır (Hann 2005, Kim ve Csiszar 2005, Ibrahim ve diğ. 2008, Tavcer ve diğ. 2011, Dalbaşı 2016). Bu nedenle bu olumsuz özelliklerin en aza indirilmesi ve keten kumaşlara multifonksiyonel performans kazandırılması bu kumaşların piyasada daha fazla tercih edilir olması açısından önemlidir. Zaten önceki çalışmalara bakıldığında multifonksiyonel özelliklerin geliştirildiği sol-jel kaplama uygulamalarının genel olarak pamuklu kumaşlar üzerinde yoğunlaştığı, keten kumaş üzerinde pek fazla çalışma yapılmadığı görülmektedir. Literatürde, sol-jel yönteminin gövde liflerinin ve gövde liflerinden elde edilen kumaşların ısı stabilite, güç tutuşurluk, aşınma dayanımı, UV koruma, buruşmazlık ve antibakteriyellik gibi bazı özelliklerin geliştirilmesinde uygulandığına ilişkin sınırlı sayıda birkaç çalışma bulunmaktadır (Vihodceva ve Kukle 2011, Rachini ve diğ. 2012, Alongi ve Malucelli 2013, Arık ve diğ. 2018).

Bu tez çalışmasında, üç farklı çinko tuzu (çinko asetat, çinko nitrat ve çinko sülfat) ve iki farklı çinko oksit nano tozu ile sol-jel yöntemine göre iki farklı konsantrasyonda hazırlanan kaplamalar keten kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj yöntemleriyle uygulanmıştır. Kaplama sonrası kumaşların ağırlık değişimleri, ultraviyole koruma faktörleri, antibakteriyel özellikleri, buruşmazlık açıları, kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri, eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerleri ve beyazlık-sarıklık değerleri standartlara uygun şekilde belirlenmiştir. Ayrıca kaplamaların lif yüzeyinde oluşturduğu film tabakası ve kaplamaların element içerikleri sırasıyla Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersiv X-Işını analizi (EDX) aracılığıyla incelenmiştir.

2. SOL – JEL YÖNTEMİ

İlk olarak 1846 yılında tesadüfen Ebelman tarafından keşfedilen sol-jel yöntemi, 1936 yılında Geffken'in SiO₂ ile film hazırlanabileceğini ortaya koymasıyla ilerleme kaydetmiş ve 1953 yılından sonra ise giderek yaygınlaşmıştır (Ghosh 2006, Arık 2013).

Sol-jel tabiri, İngilizce'de solution-gelation (çözünme-jelleşme) ifadelerinin kısaltılarak bir araya getirilmesiyle oluşturulmuştur (Gönüllü 2009, Ghosh 2006, Arık 2013).

Sol-jel yöntemi seramik ve cam malzemeler yapmak için oldukça kullanışlı bir yöntem olup, genel olarak sol-jel sürecinde sistem sıvı fazdan (sol) katı faza (jel) geçiş yapılmaktadır. Bu yöntemle birçok seramik ve cam malzeme üretilmektedir. Bunlar; oldukça saf ve küresel biçimli tozlar, ince film kaplamalar, seramik lifler, mikro gözenekli inorganik zarlar, monolitik seramik ve camlar ya da aşırı gözenekli aerojel malzemelerdir (Hasançebi 2006).

2.1 Sol – Jel Yönteminde Kullanılan Bileşenler

Sol-jel yönteminde; başlangıç malzemesi (metal alkoksitler veya metal tuzları), çözücü (alkoller) ve katalizörler kullanılarak sol hazırlanmaktadır (Gönüllü 2009).

2.1.1 Metal Alkoksitler

Metal alkoksitler metalorganik bileşikler olup, metal-oksijen-karbon bağına sahiptirler. Metal alkoksitler, genel olarak M(OR)_x formülüyle gösterilmekte ve burada O oksijeni, M kaplanacak metal malzemeyi, R herhangi bir alkil grubunu (CH₃-metil, C₂H₅-etil gibi), x metal değerine göre değişen valans durumunu temsil

etmektedir (Özler 2007). Sol-jel yönteminde, metal alkoksit olarak titan tetra isopropoksit, tetraetilortosilikat kullanılabilir. Çok yaygın olmamakla beraber başlatıcı olarak su camı da kullanılabilir (Carter ve Norton 2007).

2.1.2 Alkoller

Çözücü olarak metal tuzları için su, metal alkoksitler için alkoller tercih edilmektedir. Sol- jel yönteminde çözücü olarak kullanılan alkoller, metanol (CH_3OH), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), propanol ($\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$) ve butanol ($\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$) dır.

Su, sol-jel işleminde önemli bir etkiye sahip olduğundan alkollerden farklı bir şekilde düşünülmektedir. Su, diğer parametrelere (sıcaklık, katalizör vb.) kıyasla moleküler yapıyı oluşturan ve kimyasal tepkimelere doğrudan dâhil olan bir bileşen olduğundan sol-jel işleminde su miktarı, su/ alkoksit oranı ile ifade edilip bu şekilde değerlendirilmektedir (Toygun ve diğ. 2013).

2.1.3 Katalizörler

Katalizörler, hiçbir reaksiyona katılmayan ancak reaksiyon hızını arttıran asit ve baz gibi kimyasallardır. Sol-jel yönteminde asit katalizörler olarak asetik asit, nitrik asit, hidroklorik asit ve hidroflorik asit; baz katalizör olarak amonyum hidroksit kullanılabilir. Asit katalizörleri hafif bağlarla bağlı polimerler üretirken, baz katalizörlerinin sol-jel prosesleri aşamasında yüksek yoğunlukta, kuvvetli bağlarla bağlı olan polimerler ürettiği kabul edilmektedir. Asit katalizörlü mekanizmada lineer veya rastgele dallanmış polimer yapılar oluşmaktadır. Eşit katalizör konsantrasyonunda, baz katalizli reaksiyonlar asit katalizli reaksiyonlara göre daha yavaş gerçekleşmektedir. Ayrıca oluşan ürünler grup şeklindedir. Bunun nedeni, bazik katalizör kullanıldığında kondenzasyon reaksiyonunun daha hızlı olması ve tüm sol-jel prosesinin hızının, kısmen yavaş olan hidroliz adımıyla belirlenmesidir. Diğer yandan, asidik koşullar altında, alkoksit ön başlatıcısının hidrolizi kondenzasyon prosesinden daha hızlı meydana gelmektedir. Tüm bu özellikler, istenen niteliklerdeki son ürünün konfigürasyonuna ulaşmak için araştırma

parametrelerinin kontrolünde arařtırmacıların işini kolaylařtırmaktadır (Toygun ve diğ. 2013).

2.1.4 Nanopartiküller

2.1.4.1 Çinko Oksit (ZnO)

Çinko oksit, özellikle katkılı çinko oksit, farklı alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Çünkü benzersiz fotokatalitik, elektrik, elektronik, optik, dermatolojik ve antibakteriyel özelliklere sahiptir. ZnO ile modifiye edilmiş hibrit polimerlerin kullanımı, yüksek UV koruyucu özellikteki tekstiller açısından öne çıkan bir yaklaşımdır. Bu polimerler, aynı zamanda, parçalanmaya karşı yüksek dayanım ve toksik olmama gibi önemli özellikler göstermektedir. Sol-jel yöntemi de çoklu özelliklerin tek adımda kolaylıkla tekstil endüstrisinde uygulanabilmesine olanak sağlamaktadır (Farouk ve diğ. 2010, Alebeid ve Zhaoa 2017).

Çinko oksit (ZnO), 3.3 eV band aralığına sahip bir oksit yarı iletken olarak bilinmektedir. Çinko oksit nanopartikülleri (ZnO-NPs) elektrik iletkenlikleri, UV-bloke edici, fotoooksitleyici, fotokatalitik, antibakteriyel ve kendi kendini temizleme gibi özellikleriyle nanopartiküller arasında dikkat çekmektedir. Buna ek olarak, ZnO-NP'ler insan için güvenli bir malzemedir ve kişisel bakım ürünlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. ZnO-NP sentezlemek için çeşitli yöntemlerin geliştirildiği bilinmektedir. Bu yöntemler içerisinde hidrotermal yöntem, ideal bir morfoloji kontrolü, uygun partikül boyut dağılımı, iyi kristalleşme, faz saflığı ve nispeten az aglomerat oluşturması gibi özellikleriyle öne çıkmaktadır. Özellikle, ZnO NP'lerin pamuklu kumaşlara uygulanması son yıllarda arařtırmacıların dikkatini çekmektedir ve bu işlemle kaplanmış kumaşa hem UV koruma hem de antibakteriyellik özellikleri kazandırılmaktadır (Kathirvelu ve diğ. 2009, Uğur ve diğ. 2010, El-Naggar ve diğ. 2017, Alebeid ve Zhaoa 2017).

ZnO partiküllerinin antibakteriyel etkisi, hidrojen peroksit (H_2O_2), hidroksil radikalleri ($-OH$), peroksit (O_2^{-2}) ve süperoksit (O^{-2}) bileşikleri gibi reaktif oksijen

bileşiklerinin oluşumundan kaynaklanmaktadır. Reaktif oksijen bileşiklerinin hücre duvarına zarar verme ve hücre zarı geçirgenliğini artırma gibi bazı mekanizmaları bulunmakta ve bu sayede mitokondriyi zayıflatmakta, hücre içi yapıların (lipit, DNA ve proteinler) yaşamsal fonksiyonlarını bozmaktadır. Neticede hücre gelişimini engelleyerek hücrelerin ölümüne sebep olduğu için tekstil yüzeylerinin antibakteriyel etkinlik göstermesini sağlamaktadır (Ibahim ve diğ. 2013, Sirelkhatim ve diğ. 2015, Ramadan ve diğ. 2016, Mirzaei ve Darroudi 2017). Bazı durumlarda, ZnO partiküllerinin tekstil yüzeyini aşındırıcı etkisinin de antibakteriyel aktiviteyi desteklediği literatürde belirtilmektedir.

Sonuç olarak, ZnO partiküllerinin antibakteriyel etki mekanizması, reaktif oksijen bileşiklerinin oluşması, antibakteriyel iyonların yüzeyde toplanması ve bu bileşiklerin hücre duvarı ile etkileşimi sonucu hücresel bütünlüğün bozularak hücresel gelişiminin engellenmesi şeklinde özetlenebilmektedir (Sirelkhatim ve diğ. 2015, Mirzaei ve Darroudi 2017).

ZnO partiküllerinin antibakteriyel etkisinin yanı sıra yüksek katalitik ve fotokimyasal aktivite özellikleri de bulunmaktadır. ZnO partikülleri, UVA (315–400 nm) ve UVB (280–315 nm) bölgelerinde yüksek optik absorpsiyona sahiptir. Bu absorpsiyon özelliği sayesinde UV koruyucu etki de göstermektedir (Kathirvelu ve diğ. 2009, Ibahim ve diğ. 2013, Darroudi ve diğ. 2014, Sirelkhatim ve diğ. 2015). ZnO partiküllerinin fotokimyasal aktivitesi, UV ışıkla teması kesildiğinde bile uzun süre devam edebilmektedir. Bu durum da yüzeyde toplanmış olan negatif yüklü oksijen bileşikleri (O^{-2} ve O_2^{-2}) ile ilişkilendirilmektedir. Yani reaktif oksijen bileşiklerinin salımı, hem UV hem de görünür ışıkta meydana gelmekte hatta karanlıkta bile etki devam etmektedir (Sirelkhatim ve diğ. 2015).

2.1.4.2 Silandioksit (SiO_2)

Silandioksit, doğada yaygın olarak kum veya kuartz halinde bulunmaktadır. Camın ve çimento gibi malzemelerin temel bileşenini oluşturmaktadır. Silandioksit; cam, jel, porselen, aerojel gibi değişik formlarda üretilebilmektedir. Silandioksit düşük genleşme katsayısına sahiptir ve yüksek erime sıcaklığı nedeniyle ısıya karşı

dayanıklı bir malzemedir. Saf kristal halindeki kuartzların kompozisyonundan oluşan kristalleşmiş silandioksit, bu özelliğinden dolayı fırın yapımında kullanılmaktadır. Silandioksit jel (katı bileşik) giyimde ve deri ürünleri gibi bazı eşyaların nem almasını önlemek üzere kurutucu madde olarak karşımıza çıkmaktadır. Silandioksit sulu çözeltisi olan silisik asit şeklinde ise diş plaklarını aşındırma amacıyla diş macunu olarak kullanılmaktadır. Silandioksit nanotoz ve silandioksit nanoparçacıkları nano ölçekteki diğer parçacıkların da sahip olduğu gibi yüzey alanı büyük olan parçacıklardır. Nanoyapılı silandioksit nanoparçacıkları 5-100 nm boyutunda ve gram başına 25-50 m² yüzey alanına sahiptir. Nanosilandioksit parçacıkları son derece yüksek saflıkta kaplanmış halde ve dağılmış formda bulunabilmektedir ve nanosivisi halinde de elde edilebilmektedir. Nanosiviler genel olarak ya yüzey aktif maddesi (surfactant) ya da yüzey yükü teknolojisinde kullanılan çözelti içindeki asılı kalmış nanoparçacıklardan oluşmaktadır.

Silandioksitin genel özelliklerini şu şekilde sıralamak mümkündür (Özuğur 2012):

- Moleküler formülü: SiO₂,
- Molar kütlesi: 60.1,
- Yoğunluğu: 2.2 kg/m³
- Erime sıcaklığı: 1650 (±75) °C,
- Kaynama sıcaklığı: 2230 °C.

2.1.4.3 Titandioksit (TiO₂)

Titanyum, doğada en çok bulunan dokuzuncu elementtir ve geniş bir yayılım profiline sahiptir. Dünya kabuğundaki ortalama konsantrasyonu 4400 mg/kg'dır. Doğada serbest olarak bulunmamaktadır. Çünkü oksijene ve diğer elementlere karşı afinitesi yüksektir. En sık karşılaşılan oksidasyon durumu +4'tür. Ancak, +3 ve +2 değerlikli oksidasyon durumları da karşımıza çıkabilmektedir. Metalik titanyum, TiO₂ ve titanyum tetra klorür (TiCl₄) endüstride geniş çaplı kullanılmaktadır. TiO₂, metalik titanyumun oksitlenmiş formudur. Beyaz toz şeklinde olan TiO₂, yanıcı özelliğe sahip değildir ve kokusuzdur. Oda sıcaklığındaki moleküler ağırlığı; 79,9 g/mol, kaynama noktası; 2972 °C, erime noktası; 1843 °C ve bağıl yoğunluğu; 4,26 g/cm³ şeklindedir (Zorlu 2016).

2.2 Sol – Jel Yönteminin Aşamaları

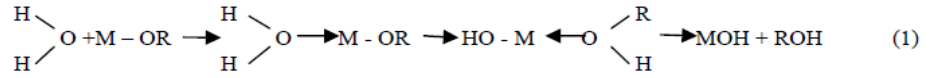
2.2.1 Sol – Jel Oluşumu

Solun hazırlanmasında hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları oluşmaktadır. Metal alkoksitlerin hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları jel üretiminde kimyasal temeli oluşturmaktadır. Hidroliz ve kondenzasyon hızlarındaki farklar jelleşme aşamasında farklı polimer yapılarına neden olmaktadır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının hızlarını etkileyen en önemli faktörler pH, su oranı, sıcaklık, katalizör cinsi ve konsantrasyonudur (Özler 2007).

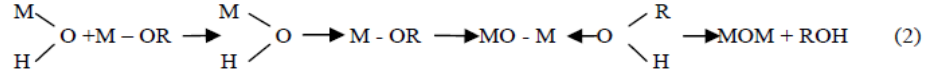
2.2.2 Hidroliz ve Kondenzasyon Reaksiyonları

Sol-jel prosesinde ilk olarak, çok saf olan başlangıç maddelerinin homojen çözeltileri hazırlanmaktadır. Sonrasında alkoksit su eklenmesi ve karıştırılmasıyla hidroliz işlemi gerçekleştirilmektedir. Eğer çözelti pH 7'den farklı ise hidroliz reaksiyonu önemli ölçüde hızlandırılmış olarak ilerlemektedir. Bu yüzden ortama asit ya da baz eklenmesi bu prosesi hızlandırmaktadır. Reaksiyon, asidik ya da bazik koşullar altında alkoksit ön başlatıcılarının hidrolizi ve gözenekli bir jel oluşturmak için hidroksillenmiş monomerlerin poli-kondenzasyonu ile ilerlemektedir. Hidrolizden sonra solün asiditesi yaklaşık pH 7'ye doğru çekilmekte ve bu durum jelleşmeyi teşvik etmektedir. Bu aşamada mekanik olarak kararlı olmayan ıslak jel oluşmaktadır.

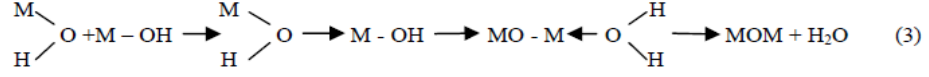
Asit ya da baz katalizör bulunmadığında, metal alkoksitler ilk olarak su moleküllerinin nükleofilik eklenmesiyle gerçekleşen hidroliz reaksiyonunu vermektedirler. Sonrasında bunu, alkoksit grubuna sudan proton transferi şeklinde gerçekleşen alkolün ayrıldığı reaksiyon izlemektedir (Toygun ve diğ. 2013). Şekil 2.1'de gerçekleşen hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları verilmektedir.



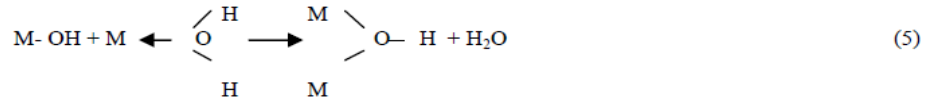
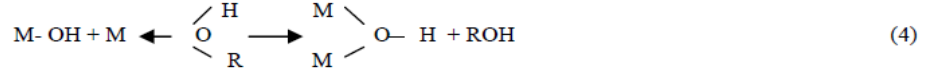
Bu reaksiyonu ise, bundan başka bir alkoksit ile sonuçta çıkan MOH türlerinin reaksiyonu (alkoksilasyon):



Ya da MOH türleri arasındaki reaksiyon (oksolasyon):



Ya da çözünen metal türlerinin sonuçta oluşan MOH türleriyle reaksiyonu (olasyon) izler.



Şekil 2.1: Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları (Toygun ve diğ. 2013)

2.2.3 Jelleşme

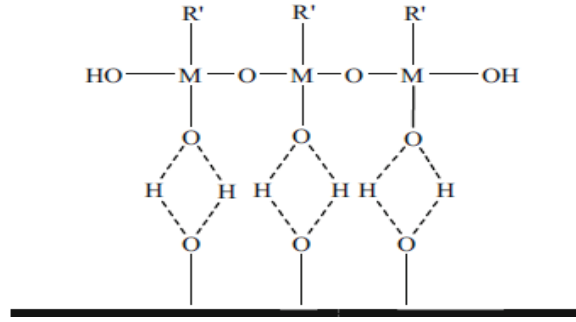
Jelleşme, bir çözeltinin akışkanlığının aniden kaybolup elastik bir katı görünümüne geçtiği donma prosesini andıran bir olay olarak tanımlanmaktadır. Jelleşme reaksiyonlarının hızına ve şekline bağlı olarak oluşan jellerin ve dolayısıyla da son ürünün mikro yapısı kontrol edilebilmektedir. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucunda kümeler büyüyerek bağlanıp jel meydana getirmektedirler. Katı faz bağlarının bağlanışının kalıcı (irreversible) ya da geri dönüşümlü (reversible) olup olmamasına göre jeller “güçlü ya da zayıf” olarak adlandırılmaktadır. Jelleşme basit olarak, kümeler çarpışmaya kadar partiküllerin topaklaşması ya da polimerlerin kondenzasyonu ile kümelerin büyümesi, sonrasında ise tek bir büyük kümeyi meydana getirmek için kümeler arasında bağların oluşumu olarak açıklanmaktadır. Bunların sonucunda oluşan yapıya ise “jel” adı verilmektedir. Jel noktası, polimerizasyonun başlangıç aşamasında tüm katı kütlenin bağlantılı hale geldiği nokta olarak da tanımlanmaktadır. Yoğunlaşma ile gerçekleşen bu durum çözeltinin viskozitesinin artışından belli olmaktadır. Solün pH değerinin düşük olduğu zamanlarda da jelleşme süresinin uzun olduğu literatürde belirtilmektedir. Jelleşme, hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının

gerçekleşmesiyle meydana geldiğinden bu reaksiyonları etkileyen her parametreden doğrudan etkilenmektedir (Toygun ve diğ. 2013).

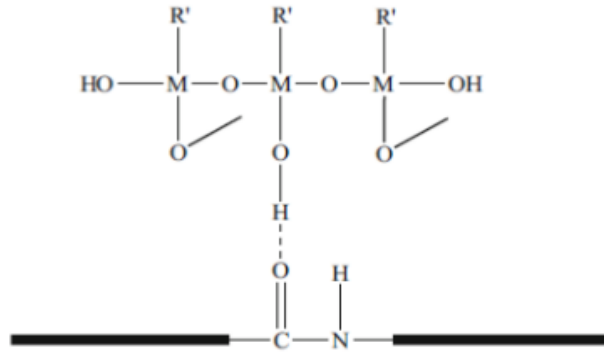
2.3 Sol – Jel Yöntemi ile Tekstil Yüzeylerinin Kaplanması

Sol-jel yöntemi, metal veya yarı metal alkoksitlerin hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarına dayanmaktadır. Sol-jel reaksiyonunu başlatmak için öncelikle metal veya yarı metal alkoksit asidik veya bazik katalizörlü ortamda su veya çözügene (çoğunlukla alkol) karıştırılmaktadır. Bu aşamada, uygun nanopartiküller veya polimerler de reaksiyon solüsyonuna eklenebilmektedir. Hazırlanan bu solüsyonlar belirli bir süre karıştırıldıktan sonra tekstil yüzeylerine emdirme-kurutma-fiksaj yoluyla uygulanmaktadır. Böylece, tekstil yüzeyleri bir film tabakasıyla kaplanmakta ve solüsyon içerisindeki bağlayıcı maddeler sayesinde tekstil yüzey özellikleri değiştirilebilmektedir. Emdirme işlemi esnasında bu bağlayıcı maddeler, hem kendi aralarında bağ oluşturmakta hem de lifin serbest hidroksil gruplarıyla hidrojen bağları oluşturmaktadır (Hidroliz reaksiyonu). Emdirmenin ardından tekstil yüzeyleri belirli bir sıcaklıkta kurutma ve fiksaj işlemlerine maruz bırakılmaktadır. Bu adımlarda, sıcaklık etkisiyle hidrojen bağları kovalent bağlara dönüşerek film tabakasının tekstil yüzeyine güçlü bir şekilde bağlanmasını sağlamaktadır (Kondenzasyon reaksiyonu) (Gashti ve diğ. 2016, Ismail 2016, Çamlıbel Onar ve Arık 2017). Şekil 2.2’de film tabakasının farklı tekstil yüzeylerine bağlanması sonucu oluşan hidrojen bağları verilmektedir. Ayrıca oluşan kovalent bağlar Şekil 2.3’de verilmektedir.

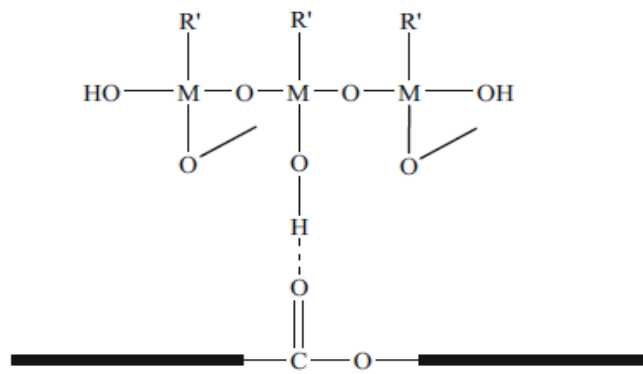
a)



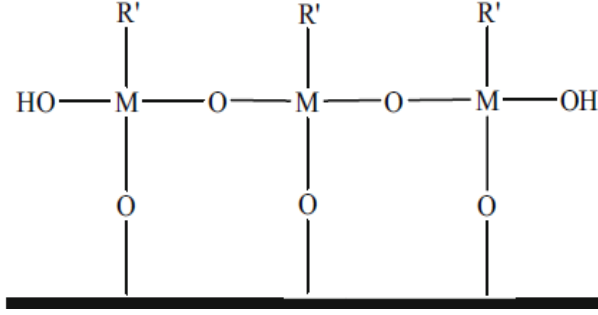
b)



c)



Şekil 2.2: Emdirme işlemi sırasında meydana gelen hidrojen bağları, **a)** Selüloz liflerindeki hidrojen bağları (Ismail 2016), **b)** Yün lifindeki hidrojen bağları (Ismail 2016), **c)** Poliester lifindeki hidrojen bağları (Ismail 2016).



Şekil 2.3: Kovalent bağlar (Ismail 2016)

Sol-jel yönteminin en önemli avantajları, ekonomik ve kolay olarak yapılabilmesi ve eşit kalınlıkta kaplamaların yapılabilmesine olanak sağlamasıdır (Evcin 2016). Ayrıca, tekstilde bitim işlemlerinde yüksek konsantrasyonlarda kullanılan zararlı kimyasallara alternatif ekolojik bir yöntem olması ve multifonksiyonel işlemlerin tek adımda kazandırılabilmesi bakımından da önem taşımaktadır (Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

Sol-jel yönteminin, tekstilde su ve yağ iticilik, güç tutuşurluk, UV koruyuculuk, buruşmazlık antimikrobiyellik ve multifonksiyonellik gibi uygulamalarda kullanılabildiği önceki çalışmalarda belirtilmektedir (Gu ve diğ. 2016, Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

3. SOL-JEL YÖNTEMİNİN TEKSTİLDE UYGULAMA ALANLARI

Son yıllarda tekstil terbiye işlemleri için alternatif bir uygulama yöntemi olan sol-jel teknolojisi araştırılmaktadır. Bu yöntem sayesinde tekstil yüzeylerinde çok fonksiyonlu özellikleri tek adımda elde etmek de mümkündür. Örneğin, tekstil malzemelerinin su-yağ itici, antibakteriyel, güç tutuşur özellikleri, fotokatalitik özellikleri, UV-koruyucu özellikleri ve kırışık önleyici özellikleri sol-jel işlemi ile tek adımda geliştirilebilmektedir. Ancak, aktif maddelerin uyumlulukları ve performansları, çok işlevli kumaşların üretimi açısından önem taşımaktadır (Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

Sol-jel teknolojisi ile tekstil malzemelerine çeşitli fonksiyonel özellikler verilebilmekte veya mevcut olan bazı özellikler bir veya daha fazla aşamada geliştirilebilmektedir. Tekstil endüstrisinde güç tutuşurluk, su ve yağ iticilik, antibakteriyel koruma, buruşmazlık, ultraviyole (UV) ışığa karşı koruma, kendi kendini temizleme, kir iticilik, fotokatalitik etkinlik, haslık özelliklerini geliştirme gibi bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin uygulama alanları bulunmaktadır (Ismail 2016).

Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin uygulama alanları Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1: Tekstil bitim işlemlerinde sol - jel teknolojisinin uygulama alanları (Ismail 2016)

3.1 Güç Tutuşurluk Bitim İşlemi

Bir yangında, yangından kaynaklı hasarları engellemek için tekstil malzemelerinin güç tutuşur özelliklerinin geliştirilmesi oldukça önem taşımaktadır. Tekstil malzemeleri için klorür, bromür, fosfor, antimön ve bor esaslı malzemeler aleve dayanıklılık kazandırmak için kullanılmaktadır. Buna ek olarak, bu kimyasal maddelerin kombinasyonu (örneğin, antimön-halojen veya fosfor-azot), birbirleriyle uyumlu etkileri nedeniyle kullanılabilir.

Sol-jel yöntemi ile geleneksel yöntemlerde kullanılan yüksek kimyasal madde miktarı (yaklaşık 300-500 g/l) önemli ölçüde azaltılabilir. Ayrıca halojensiz kimyasalların kullanılması ile güç tutuşurluk özelliği tekstil materyallerine ekolojik ve ekonomik olarak kazandırılabilir (Grancaric ve diğ. 2017).

3.2 Antibakteriyel Özellik

Antibakteriyel ve antimikrobiyel özellik, sporda, açık havada, evde, otomotiv sektöründe, tıbbi tekstillerde, çorap ve iç çamaşırları gibi giysilerde önemlidir. Tekstil yüzeylerine antibakteriyel ve antimikrobiyel tekstil kaplama işlemleri için gümüş, triklosan, kitosan, kuaterner amonyum tuzları, N-halaminler, biguanid türevleri, sentetik boyalar ve peroksiasitler gibi çeşitli biyositler uygulanmaktadır. Alternatif bir yöntem olan sol-jel teknolojisi ile daha az ve toksik olmayan kimyasallar kullanılarak antibakteriyel bitim işlemi klasik yöntemlerden daha düşük sıcaklıkta yapılabilmektedir. Tekstil materyalinin doğal özelliklerinin korunması, ayrıca mükemmel yıkama ve kullanım dayanıklılığı gibi avantajlar da kazandırılmaktadır.

Farklı tipteki sol-jel sistemlerinin antibakteriyel veya antimikrobiyel etkisi olduğu bilinmektedir. Bu sistemler anataz modifikasyonlu fotoaktif titan kaplamaları ve koloidal metal veya gümüş, gümüş tuzları, bakır bileşikleri, çinko veya biyosidal kuaterner amonyum tuzları gibi metal bileşikleri olan sol-jel kaplamalarıdır. Öte yandan, ince filmler üretebilmek için gerekli yüksek çalışma sıcaklıklarının, sulu solları peptit haline getirmek için kullanılan güçlü asitlerin tekstil malzemelerinin zarar görmesine neden olmak gibi birçok dezavantajı da bulunmaktadır (Zhang ve diğ. 2016).

Antibakteriyel veya antimikrobiyel etkiyi sağlamak için uygulanan diğer sol-jel sistemi de polikasyonik bileşenlerin silika katman matrisi içine dahil edilmesidir. Bu sayede pozitif yüklü polikasyonik bileşen negatif yüklü mikrobiyel hücre membranları ile etkileşime girmekte ve hücresel işlevlere zarar vermektedir (Zhang ve diğ. 2016).

El-Naggar ve diğerleri (2017) alkali olarak sodyum hidroksit ve aglomerasyon maddesi olarak sodyum alginat kullanarak çinko oksit nanopartiküllerini (ZnO-NP'ler) hazırlamış ve ardından SiO₂ nanopartikülleri ile sol-jel yöntemine göre modifiye etmişlerdir. Bu kaplama ile pamuklu kumaşlarda 20 yıkamaya dayanıklı antibakteriyel ve UV koruyucu özellik sağlamışlardır.

3.3 Buruşmazlık Bitim İşlemi (Kırışıklık Önleme)

Sol-jel teknolojisi ile epoksi silanlar (glisidoksi propiltrimetoksisilan), vinil silanlar (viniltrimetoksisilan) ve formaldehit açığa çıkarmayan tetraetoksisilan gibi silan bağlama maddeleri kullanılarak tekstil yüzeylerine buruşmazlık özelliğinin kazandırılması mümkündür. Yapılan çalışmalarda, geleneksel yöntemlerde asidik katalizörün yüksek sıcaklıkta lifler üzerindeki yıkıcı etkisinden kaynaklanan mukavemet kaybı ve sararma probleminin sol-jel yönteminde görülmediği belirtilmektedir (Huang ve diğ. 2006, Huang ve diğ. 2007^{ab}, Çamlıbel Onar ve Arık 2017, Arık ve diğ. 2018).

Kırışıklık önleyici sol-jel uygulamalarında, DMEU / SiO₂ (Dimetilol etilen üre/silis, TEOS-TTB / DMDHEU (tetra etoksisilan-titanyum (IV), n-bütoksit / dimetilol dihidroksietilen üre), BTCA - MAH / SiO₂ (1,2,3,4-bütantetrakarboxilik asit - maleik anhidrit / silika), BTCA - SHP / TEOS - GPTMS (1,2,3,4-bütan tetrakarboxilik asit-Sodyum hipofosfit / tetraetoksilan - Glisidil propiloksitri metoksisilan), DMDHEU / TEOS - GPTMS) gibi maddeler kullanılmıştır. (Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

3.4 Ultraviyole (UV) Koruması, Kendi Kendini Temizleme, Kir Tutmazlık (Fotokatalitik Etki)

Ultraviyole (UV) ışığına uzun süre maruz kalma, özellikle insanlarda erken cilt yaşlanması, alerji, güneş yanığı veya hatta cilt kanserine neden olabilmektedir. UV ışınlarından koruma amacıyla, titandioksit (TiO₂), çinkooksit (ZnO), benzofenon türevleri, orto-hidroksi fenil ve difeniltriazin türevleri gibi çeşitli kimyasal maddeler kullanılmaktadır. TiO₂ nanopartiküller fotokatalitik reaksiyon vasıtası ile ayrıca kendi kendini temizleme ve kir tutmazlık özelliği de sağlamaktadır (Daoud ve Xin 2004, Saravanan 2007, Wang ve Wang 2009, Alebeid ve Zhaoa 2017).

Fotokatalitik reaksiyon, ultraviyole (UV) ışık altında organik ve inorganik kirleticilerin parçalanmasına neden olmaktadır. Ayrıca, tekstil yüzeyindeki

mikroorganizmalar ve tekstil atık suyundaki boya artıkları gibi organik bileşenler de fotokatalitik etki ile ayrılabilir. Bu sayede fotokatalitik etki, sadece UV koruması ve kendi kendine temizlemeyi değil, aynı zamanda antibakteriyel etki, ekolojik ve ekonomik atık su arıtımını da sağlamaktadır (Daoud ve Xin 2004).

UV radyasyonunun enerji seviyeleri üç kategoriye ayrılmaktadır:

a) Çok yüksek enerji: UV-C ışınları ($\lambda = 100 \text{ nm} - 280 \text{ nm}$): İnsan derisine oldukça zarar vermektedir. Ancak ozon tabakasıyla filtrelendiğinden dünyanın yüzeyine ulaşmamaktadır.

b) Yüksek enerji: UV-B ışınları ($\lambda = 280 \text{ nm} - 320 \text{ nm}$): Cilde birkaç milimetre derinliğe kadar nüfuz etmekte ve cilt epidermisinde pigment oluşumunu tetiklemektedir. Uzun süreli maruziyet melanoma veya cilt kanserine yol açmaktadır.

c) Düşük enerji: UV-A ışınları ($\lambda = 320 \text{ nm} - 400 \text{ nm}$): Cilde derinlemesine nüfuz ederek erken yaşlanmaya yol açmaktadır. Geçici ve kısa süreli etkiler gözlenebilmektedir (Aktan 2010, Alebeid ve Zhaoa 2017).

UV-B ışınları, toplam UV radyasyonunun yalnızca küçük bir kısmı (yaklaşık %10'u) olmasına rağmen akut ve kronik hastalıklardan sorumlu olduklarından çok tehlikelidirler.

UV radyasyonu, kanser, yaşlanma, Alzheimer hastalığı, inflamatuvar bozukluklar ve daha birçok çeşitli patolojilerin gelişimine katılan serbest radikal türlerinin oluşumundan sorumludur.

Tekstiller, çevresel etkilere karşı insanları her zaman korumak için kullanılmaktadırlar. Ancak, tekstillerin UV radyasyonun zararlı özelliklerine karşı kısmen koruma özellikleri bulunmaktadır (Aktan 2010).

Uygulamada, tekstillerin UV koruma özellikleri, belirli bir kumaşın ultraviyole koruma faktörü (UPF) değeri ile karakterize edilmektedir (Farouk ve diğ. 2010, Alebeid ve Zhaoa 2017). UPF değeri, belli bir giysi giyen bir kişinin, cildin

kızarmaya başlamasından önce güneşin altında, korunmasız bir kişiye kıyasla ne kadar daha fazla kalabileceğini göstermektedir. UV koruma faktörü aşağıdaki teoreme verilen (3.1) eşitliği yardımıyla hesaplanmaktadır.

$$UPF = \frac{\sum_{\delta=280}^{400} E(\delta) \cdot \varepsilon(\delta) \cdot \Delta\delta}{\sum_{\delta=280}^{400} E(\delta) \cdot \tau(\delta) \cdot \varepsilon(\delta) \cdot \Delta\delta} \quad (3.1)$$

Bu denklemde;

$E(\delta)$ = Güneş ışınımı,

$\varepsilon(\delta)$ = Eritema etki spektrumu,

$\tau(\delta)$ = λ dalga boyunda numunedeki spektral transmittans,

$\Delta\delta$ = Ölçümlerin dalga boyu aralığı olduğunu ifade etmektedir (Farouk ve diğ. 2010, Alebeid ve Zhaoa 2017).

Tekstil yüzeylerinin UV koruyucu özellikleri, UPF değerlerine göre iyi, çok iyi ve mükemmel gibi çeşitli kategorilere ayrılmaktadır. ASTM D 6603 ve AS/NZS 4399 standartlarına göre kumaşların UV koruma kategorileri Tablo 3.1’de verilmektedir.

Tablo 3.1: ASTM D 6603 ve AS/NZS 4399 standartlarına göre kumaşların koruma kategorileri (Alebeid ve Zhaoa 2017)

UPF Aralığı	Etkili UV Geçirgenlik Yüzdesi (%)	Koruma Kategorisi
40-50, 50+	≤ 2.5	Mükemmel
25-39	4.1-2.6	Çok İyi
15-24	6.7-4.2	İyi

Bir tekstil malzemesinin UPF değeri, UV radyasyonun tekstil materyali boyunca iletilmesi ile belirlenmektedir. Verilen bir materyalin iletimi aşağıdaki etmenlere bağlıdır:

- Lif materyali
- Kumaşın yapısal özellikleri,
- Nem içeriği,

- Renk ve boyama yoğunluğu,
- Optik beyazlatıcı maddelerin varlığı,
- Özel apre ürünleri, örn. UV emiciler,
- Giysilerin yıkanma koşulları (Farouk ve diğ. 2010, Alebeid ve Zhaoa 2017).

UV absorplayıcı maddeler, lastik, kumaş ve polimer gibi çeşitli substratların güneş ışınlarıyla parçalanmasına karşı koruyucular olarak uzun süredir kullanılmaktadır. Ancak tekstil ürünlerinde UV koruyucu özelliğin geliştirilmesi için yapılan çalışmalar nanoteknolojinin de etkisiyle son yıllarda giderek artmıştır. Örneğin, doğal zeolitin nanopartikülleri, poliester ve pamuklu kumaşların UV ve antimikrobiyal etkilere karşı daha iyi korunmasını sağlamıştır (Farouk ve diğ. 2010). Nano gümüş antibakteriyellik; nano-TiO₂, UV ışınlarını engelleme veya kendi kendini temizleme ve nano-ZnO ise antibakteriyellik ve UV ışınlarını engelleme özellikleri için kullanılmıştır.

İnorganik UV engelleyiciler, organik UV engelleyicilere göre daha fazla tercih edilmektedir. Çünkü çinko oksit gibi inorganik engelleyiciler, hem yüksek sıcaklık hem de UV ışınlarına karşı kimyasal olarak kararlı bir özellik göstermektedirler. Bununla birlikte toksik (zehirli) de değildirler (Farouk ve diğ. 2010).

Kumaşlara sol-jel yöntemi ile UV koruyuculuk kazandırma uygulamalarının bir kaçı aşağıda yer almaktadır.

Qi ve diğerleri (2007) daldırma-kaplama yöntemi aracılığıyla TiO₂/SiO₂ nanokompozit kaplı pamuklu kumaşları hazırlamışlar ve TiO₂/SiO₂ hibrit kaplamalarının titanyum oksit kaplı pamuklu kumaşlara göre daha iyi fotokatalitik etki gösterdiğini ve kendi kendine temizleme aktivitelerinin daha iyi olduğunu belirtmişlerdir.

Farouk ve diğerleri (2010) tarafından yapılan çalışmada, UV ışığını yüksek oranda absorpladığı bilinen nanoboyutlu çinkooksit partiküllerin sentezi ve karakterizasyonu yapılmıştır. Sol-jel esaslı inorganik-organik hibrit polimerler, çinkooksit partiküllerle modifiye edilmiş ve %100 pamuk ve %65/35

pamuk/poliester kumaşlara uygulanmıştır. Kaplama solüsyonları birkaç saatlik dayanım ve minimal düzeyde çökme gösterdiğinden endüstriyel uygulama için yeterli bulunmuştur. İşlem görmüş tekstiller; yüksek UV koruma özelliği göstermiş, aynı zamanda da fiziksel özelliklerini korumuştur.

Ibrahim ve diğerleri (2013) gümüş, çinko oksit, zirkonyum oksit veya titandioksit gibi inorganik nano materyalleri baskı patına ilave ederek çok fonksiyonlu yeni bir pigment baskı tekniği geliştirmişlerdir. Şablon baskı tekniği ile baskı yapıldıktan sonra mikrodalga fiksajı uygulanmıştır. Selülozik kumaşlara bu baskı ile kazandırılan antibakteriyellik ve UV koruyuculuk özelliklerinin 20 yıkama sonunda >%70 gibi kabul edilebilir bir değere kadar kaldığı gözlenmiştir. Baskılı yüzeylerdeki nano materyallerin varlığı, SEM görüntüleri ve EDX spektra ile doğrulanmıştır.

Nateghi ve Shateri-Khalilabad (2015) tarafından yapılan başka bir çalışmada da gümüş nanoteller sentezlenmiş ve florosilan ile birlikte pamuk liflerine daldırma-kaplama yöntemiyle kaplanmıştır. Bu şekilde elde edilen pamuklu kumaşların süperhidrofobluğa, mükemmel UV-koruyucu özelliğe ve yüksek antimikrobiyel etkiye sahip olduğu gözlenmiştir.

Attia ve diğerleri (2017^b) yaptıkları çalışmada ticari amaçlı olarak kullanılan bir bağlayıcı ile tekstil liflerinin performanslarını geliştirmek için kaplama işlemi yapmışlardır. Bu bağlayıcılar yardımıyla ortalama partikül boyutu 20 nm olan TiO₂ ve ZnO nanopartikülleri kumaşa aktarılmıştır. Kaplama sonucunda kumaşların UV koruyuculuk, antibakteriyellik ve hidrofob özelliklerinde iyileşmeler olduğu gözlenmiştir.

3.5 Su ve Yağ İtici Bitim İşlemi (Hidrofob Etki)

Tekstil materyallerinde hidrofob etki sağlanabilmesi için tekstil materyalinin sıvı karşısındaki yüzey geriliminin düşürülmesi gereklidir. Klasik bitim uygulamalarında bu amaçla genellikle çevreye zararlı florokarbon bileşikleri kullanılmaktadır. Diğer taraftan, sol-jel yöntemi modifiye silan bileşikleri kullanarak

bu etkiyi sağladığı için çevre dostu bir alternatif oluşturmaktadır (Çamlıbel Onar ve Arık 2017).

Bu alanda sol-jel yöntemi ile yapılan birkaç çalışma örneği şu şekildedir:

Gu ve diğerleri (2016) saf silika hidrosol ve hekzadesiltrimetoksisilan-fosfor katkılı bir silika hidrosol hazırlamışlar ve bu iki solüsyonu pamuk kumaşlara tek adımlı sol-jel yöntemi ile uygulamışlardır. Fosfor katkılı silika hidrosol ile işlenmiş pamuklu kumaşın mükemmel güç tutuşur olduğu ve hekzadesiltrimetoksisilan ilavesi ile de su iticiliğinin geliştiği sonuçlarını elde etmişlerdir.

Onar ve Mete (2016^b) yaptıkları çalışmada uzun zincirli alkil silanları içeren ORMOSİL'ler (ORGanik MODifiye SİLanlar) ile ard hidrofof modifikasyon işlemi gören çinko asetat, alüminyum sülfat, alüminyum izopropoksit, zirkonyum asetilasetonat ve titanyum izopropoksit gibi inorganik başlatıcılarla pamuklu kumaş yüzeyinde pürüzlülük yaratmayı amaçlamışlardır. Bu çalışmada çinko- ve zirkonyum-esaslı inorganik başlatıcılar ile işlem gören kumaş numunelerinin yıkamaya dayanıklı su itici özelliğe sahip olduğu bulunmuştur.

3.6 Multifonksiyonel Bitim İşlemi

Sol-jel teknolojisi sayesinde çeşitli inorganik maddelerin kombinasyonu ile tek aşamada tekstil materyallerine çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırmak da mümkündür. Bunun gibi bitim işlemlerine çok işlevli (multifonksiyonel) bitim işlemi denilmektedir. Çok fonksiyonlu bitim işlemleri son on yılda çok fazla dikkat çekmektedir ve bu konuda birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalardan bazıları aşağıda verilmiştir.

Chakrabarti ve Banerjee (2015) çinko oksit nanopartiküllerini kullanarak sol-jel yöntemi ile iyi kopma mukavemeti gösteren, su ve leke tutmayan, antimikrobiyel, UV ışınlarına karşı koruma kapasitesine sahip ve kendini temizleme özellikleri gösteren çok fonksiyonlu pamuklu kumaşları geliştirmişlerdir.

Gu ve diğeri (2016) saf silika hidrosol ve heksadesiltrimetoksisilan-fosfor katkılı bir silika hidrosol hazırlamışlar ve bu iki solüsyonu pamuk kumaşlara tek adımlı sol-jel yöntemi ile uygulamışlardır. Fosfor katkılı silika hidrosol ile işlenmiş pamuklu kumaşın mükemmel güç tutuşur olduğu ve heksadesiltrimetoksisilan ilavesi ile de su iticiliğinin geliştiği sonuçlarını elde etmişlerdir.

Memon ve diğeri (2016) poliester kumaşları titan katkılı silika nanosollerle işleme tabi tutarak kumaşların buruşmazlık ve UV koruma özelliklerini geliştirmişlerdir.

Onar ve Mete (2016^a) sol-jel tekniği ile su itici, yağ itici ve güç tutuşur pamuklu kumaşlar geliştirmişlerdir. Bu amaçla nanosoller, başlatıcı olarak tetraetilortosilikat ve heksadesiltri metoksisilan, güç tutuşurluk maddesi olarak guanidin dihidrojen fosfat ve klasik su-yağ itici madde olarak Guard AFB, çözücüler ve kenetleme maddeleri kullanılarak hazırlanmıştır. Daha sonra, kumaş örneklerinin yıkama dayanımlarını arttırmak için bazı nanosollere polimerik katkı maddeleri ve çapraz bağlayıcı maddeler eklenmiştir. Çalışmada, yapılan işlemin iyi su-yağ iticilik ve güç tutuşurluk özelliği gösterdiği ancak yıkama dayanımının polivinilasetat esaslı polimer içeren nanosoller ile geliştirilmesi gerektiği belirlenmiştir.

Attia ve diğeri (2017^a) yaptıkları çalışmada ortalama 150 nm partikül boyutundaki silis yüzeylerine ortalama 14 nm boyutundaki gümüş nanopartiküllerini hapsederek yeni ve etkili bir kaplama oluşturmuşlardır. Bu kaplamayı pamuk/poliester karışımı kumaşa uygulayarak işlem gören kumaşların UV koruma, antibakteriyel etki ve hidrofob özelliklerinde mükemmel sayılabilecek gelişmeler elde etmişlerdir.

Attia ve diğeri (2017^b) yaptıkları bir diğer çalışmada ticari amaçlı olarak kullanılan bir bağlayıcı ile tekstil liflerinin performanslarını geliştirmek için kaplama işlemi yapmışlardır. Bu bağlayıcılar yardımıyla ortalama partikül boyutu 20 nm olan TiO₂ ve ZnO nanopartikülleri kumaşa aktarılmıştır. Kaplama sonucunda kumaşların UV koruyuculuk, antibakteriyellik ve hidrofob özelliklerinde iyileşmeler olduğu gözlenmiştir.

4. SOL-JEL YÖNTEMİNİN KETEN LİFİNİN ÖZELLİKLERİNİN GELİŞTİRİLMESİNDE KULLANILMASI

Keten lifi, bir gövde lifi olup, oldukça sıkı bir yapıya sahiptir. Kimyasal özellikleri pamuğa benzemekle beraber mukavemet, düzgün yüzey görünümü ve ısı iletkenlik gibi fiziksel özelliklerinin daha iyi olması sayesinde bazı uygulamalarda avantaj sağlamaktadır (İbrahim ve diğ. 2008).

Latince adı *Linum usitatissimum* olan keten bitkisi, en eski kültür bitkilerinden olup, 4000-5000 yıldan beri Yakın Doğu ve Akdeniz bölgelerinde lifi ve tohumları için yetiştirilmekte; dünyanın çok yerinde üretilmektedir (Körlü Ekmekçi ve Bozacı 2006).

Ketenin kimyasal yapısında; %80 selüloz, %3 pektin, %10 su bulunmaktadır. Tohumları %40-45 yağ içermekte ve yağ eldesinde kullanılmaktadır. Yağ ketenleri, iyice olgunlaştıktan sonra toplandığı halde, lif ketenleri olgunlaşmadan toplanmalıdır. Keten tohumları kapsülden dövülerek çıkarılmakta ve elenerek temizlenmektedir. Gövdeler iyice ezilerek içinden lifleri çıkarıldıktan sonra demet haline getirilerek havuzlara daldırılmaktadır. Bir müddet bekletildikten sonra çıkarılıp kurutulmakta ve taraklardan geçirilerek tekstilde kullanıma hazır hale getirilmektedir.

Literatüre bakıldığında sol-jel yöntemi ile ilgili çalışmaların genellikle pamuklu kumaşlar üzerinde yoğunlaştığı, keten, kenevir ve rami gibi gövde lifleri üzerinde sol-jel yönteminin uygulanmasına ilişkin pek fazla çalışma yapılmadığı anlaşılmaktadır. Sol-jel yönteminin gövde liflerinin özelliklerinin geliştirilmesinde kullanımına ilişkin çalışmalar aşağıda verilmektedir.

Vihodceva ve Kukle (2011) tarafından yapılan bir araştırmada başlatıcı olarak tetraetoksisilan (TEOS, $C_8H_{20}O_4Si$), etanol (C_2H_5OH), hidroflorik asit (HF),

deiyonize su ve çinko asetat kullanılmıştır. Çözelti içindeki % 1.95 tetraetoksisilan konsantrasyonu ile kaplama sonucunda lif yüzeyi pürüzsüz hale getirilmiş, lifin yüzeyinde meydana gelen parçacıkların boyutları küçültülmüştür. Böylelikle daha homojen bir yapı elde edilmiştir. Ayrıca 10 dakikalık daldırma süresinin kumaşlarda ZnO kaplaması elde etmek için yeterli olduğu sonucuna varılmıştır. Çalışma sonucunda, sol-jel yöntemi ile kumaşlara ultraviyole ışınlarına karşı koruma özelliği kazandırılmıştır. Sol-jel yöntemi ile kaplama yapıldıktan sonra yüzey modifikasyonu için işlem görmüş ipliklerin ve kumaşların yüzey yapısı Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM); kimyasal bileşimlerinin analizi ise Enerji Dispersiv X-Işını analizi (EDX) ile incelenmiştir.

Rachini ve diğerleri (2012) tarafından yapılan bir diğer çalışmada ise, doğal kenevir liflerinin hidrofik özelliklerini azaltmak için silan bağlayıcı maddeler kullanılmıştır. Bağlayıcı maddeler ve kenevir lifleri arasında oluşan kimyasal bağ, ATR-FTIR spektroskopisi, Si Nükleer Manyetik Rezonans (NMR), termogravimetrik analiz (TGA), enerji dağılımı spektroskopisi (EDS) ve yüzey alanı ölçüm cihazı (BET) ile yüzey alanı ölçümleri doğrulanmıştır. Ayrıca, organo silan bağlayıcı maddesinin başlangıç konsantrasyonunun ve kimyasal yapısının, kenevir lifi yüzeylerine bağlanma miktarında etkili olduğu gözlenmiştir.

Alongi ve Malucelli (2013) alüminyum mikro veya nanopartikül katkılı silika kaplamalarla pamuk ve pamuk-keten karışımı kumaşların ısıl stabilite, güç tutuşurluk ve mekanik özelliklerini (yani, aşınma direncini) geliştirmişlerdir.

Arık ve diğerleri (2018) yapmış olduğu çalışmada, buruşmazlık apresi, sol-jel metodu, çapraz bağlama metodu ve ticari buruşmazlık apresi ürünleri kullanarak kenevir kumaşlara uygulamıştır. Sol-jel ve çapraz bağlama metotlarının kenevir kumaşların buruşmazlık özelliklerini artırmak için kullanılabileceği sonucuna varılmıştır. Sol-jel ve çapraz bağlama metotlarının her ikisi de üzerinde çalışılan ticari buruşmazlık apresi ürünleri ile kıyaslanabilecek kadar yakın sonuçlar doğurmasına rağmen, kopma ve yırtılma mukavemeti değerleri göz önüne alındığında, sol-jel metodunun çapraz bağlamaya göre daha iyi olduğu kanısına varılmıştır.

5. GEREÇ VE YÖNTEM

5.1 Gereçler

5.1.1 Kullanılan Kumaşlar

Çalışmada gramajı 230 g/m² olan %100 keten kumaş kullanılmıştır. Keten kumaşın çözgü ipliği sıklığı 11 tel/cm, atkı ipliği sıklığı 12 tel/cm'dir.

5.1.2 Kullanılan Kimyasal Maddeler

Çalışmada Tablo 5.1'de belirtilen kimyasallar kullanılmıştır.

Tablo 5.1: Denemelerde kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri

Kimyasal Madde	Özellikleri ve Üretici Firma
Tetraetilortosilikat (TEOS) [Si(OC ₂ H ₅) ₄]	% 98 (Aldrich)
3-glisidoksipropiltrimetoksisilan (GPTMS) [C ₉ H ₂₀ O ₅ Si]	% 98 (Aldrich)
Hidroklorik Asit (HCl)	% 37 (Merck)
Etanol (C ₂ H ₅ OH)	% 96 (Merck)
Asetik asit (CH ₃ COOH)	% 99 (Aldrich)
Çinko oksit nano tozu (10-30 nm) (ZnO)	% 99 (US Research)
Çinko oksit nano tozu (80-200 nm) (ZnO)	% 99 (US Research)
Çinko asetat dihidrat tuzu (Zn(CH ₃ COO) ₂ · 2H ₂ O)	% 98 (Aldrich)
Çinko nitrat heksahidrat tuzu (Zn(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O)	% 98 (Aldrich)
Çinko sülfat heptahidrat tuzu (ZnSO ₄ · 7H ₂ O)	% 99 (Aldrich)

5.1.3 Kullanılan Cihazlar

Çalışmada Tablo 5.2’de belirtilen cihazlar kullanılmıştır.

Tablo 5.2: Denemelerde kullanılan cihazlar

Cihaz Adı	Marka/Model
Hassas Terazi	AND/FZ-i
Manyetik Karıştırıcı	MTOPS/HS15-26P
Overflow	ATAÇ HT
Fulard (Pnömatik emdirme makinesi)	PROSER/Y002
Gergefli Kurutucu (Ramöz)	PROSER/Y003
Buruşmazlık Açısı Ölçümü Aleti	SDL Atlas/M003A
Spektrofotometre	DataColor/600TM
Kopma Mukavemeti ve Uzama Ölçümü Aleti	Tinius Olsen/H10K
Sabit Açılı Eğilme Ölçeri	SDL Atlas/M003B
Ultraviyole-Görünür Spektrofotometre	CAMSPEC M350
SEM-EDX (Taramalı Elektron Mikroskobu)	ZEISS SUPRA 40 VP

5.2 Yöntemler

5.2.1 Ağartma İşlemi

Keten kumaşa ağartma işlemi, 1 g/l ıslatıcı (Rucongen Yes), 1 g/l organik stabilizatör (Rucostab DST), 1,2 g/l NaOH (Gökşin Kimya), 5 g/l H₂O₂ (Rubin Kimya), 0,6 g/l perasetik asit (Bioper Ultra), 1 g/l yıkama maddesi (Herawash HD) ve 1,2 g/l asetik asit (Gökşin Kimya) kullanılarak 1:10 flotte oranında çektirme yöntemine göre Ataç, HT makinesinde uygulanmıştır.

Ağartma işlemi için keten kumaş, ıslatıcı, organik stabilizatör, NaOH ve H₂O₂ içeren flotteyle 95°C’de 60 dakika işlem görmüştür. Ardından perasetik asit ile 50°C’de 20 dakika işleme bırakılarak peroksit kontrolü sağlanmıştır. pH 7’ye getirilip, yıkama maddesi ile 95°C’de 10 dakika yıkama işlemi yapılmıştır. Yıkama işlemi gerçekleştirildikten sonra, 50°C’de 20 dakika asetik asit ile muamele edilip,

10 dakika durulama işlemine tabi tutulmuştur. Ardından kurutma işlemi (130 °C, 10 dk) ile ağartma işlemi sonlandırılmıştır.

5.2.2 Sol-Jel Yöntemiyle Uygulanan Bitim İşlemleri

Ağartılmış keten kumaşlara, üç farklı çinko tuzu ve iki farklı çinko oksit nano tozunun düşük ve yüksek konsantrasyondaki etkilerini araştırmak amacıyla on farklı sol-jel bitim reçetesi uygulanmıştır. Reçeteler Tablo 5.3'te belirtildiği şekilde ayrı ayrı iki adımda hazırlanmış ve 24 saat manyetik karıştırıcıda karıştırılmıştır. 24 saat sonunda iki çözelti bir araya getirilerek toplamda 300 ml olacak şekilde saf su ile tamamlanmış ve 2 saat daha karıştırılmıştır.

Tablo 5.3: Sol – jel yöntemiyle kumaşların işleminde kullanılan 1. adım ve 2. adım kimyasalları ve kullanım miktarları

KİMYASALLAR	1. Reçete	2. Reçete	3. Reçete	4. Reçete	5. Reçete	6. Reçete	7. Reçete	8. Reçete	9. Reçete	10. Reçete
1. Adım										
TEOS (ml)	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2	11,2
GPTMS (ml)	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1	22,1
Etanol (ml)	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
0.05 M HCl (ml)	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6	3,6
24 saat karıştır										
2. Adım										
Çinko oksit nano tozu (10-30 nm) (ZnO) (g)					3					15
Çinko oksit nano tozu (80-200 nm) (ZnO) (g)				3					15	
Çinko asetat dihidrat tozu (Zn(CH ₃ COO) ₂ · 2H ₂ O) (g)			3					15		
Çinko nitrat heksahidrat tozu (Zn(NO ₃) ₂ · 6H ₂ O) (g)		3					15			
Çinko sülfat heptahidrat tuzu (ZnSO ₄ · 7H ₂ O) (g)	3					15				
Su (ml)	200	200	200	194	194	200	200	200	194	194
Asetik asit (ml)				6	6				24	24
24 saat karıştır										

3. adımda çözeltilerin pH kontrolü yapılmış ve Tablo 5.4'te belirtilen sonuçlara ulaşılmıştır.

Tablo 5.4: pH ölçüm sonuçları

3. Adım	1. Reçete	2. Reçete	3. Reçete	4. Reçete	5. Reçete	6. Reçete	7. Reçete	8. Reçete	9. Reçete	10. Reçete
pH Ölçüm Sonuçları	5,5	5	6	5	5	5,5	5	6	5	5

Belirtildiği şekilde hazırlanan reçeteler, daha sonra ağartılmış keten kumaşlara (Alınan Flotte Oranı) AF %90 olacak şekilde emdirilmiş, 100°C’de 5 dk kurutulmuş ve 130°C’de 30 dk fikse edilmiştir.

Emdirme işlemi, AF %90, olacak şekilde yatay pnömatik emdirme makinesinde 3 bar basınç ayarında gerçekleştirilmiştir. Emdirme işleminin yapıldığı pnömatik makinesi Şekil 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5.1: Yatay pnömatik emdirme makinesi (Fulard)

Kurutma işlemi, 100°C’de 5 dk olacak şekilde laboratuvar tipi ramöz makinesi ile yapılmıştır. Kurutma işleminin yapıldığı ramöz Şekil 5.2’de verilmiştir.



Şekil 5.2: Laboratuvar tipi ramöz

Kurutmanın ardından son adım olarak keten kumaşlara fiksaj işlemi yapılmıştır. Bu işlem, ramözde, sıcak hava altında kumaştaki iç gerilmeleri uzaklaştırmak, mamulü stabil hâle getirmek ve materyale dayanıklı düzgün bir şekil vermek için yapılmaktadır. Fiksaj işlemi, yine ramözde 130°C sıcaklıkta 30 dk süreyle gerçekleştirilmiştir.

Sol-jel yöntemine göre bitim işlemlerinin tamamlanmasının ardından keten kumaşların fiziksel ve fonksiyonel özelliklerinin belirlenmesi için çeşitli testler ve ölçümler yapılmıştır.

5.2.3 Yüzde Ağırlık Değişiminin Belirlenmesi

Yapılan işlemler sonrası keten kumaşlarda meydana gelen ağırlık değişimleri sadece ağartma yapılmış keten kumaş numunesi referans alınarak aşağıdaki teoremde verilen (5.1) eşitliği yardımıyla hesaplanmıştır.

$$\frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100 \quad (5.1)$$

Burada W_1 , sadece ağartma yapılmış keten kumaş numunesinin ağırlığı, W_2 ise ağırlık farkı belirlenmek istenen işlemin uygulandığı keten kumaş numunesinin

ağırlığıdır. Her bir numune için 3 ölçüm yapılmış ve ortalaması alınmıştır. Sonuçlar % değişim olarak kaydedilmiştir.

5.2.4 Buruşmazlık Açısının Tayini

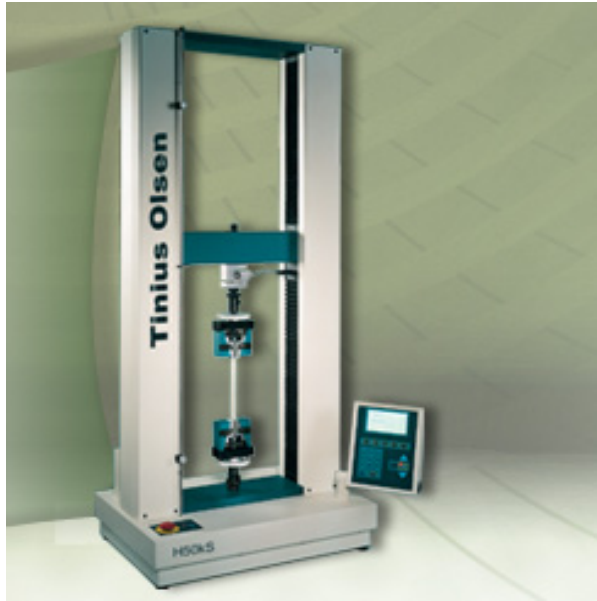
Buruşmazlık açısının ölçümü, TS 390 EN 22313 standardına göre kırışık açılım test cihazında yapılmıştır. Bu standarda göre 4 cm x 1,5 cm boyutunda kesilen kumaş numunesi, özel bir aletle yük altında katlı halde 5 dakika bekletilmektedir. Ardından serbest bırakılarak katın açılması için 5 dakika daha beklenmekte ve kat düzelme açısı ölçülmektedir. Buruşmazlık açısı ölçümü aleti Şekil 5.3'te verilmiştir.



Şekil 5.3: Buruşmazlık açısı ölçümü aleti

5.2.5 Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasının Belirlenmesi

İşlem görmüş ve görmemiş numunelerin kopma mukavemeti ve kopma uzaması ölçümleri, TS EN ISO 13934-1 şerit yöntemine göre yapılmıştır. Bu yöntemde göre atkı ve çözgü yönlerinde 30 cm x 6 cm boyutunda numuneler hazırlanmış ve enleri 5 cm olana kadar her iki taraftan iplik sökülerek kenarları saçaklandırılmıştır. Mukavemet cihazında (Şekil 5.4) çeneler arası mesafe 200 mm'ye ayarlanmıştır. Hazırlanan numuneler, çeneleri ortalayacak şekilde çenelere yerleştirilmiştir. Ardından hareketli çene harekete geçirilerek numune kopma noktasına kadar uzatılmıştır. Numune koptuktan sonra Newton cinsinden kopma mukavemeti ve mm cinsinden kopma uzaması değerleri belirlenmiştir (Bozdoğan 2009).



Şekil 5.4: Kopma mukavemeti ve uzama ölçümü aleti

5.2.6 Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğinin Belirlenmesi

Numunelerin sertlik ölçümleri, sertlik ölçüm cihazında (Şekil 5.5) TS 1409'a göre yapılmıştır. Bu yöntemde, 2,5 cm x 15 cm boyutlarında şerit halinde hazırlanan numune bir ucundan tutulurken, diğer ucundan kendi ağırlığı ile serbest bırakılmıştır. Kumaş numunesinin ucu, yatayın altında 41,5° eğimli bir seviyeye ulaştığında sarkan

uzunluk ölçülmekte ve bu uzunluk eğilme uzunluğunun iki katını vermiştir. Atkı ve çözgü için ayrı ayrı eğilme uzunluğu ortalaması (L) ve kumaş gramajı (W) tespit edilerek eğilme rijitliği aşağıdaki teoremden verilen (5.2) eşitliği yardımıyla hesaplanabilmektedir.

$$G = 0,1 \times W \times L^3 \quad (5.2)$$

Kumaşın genel eğilme rijitliği ise aşağıdaki teoremden verilen (5.3) eşitliği yardımıyla hesaplanabilmektedir.

$$G_0 = \sqrt{G_a \times G_c} \quad (5.3)$$



Şekil 5.5: Sabit açılı eğilme ölçeri

5.2.7 Beyazlık-Sarılık İndisinin Belirlenmesi

Yapılan işlemlerin kumaşın renginde ne kadar sararmaya veya beyazlık azalmasına neden olduğunu belirlemek için beyazlık ve sarılık indisi değerleri spektrofotometre (Şekil 5.6) aracılığıyla ölçülmüştür.



Şekil 5.6: Spektrofotometre

5.2.8 Ultraviyole Koruma Faktörünün Belirlenmesi

İşlemsiz ve çeşitli çinko tuzları ile işlem görmüş keten numunelerin ultraviyole koruma faktörü değerleri, Australian/New Zealand Standard 4399:1996'a göre Camspec M350 ultraviyole-görünür spektrofotometre cihazında ölçülmüştür.

5.2.9 Antibakteriyel Aktivitenin Belirlenmesi

İşlemsiz ve çeşitli çinko tuzları ile işlem görmüş keten numunelerin antibakteriyel aktiviteleri, ASTM E2149 standardına göre *Staphylococcus aureus* (ATCC 29213, gram-pozitif bakteri) ve *Escherichia coli* (ATCC 25922, gram-negatif bakteri) bakterileri karşısında kantitatif olarak belirlenmiştir. Canlı mikroorganizma sayısındaki azalma, aşağıdaki teoreme verilen (5.4) eşitliği yardımıyla hesaplanabilmektedir.

$$\text{Bakteri azalma oranı (\%)} = \frac{B-A}{B} \times 100 \quad (5.4)$$

A : 24 saat sonraki CFU/ml (mililitrede oluşan bakteri koloni sayısı)

B : "0" temas süresindeki CFU/ml (mililitrede oluşan bakteri koloni sayısı)

5.2.10 SEM-EDX Analizi

Yapılan işlemlerin lif yüzeyinde oluşturduğu film tabakası ve liflerin yüzeyinde meydana gelen değişimler Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) (ZEISS SUPRA 40 VP) aracılığıyla 5.00 kV voltajda ve x2000 büyütme oranında görüntüleme ile incelenmiştir. Görüntüleme esnasında kaplamalardaki çinkooksit partiküllerinin ortalama çapları da belirlenmiştir. Numunelerin görüntüleri alındıktan sonra Enerji Dispersive X-Işını (EDX) analizi ile de keten numunelerin yüzeyindeki

elementlerin atomik yüzde deęerleri belirlenmiřtir. Test ncesinde numuneler, iletkenlięin arttırılması iin ince bir altın tabakasıyla kaplanmıřtır.

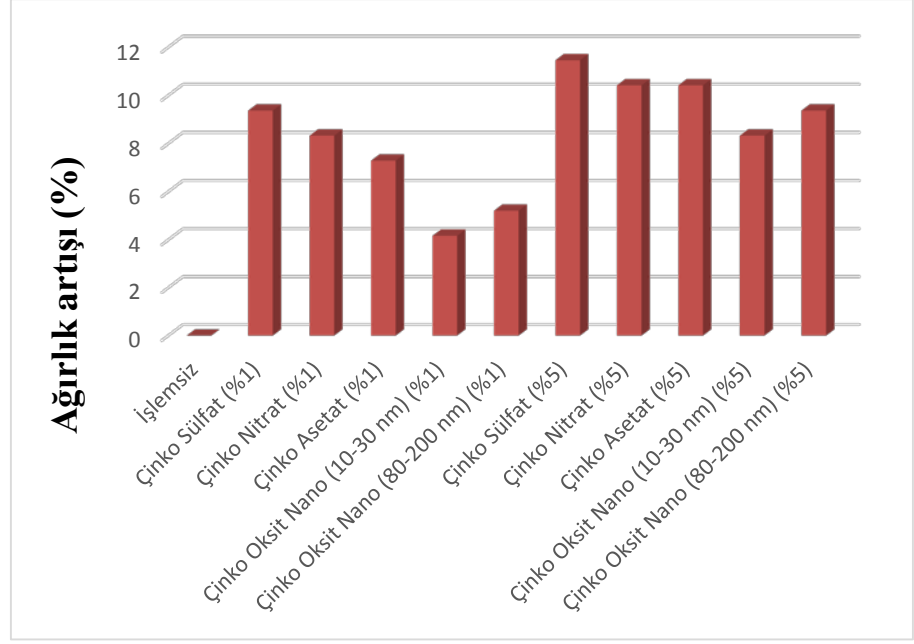
6. BULGULAR

6.1 Yüzde Ağırlık Değişimine İlişkin Bulgular

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşlarda meydana gelen yüzde ağırlık artışı değerleri Tablo 6.1 ve Şekil 6.1’de verilmiştir.

Tablo 6.1: İşlem sonrası yüzde ağırlık artış değerleri

	Ağırlık Artışı (%)
İşlemsiz	-
Çinko Sülfat (%1)	9,37
Çinko Nitrat (%1)	8,33
Çinko Asetat (%1)	7,29
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	4,17
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	5,21
Çinko Sülfat (%5)	11,46
Çinko Nitrat (%5)	10,42
Çinko Asetat (%5)	10,42
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	8,33
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	9,37



Şekil 6.1: İşlem sonrası yüzde ağırlık artış değerleri grafiği

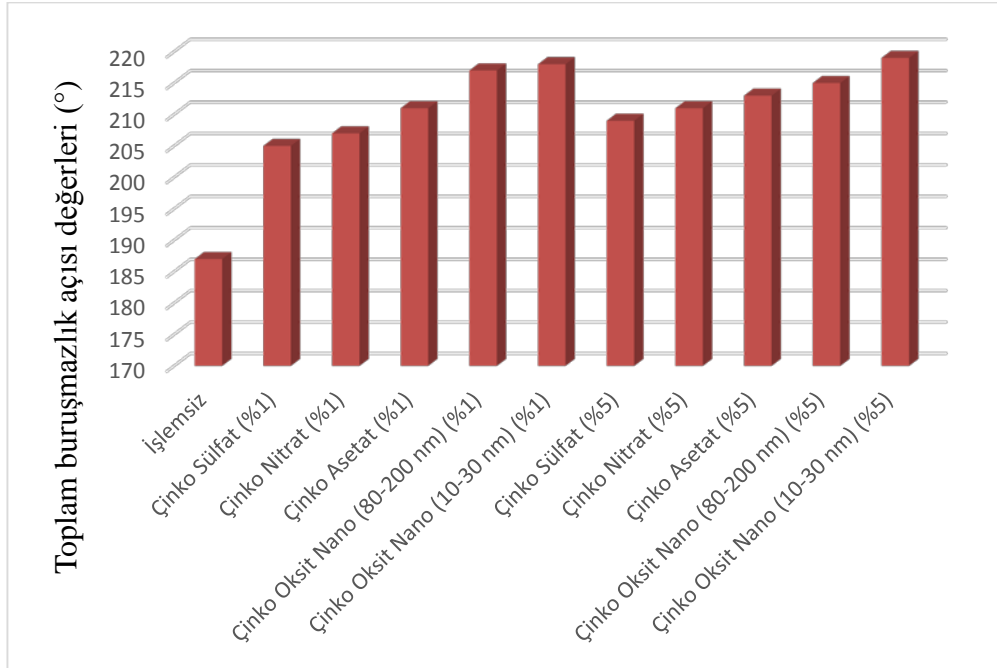
Yapılan kaplamalar sonrası % 4,17 ile % 11,46 arasında değişen oranlarda ağırlık artışı gözlenmiştir. Çinkonun bir ağır metal olduğu ve kumaş yüzeyinde de çökme yaptığı göz önünde bulundurulduğunda ağırlık artışının meydana gelmesi beklenen bir durumdur. Çinko içerikli kimyasalların konsantrasyonu arttıkça kumaşların da ağırlığı buna paralel olarak artmıştır. En az ağırlık artışı düşük molekül çapına sahip (10-30 nm) çinko oksit nano tozu ile elde edilmiştir.

6.2 Buruşmazlık Açısına İlişkin Bulgular

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşlarda meydana gelen buruşmazlık açısı değişimleri Tablo 6.2 ve Şekil 6.2'de verilmiştir.

Tablo 6.2 : Buruşmazlık açısı ölçüm sonuçları

	Atkı (°)	Çözü (°)	Toplam Buruşmazlık Açısı Değerleri (°)
İşlemsiz	95	92	187
Çinko Sülfat (%1)	104	101	205
Çinko Nitrat (%1)	105	102	207
Çinko Asetat (%1)	108	103	211
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	109	108	217
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	110	108	218
Çinko Sülfat (%5)	106	103	209
Çinko Nitrat (%5)	107	104	211
Çinko Asetat (%5)	108	105	213
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	108	107	215
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	110	109	219



Şekil 6.2: Buruşmazlık açısı ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan kaplamalar sonrası tüm numunelerin buruşmazlık açılarında belirgin bir değişim olduğu gözlenmiştir. Çinko tuzları ve çinko oksit nano tozları arasında çok önemli farklılıklar gözlenmemiş konsantrasyonun değişimi de sonuçları pek

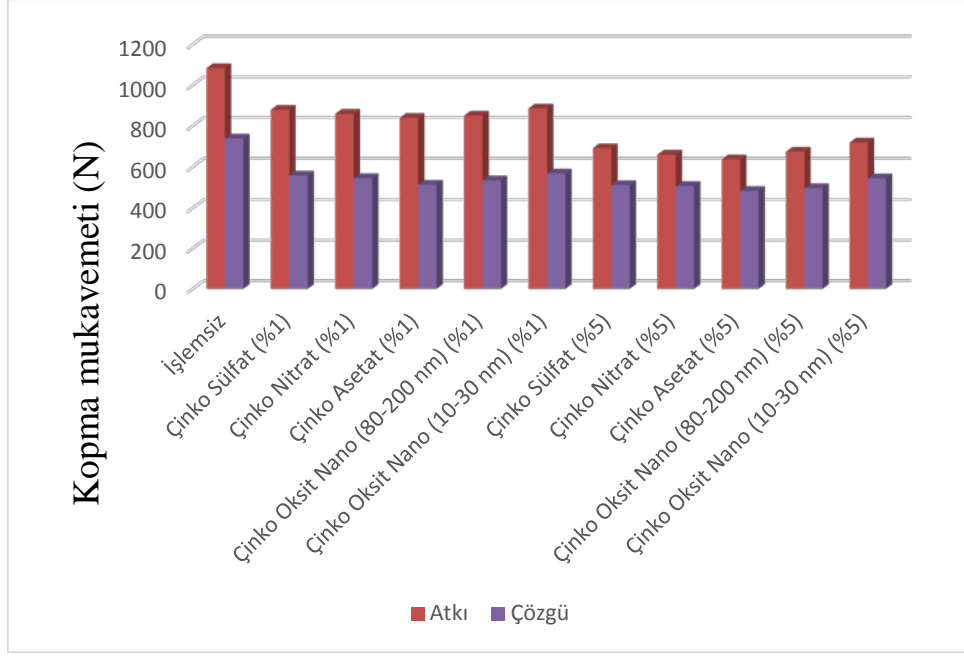
etkilememiştir. Bu nedenle buruşmazlıktaki iyileşmenin çinko katkısından değil sol-jel kaplamasının içeriğindeki silan bağlayıcı maddelerden kaynaklandığı düşünülmüştür. Silan bağlayıcı maddeler, oda sıcaklığında lif yüzeyiyle H köprüleri ve fiksaj sıcaklığında kovalent bağlar oluşturmaktadırlar. Kovalent bağlar sayesinde de lif yüzeyinde oluşan polimer filmin adhezyonu ve oryantasyon derecesi artmaktadır (Gashti ve diğ. 2016, Ismail 2016,).

6.3 Kopma Mukavemeti ve Kopma Uzamasına İlişkin Sonuçlar

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşlarda atkı ve çözgü yönünde meydana gelen kopma mukavemeti ve kopma uzaması değişimleri Tablo 6.3'te verilmiştir. Atkı ve çözgü yönünde meydana gelen kopma mukavemeti değerlerinin değişim grafiği ise Şekil 6.3'te verilmiştir.

Tablo 6.3: Kopma mukavemeti ve kopma uzaması sonuçları

	Kopma Uzaması		Kopma Mukavemeti		Kopma Mukavemeti Azalması	
	Atkı (%)	Çözgü (%)	Atkı (N)	Çözgü (N)	Atkı (%)	Çözgü (%)
İşlemsiz	10,69	13,68	1083	738	-	-
Çinko Sülfat (%1)	7,99	10,6	879	559	18,84	24,25
Çinko Nitrat (%1)	7,81	10,51	859	546	20,68	26,02
Çinko Asetat (%1)	6,5	10,19	839	514	22,53	30,35
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	7,17	10,41	850	535	21,51	27,51
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	7,83	10,67	885	569	18,28	22,9
Çinko Sülfat (%5)	5,55	6,92	690	512	36,29	30,62
Çinko Nitrat (%5)	4,36	6,53	658	507	39,24	31,3
Çinko Asetat (%5)	3,85	6	635	483	41,37	34,55
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	4,79	6,34	673	497	37,86	32,66
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	6,02	7	718	545	33,7	26,15



Şekil 6.3: Atkı ve çözgü yönünde kopma mukavemeti değerlerinin değişim grafiği

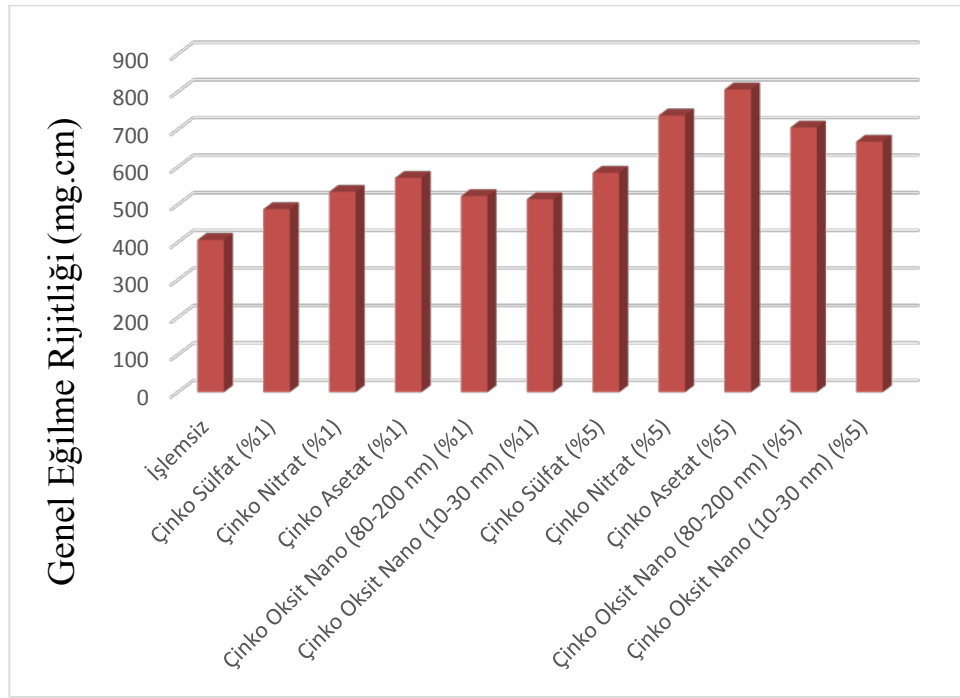
Yapılan kaplama işlemlerinin kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerlerini düşürdüğü gözlenmiştir. Çinko içerikli kimyasal maddelerin konsantrasyonunun artırılması ile düşmenin de arttığı belirlenmiştir. Ancak çinko tuzları ve çinko oksit nano tozlarının arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmamıştır. Genel anlamda bakıldığında tüm numunelerde kabul edilebilir bir kopma mukavemeti azalması (atkı yönünde %18-%41; çözgü yönünde %23-%35) meydana geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

6.4 Eğilme Uzunluğu ve Eğilme Rijitliğine İlişkin Bulgular

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşlarda meydana gelen eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değişimleri Tablo 6.4'te verilmiştir. Şekil 6.4'te ise genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği verilmiştir.

Tablo 6.4: Eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği ölçüm sonuçları

	Atkı Yönü		Çözü Yünü		Genel Eğilme Rijitliği (mg.cm)
	Eğilme Uzunluğu (cm)	Eğilme Rijitliği (mg.cm)	Eğilme Uzunluğu (cm)	Eğilme Rijitliği (mg.cm)	
İşlemsiz	2,66	432,88	2,55	381,37	406,31
Çinko Sülfat (%1)	2,87	543,72	2,67	437,78	487,88
Çinko Nitrat (%1)	2,97	602,56	2,74	473,13	533,94
Çinko Asetat (%1)	3,05	652,57	2,79	499,51	570,93
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	2,95	590,46	2,72	462,84	522,77
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	2,94	584,48	2,7	452,71	514,39
Çinko Sülfat (%5)	3,19	746,62	2,71	457,76	584,61
Çinko Nitrat (%5)	3,34	856,97	3,02	633,5	736,81
Çinko Asetat (%5)	3,4	903,99	3,15	718,88	806,14
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	3,32	841,67	2,95	590,46	704,96
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	3,29	819,06	2,87	543,72	667,34

**Şekil 6.4:** Genel eğilme rijitliği ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan kaplama işlemleri sonrası kumaşların eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerlerinde artış meydana gelmiştir. Bu da işlemlerin kumaş tutumunda sertleşmeye neden olduğunu göstermiştir. Çinko içerikli kimyasal maddelerin konsantrasyonunun artırılması ile değerler daha fazla artış göstermiştir. Ancak çinko

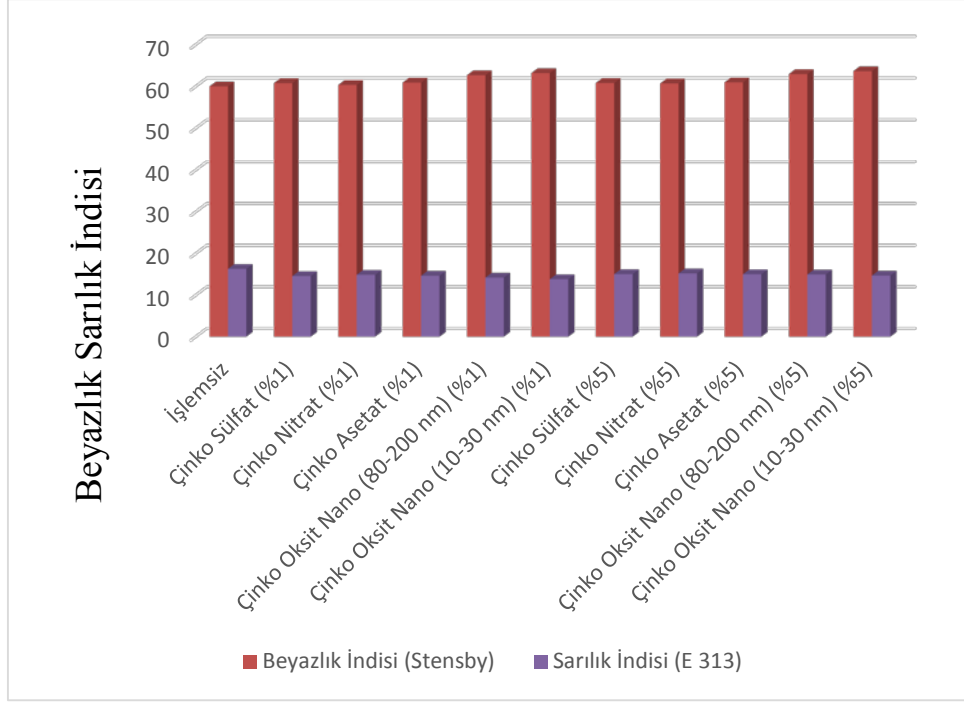
tuzları ve çinko oksit nano tozlarının arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmamıştır. Genel anlamda bakıldığında tüm numunelerde kabul edilebilir seviyede tutum değişimi meydana geldiği sonucuna ulaşılmıştır.

6.5 Beyazlık-Sarılık Değerlerine İlişkin Sonuçlar

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşlarda meydana gelen beyazlık-sarılık değişimleri Tablo 6.5 ve Şekil 6.5'te verilmiştir.

Tablo 6.5: Beyazlık sarılık indisi ölçüm sonuçları

	Beyazlık İndisi (Stensby)	Sarılık İndisi (E 313)
İşlemsiz	60	16,32
Çinko Sülfat (%1)	60,78	14,59
Çinko Nitrat (%1)	60,35	14,89
Çinko Asetat (%1)	60,91	14,67
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	62,67	14,23
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	63,18	13,83
Çinko Sülfat (%5)	60,81	15,06
Çinko Nitrat (%5)	60,7	15,23
Çinko Asetat (%5)	60,96	15,03
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	62,94	14,97
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	63,64	14,7



Şekil 6.5: Beyazlık sarılık indisi ölçüm sonuçları grafiği

Yapılan kaplama işlemleri sonrası beyazlık indisi değerlerinin arttığı sarılık indisi değerlerinin düştüğü gözlenmiştir. Yüksek sıcaklıkta fiksaj yapılması kumaşlarda sararmaya yol açabilmektedir (Arık ve diğ. 2018). Ancak çinko katkısı sayesinde tam tersine beyazlıkta artış söz konusu olmuştur. En yüksek beyazlık değerlerine çinko oksit nano tozları ile ulaşılmıştır.

6.6 Ultraviyole Koruma Faktörü (UPF) Analiz Sonuçları

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşların Ultraviyole Koruma Faktörü (UPF) analiz sonuçları Tablo 6.6'da verilmiştir.

Tablo 6.6: Ultraviyole koruma faktörü (UPF) analiz sonuçları

	Oranlı UPF	Ortalama UPF	Ortalama UVA Geçirgenliği (%) 315-400 nm	Ortalama UVB Geçirgenliği (%) 290-315 nm
İşlemsiz	5	6,66	23,8	14,55
Çinko Sülfat (% 1)	10	10,81	18,4	10
Çinko Nitrat (% 1)	10	10	19	11
Çinko Asetat (% 1)	10	10,75	18,55	10,95
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (% 1)	10	10,87	16,2	9,05
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	10	10,94	15,4	8,5
Çinko Sülfat (%5)	10	11,23	17,9	7,5
Çinko Nitrat (%5)	10	10,79	19,4	9,55
Çinko Asetat (%5)	10	10,89	18,45	8,4
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	10	11,85	14,8	7,25
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	10	11,87	13,9	7,15

İşlemsiz numunede Ultraviyole Koruma Faktörü (UPF) değeri 5 iken çinko katkılı sol-jel kaplamalarla işlem sonucu tüm numunelerde bu değer 10'a çıkmıştır. Dolayısıyla, yapılan işlemin ultraviyole koruyucu özelliğinde gelişme olduğu anlaşılmıştır. Bu da daha önce de belirtildiği gibi ZnO partiküllerinin UVA (315–400 nm) ve UVB (280–315 nm) bölgelerinde yüksek optik absorpsiyona sahip olmasına ve bu sayede UV koruyucu etki göstermesine bağlanmıştır (Sirelkhatim ve diğ. 2015).

Ancak etki beklenenin aksine orta seviyede kalmıştır (UPF 10). Tekstil materyallerinin UPF değeri, kumaşın yapısal özelliklerinden, nem içeriğinden ve apre bileşenlerinden etkilenmektedir (Bilimis 1994, Farouk ve diğ. 2010). Bu nedenle etkinin beklenen sonucu karşılamaması, keten kumaşların dokuma yapısının gevşek olmasına (çözgü ipliği sıklığı 11 tel/cm, atkı ipliği sıklığı 12 tel/cm) bağlanmıştır. Çinko içerikli kimyasalların konsantrasyonunun arttırılması da sonuçları değiştirmemiştir. Bu nedenle %1'lik konsantrasyonun yeterli olduğu sonucuna ulaşılmıştır.

6.7 Antibakteriyel Test Sonuçları

Sol-jel yöntemine göre hazırlanmış çinko katkılı kaplama işlemi sonrası keten kumaşların antibakteriyel aktivite test sonuçları Tablo 6.7’de verilmiştir.

Tablo 6.7: Antibakteriyel aktivite test sonuçları

	<i>Escherichia Coli</i>	<i>Staphylococcus Aureus</i>
	(% Azalma)	(% Azalma)
İşlemsiz	-	-
Çinko Sülfat (% 1)	94,96	92,81
Çinko Nitrat (% 1)	97,65	95,79
Çinko Asetat (% 1)	99,91	96,12
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%1)	99,99	97,02
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%1)	99,99	99,83
Çinko Sülfat (%5)	99,99	99,99
Çinko Nitrat (%5)	99,99	99,99
Çinko Asetat (%5)	99,99	99,99
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	99,99	99,99
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	99,99	99,99

İşlemsiz numunede bakteri sayısının azalmadığı yani antibakteriyel aktivitenin bulunmadığı belirlenmiştir. Diğer taraftan çinko içerikli kimyasallarla katkılanmış kaplamalarla işlem gören numunelerin hepsinde %90’un üzerinde bakteri azalmasının meydana geldiği gözlenmiştir. Bu da çinko metalinin antibakteriyel etkisinin bulunduğunu kanıtlamıştır. Çinko metalinin antibakteriyel etkisi, daha önce de belirtildiği üzere hidrojen peroksit (H₂O₂), hidroksil radikalleri (-OH) ve peroksit (O₂⁻²) bileşikler gibi reaktif oksijen bileşiklerinin oluşumundan kaynaklanmaktadır (Sirelkhatim ve diğ. 2015).

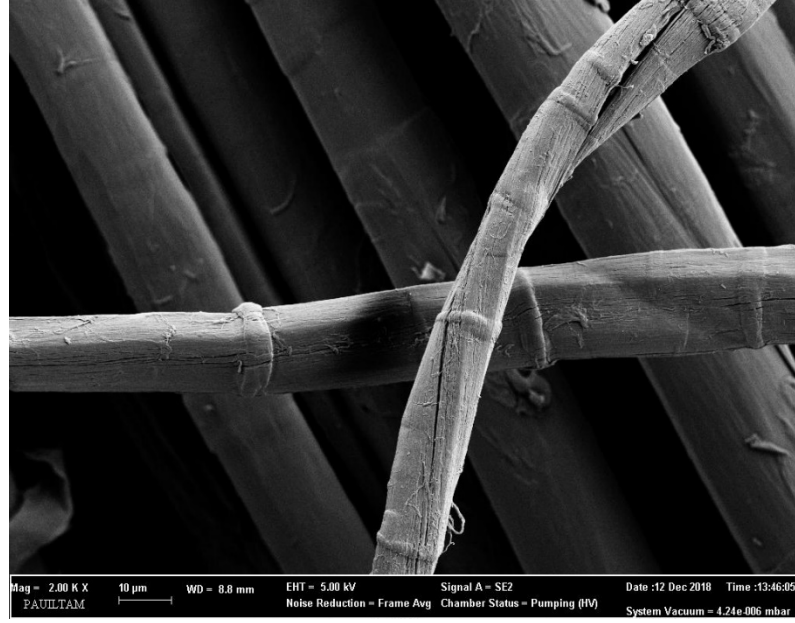
Çinko tuzları ve çinko oksit nano tozları birbirleriyle kıyaslandığında çinko oksit nano tozlarının antibakteriyel etkinliğinin daha iyi olduğu anlaşılmıştır. Çinko içerikli kimyasalların konsantrasyonunun artırılması ile etki tüm numunelerde %99,99’a ulaşmıştır. Ancak çinko oksit nano tozları ile düşük konsantrasyonda (%1) dahi yüksek etki sağlandığından %1’lik konsantrasyonun yeterli olduğu sonucuna

ulaşmıştır. Çinko oksit nanopartikülleri ile daha yüksek antibakteriyel etkinin sağlanması, nano ölçekli ZnO partiküllerinin bakteri yüzeyi ve/veya bakteri çekirdeği ile daha fazla etkileşime girerek hücre içerisine daha kolay nüfuz etmesine bağlanmıştır. Karşılaşılan bu durum, bu alanda yapılmış benzer çalışmalarını desteklemiştir (Sirelkhatim ve diğ. 2015, Mirzaei ve Darroudi 2017).

Tablo 6.7 incelendiğinde, gram negatif (*Escherichia Coli*) ve gram pozitif (*Staphylococcus Aureus*) bakterilerine karşı aktivite açısından bazı ufak farkların olduğu ve genel anlamda gram negatif (*Escherichia Coli*) bakterisi karşısında etkinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum da, gram pozitif bakterilerin bir adet stoplazmik hücre zarına ve kalın hücre duvarına (20–80 nm) sahipken gram negatif bakterilerin ise iki hücre zarına ve ince hücre duvarına (7-8 nm) sahip olmasına bağlanmıştır (Sirelkhatim ve diğ. 2015). Sonuç olarak, nano ölçekli yapılar, gram negatif bakterilerin hücre duvarı ince olduğundan hücre içerisine daha kolay nüfuz ederek daha fazla zarar vermiştir.

6.8 SEM Analiz Sonuçları

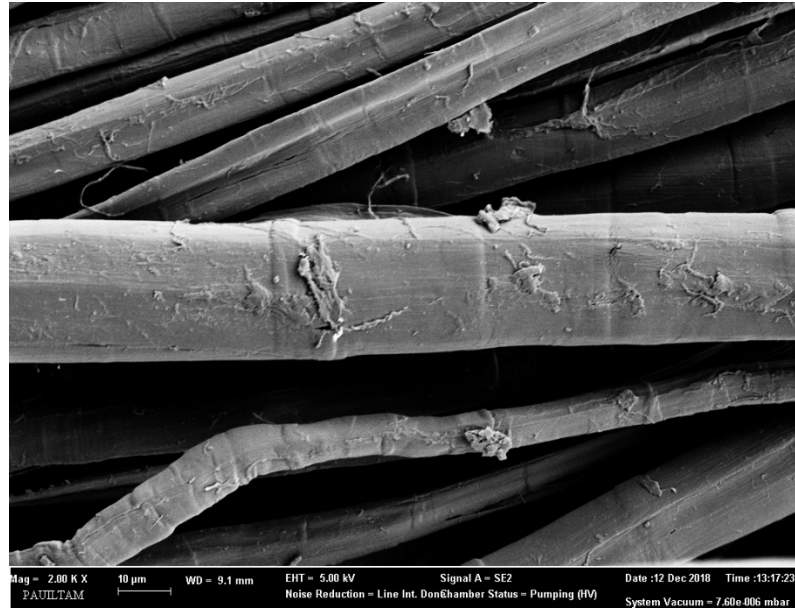
SEM görüntüleme esasına göre liflerdeki meydana gelen değişimler tarama elektron mikroskobu aracılığıyla 2000x büyütme oranında görüntüleme ile incelenmiştir. İşlem görmemiş olan keten liflerinin mikroskop görüntüsü Şekil 6.6'daki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.6: İşlemsiz keten kumaşın SEM görüntüsü

İşlemsiz keten yüzeyi, boğumlu ve pürüzlü bir yüzeye sahiptir. Pamuktan farklı olarak daha diri ve sıkı yüzeyi, odunsu görünümü dikkat çekmektedir.

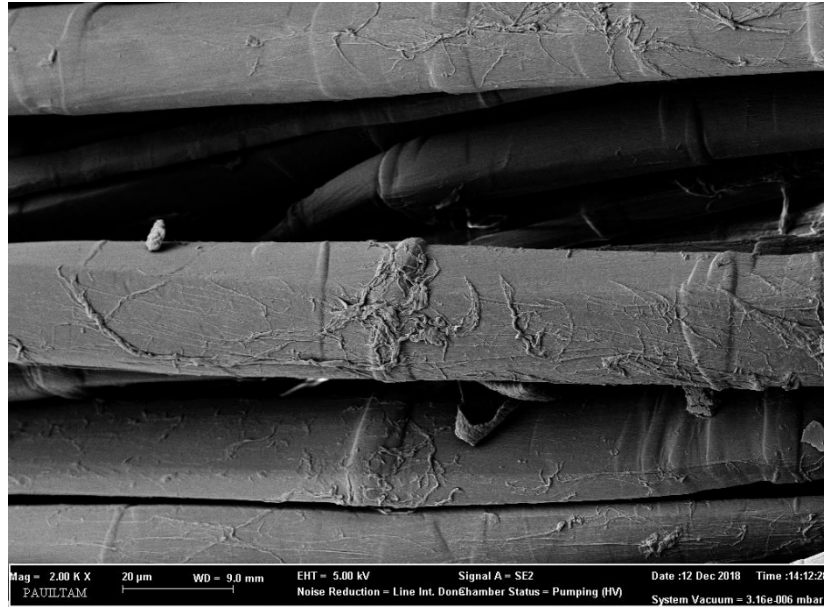
Çinko Sülfat (%5) ile işlem görmüş olan keten liflerinin mikroskop görüntüsü Şekil 6.7'deki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.7: Çinko sülfat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü

Sol-jel yöntemine göre çinko sülfat tuzu ile katkılı hazırlanan çözelti ile bitim işlemi sonrası lifte oluşan film tabakası sayesinde lif yüzeyinde pürüzlerin azaldığı gözlenmektedir. Ayrıca çinko sülfat tuzunun yüzeyde birikmesiyle oluşan partiküller de net bir şekilde görülmektedir.

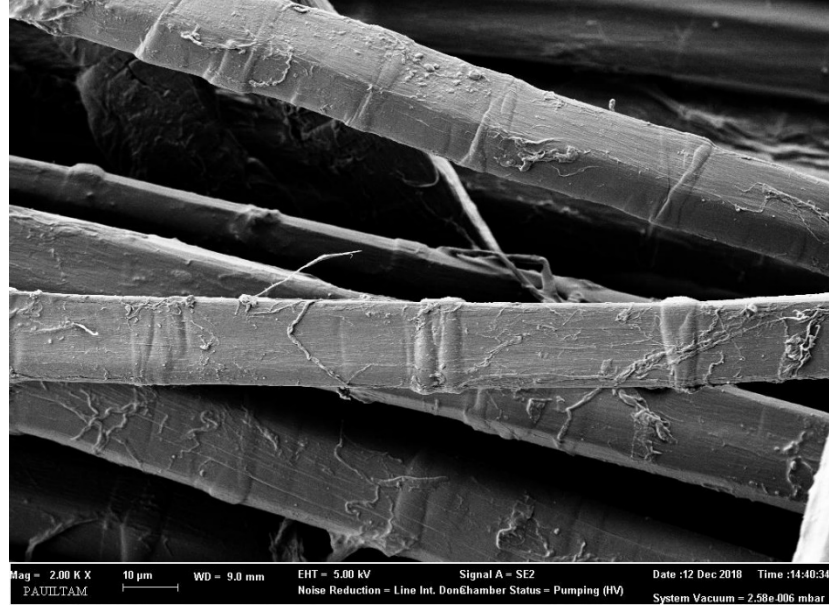
Çinko Nitrat (%5) ile işlem görmüş olan keten liflerinin mikroskobik görüntüsü Şekil 6.8'deki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.8: Çinko nitrat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü

Sol-jel yöntemine göre çinko nitrat tuzu ile katkılı hazırlanan çözelti ile bitim işlemi sonrası film tabakası oluştuğu ve pürüzlerin azaldığı görülmektedir. Ancak çinko nitrat tuzlarının birikmesiyle daha büyük partiküllerin meydana geldiği ve homojen bir dağılım göstermedikleri anlaşılmaktadır.

Çinko Asetat (%5) ile işlem görmüş olan keten liflerinin mikroskopik görüntüsü Şekil 6.9'daki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.9: Çinko asetat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü

Sol-jel yöntemine göre çinko asetat tuzu ile katkılı hazırlanan çözelti ile bitim işlemi sonrası yine benzer şekilde film tabakası oluşarak yüzeyin pürüzlerini kapatmıştır. Çinko nitrat tuzu katkıli işlemle kıyaslandığında daha küçük partiküllerin oluştuğu ve daha homojen bir dağılım gösterdiği anlaşılmaktadır. Ancak çinko sülfat tuzu katkıli işlemle kıyaslandığında kümeleşmenin daha fazla olduğu görülmektedir.

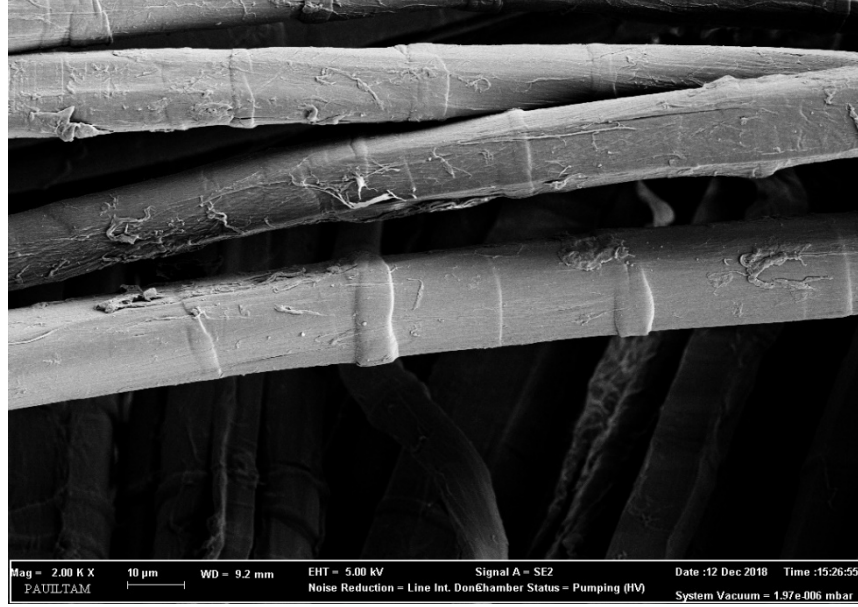
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5) ile işlem görmüş olan keten liflerinin mikroskopik görüntüsü Şekil 6.10'daki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.10: Çinko oksit nano (80-200 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü

Sol-jel yöntemine göre çinko oksit nano tozu (80-200 nm) ile katkılı hazırlanan çözelti ile bitim işlemi sonrası, lif yüzeyinin çok düzgün bir şekilde kaplandığı, pürüzsüz bir yüzey görünümü elde edildiği gözlenmektedir. Ayrıca partiküller nano boyutta olduğu için yüzeyde partiküllerin oluşturduğu kümelere rastlanılmamaktadır. Çinkooksit nanopartiküllerinin homojen dağılım gösterdikleri anlaşılmaktadır.

Çinko oksit Nano (10-30 nm) (%5) ile işlem görmüş olan keten liflerinin mikroskopik görüntüsü Şekil 6.11'deki gibi görüntülenmiştir.



Şekil 6.11: Çinko oksit nano (10-30 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın SEM görüntüsü

Sol-jel yöntemine göre çinko oksit nano tozu (10-30 nm) ile katkılı hazırlanan çözelti ile bitim işlemi sonrası, büyük partiküllü çinko oksit nano tozu katkılı çözelti ile kaplanan yüzey görünümüne benzer bir görüntü elde edilmiştir. Kaplama, lifteki pürüzleri kapatarak pürüzsüz bir görünüm sağlamış ve nanopartiküller lif yüzeyinde homojen bir şekilde dağılım göstermişlerdir.

SEM Analizi ile yapılan görüntülemeler esnasında kaplamalardaki çinkooksit partiküllerinin ortalama çapları da belirlenmiştir. Sonuçlar Tablo 6.8'deki gibi kaydedilmiştir. Buna göre çinko tuzları ile µm boyutlarında çinkooksit (ZnO) partikülleri oluşurken çinko oksit nano tozları ile nm boyutlarında çinkooksit (ZnO) partikülleri meydana gelmiştir. Çinko tuzları birbiriyle kıyaslandığında partikül boyutlarını büyükten küçüğe doğru Çinkonitrat>Çinkoasetat>Çinkosülfat şeklindedir. SEM görüntülerinden de anlaşıldığı üzere partikül boyutunun artması partiküllerin kümeleşerek homojen dağılmamasına neden olmuştur. Diğer taraftan

çinkooksit nano tozları ise oldukça küçük ve ince partiküller oluşturdukları için homojen bir dağılım göstermiş ve pürüzsüz bir yüzey görünümü elde edilmiştir.

Tablo 6.8: Kaplamalardaki ZnO partiküllerinin ortalama çapları

Kimyasallar	Ortalama Çap
Çinko Sülfat (%5)	5,58 µm
Çinko Nitrat (%5)	6,29 µm
Çinko Asetat (%5)	5,91 µm
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	172 nm
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	27 nm

6.9 EDX Analizi Sonuçları

Elde edilen elemental analiz sonuçları Tablo 6.9’da verilmiştir.

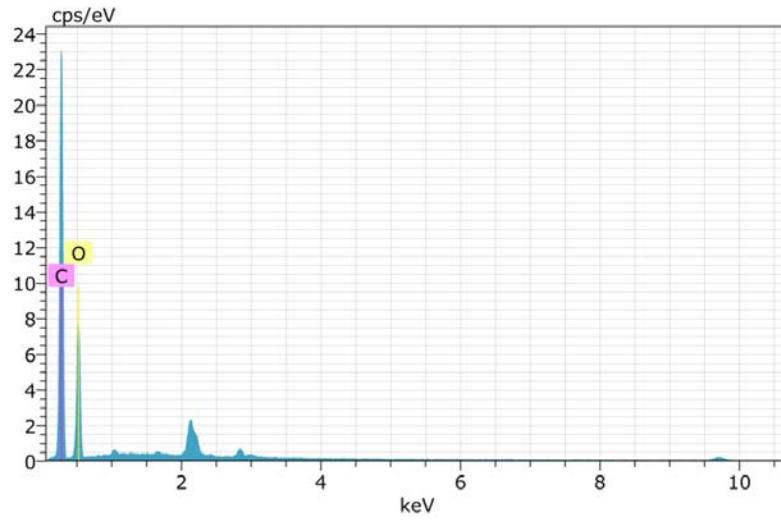
Tablo 6.9: Elemental analiz sonuçları

	Elementler (atomik % değerleri)					
	C	O	Zn	Si	S	N
İşlemsiz	65,65	34,35	-	-	-	-
Çinko Sülfat (%5)	71,84	23,34	1,85	1,62	1,35	-
Çinko Nitrat (%5)	68,31	27,38	0,53	1,58	-	2,20
Çinko Asetat (%5)	67,24	30,26	0,89	1,61	-	-
Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5)	67,79	28,11	2,46	1,64	-	-
Çinko Oksit Nano (10-30 nm) (%5)	72,20	22,99	3,16	1,65	-	-

Tablo 6.9’a göre sol-jel yöntemine göre yapılan bitim işlemleri sonrası C elementinin yüzdesi artarken O elementinin yüzdesinde azalma meydana gelmiştir. İşlemsiz kumaşta yalnızca C ve O elementleri bulunurken, işlemlerle kaplamanın içeriğine bağlı olarak Si, Zn, S ve N gibi elementlerin de bulunduğu

gözenmiştir. Si elementi, sol-jel çözeltisinin başlatıcı maddelerinden kaynaklandığı için tüm numunelerde birbirine yakın değerlerde bulunmuştur. Diğer elementler ise sol-jel çözeltisine ilave edilen çinko tuzları ve çinko oksit nano tozlarının içeriğine bağlı olarak değişkenlik göstermiştir. Çinko (Zn) içeriği bakımından en iyi çözelti çinkooksit nano tozlarından küçük molekülü olan tozun katkılandırıldığı kaplamayla elde edilmiştir.

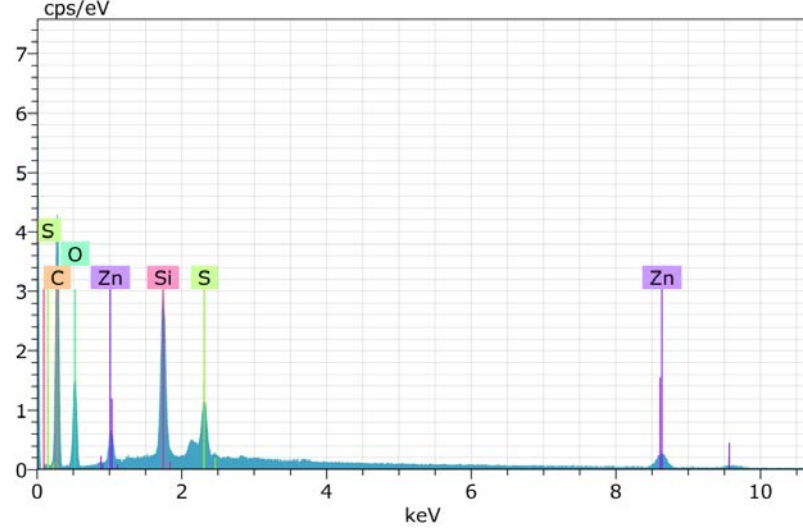
İşlemsiz keten kumaşın EDX analiz grafiği Şekil 6.12’de verilmiştir.



Şekil 6.12: İşlemsiz keten kumaşın EDX analiz grafiği

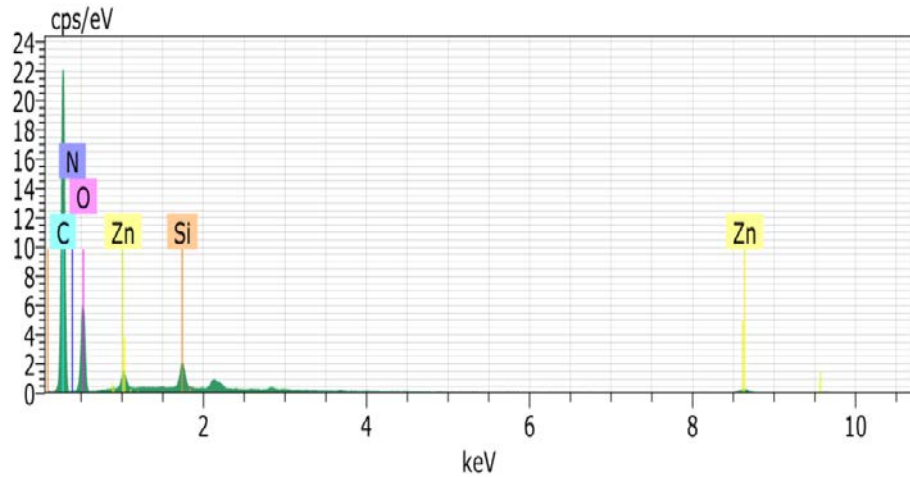
İşlemsiz olan liflerin yüzeyinde yalnızca C ve O elementlerinin pikleri bulunmuştur.

Çinko Sülfat (%5) ile yapılan analiz sonuçlarına göre Şekil 6.13'deki gibi atomik bir değişim meydana gelmiştir. Kaplamanın içeriğine bağlı olarak C ve O haricinde Zn, Si ve S elementlerinin var olduğu gözlenmiştir.



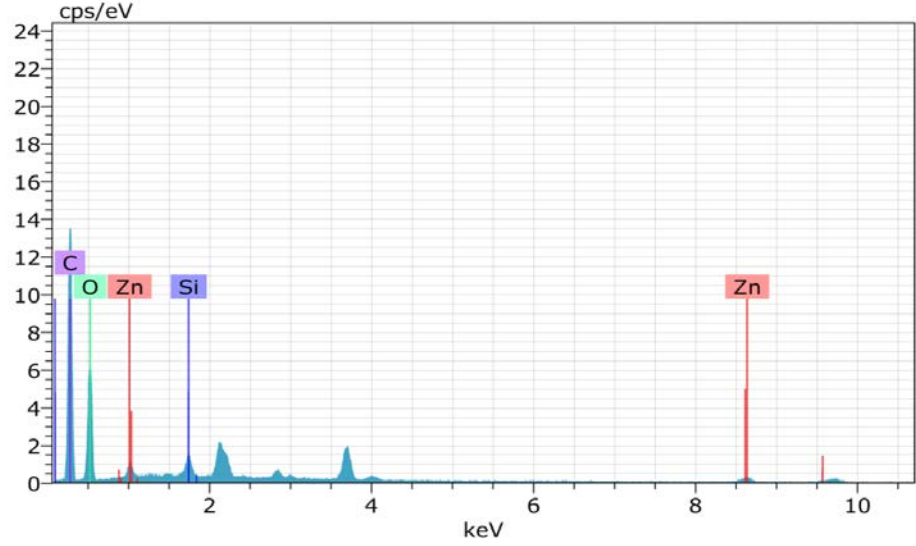
Şekil 6.13: Çinko sülfat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği

Çinko Nitrat (%5) ile yapılan analiz sonuçlarına göre Şekil 6.14'deki gibi atomik bir değişim meydana gelmiştir. Kaplamanın içeriğine bağlı olarak C ve O haricinde Zn, Si ve N elementlerinin var olduğu gözlenmiştir.



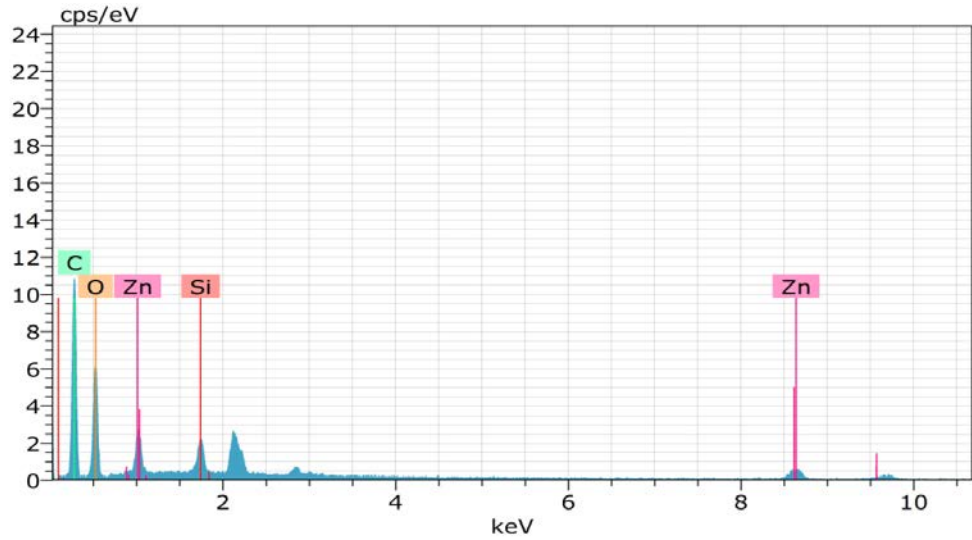
Şekil 6.14: Çinko nitrat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği

Çinko Asetat (%5) ile yapılan analiz sonuçlarına göre Şekil 6.15'deki gibi atomik bir değişim meydana gelmiştir. Kaplamanın içeriğine bağlı olarak C ve O haricinde Zn ve Si elementlerinin var olduğu gözlenmiştir.



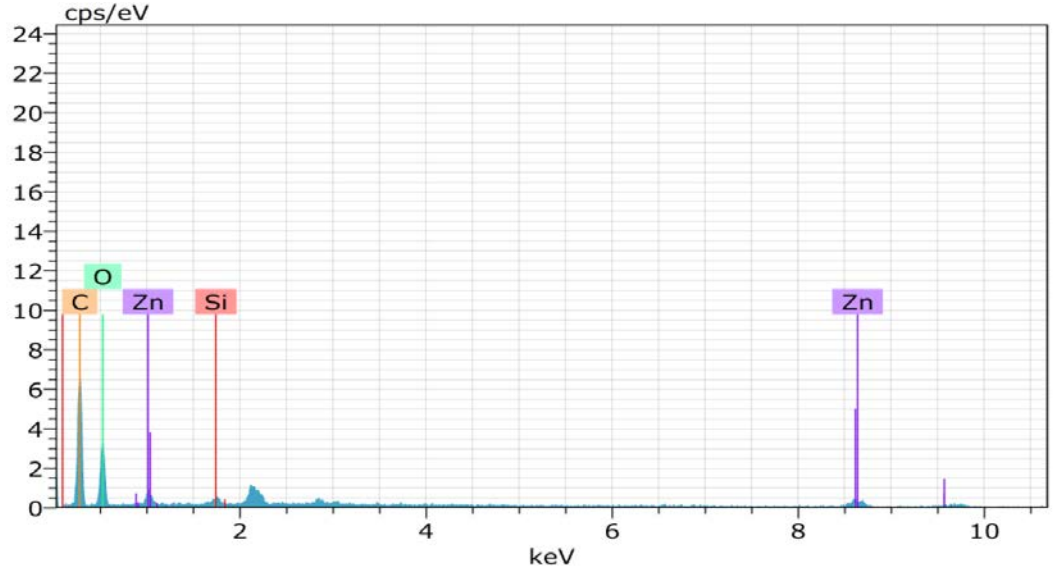
Şekil 6.15: Çinko asetat (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği

Çinko Oksit Nano (80-200 nm) (%5) ile yapılan analiz sonuçlarına göre Şekil 6.16'daki gibi atomik bir değişim meydana gelmiştir. Kaplamanın içeriğine bağlı olarak C ve O haricinde Zn ve Si elementlerinin var olduğu gözlenmiştir.



Şekil 6.16: Çinko oksit nano (80-200 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği

Çinko oksit Nano (10-30 nm) (%5) ile yapılan analiz sonuçlarına göre Şekil 6.17'deki gibi atomik bir değişim meydana gelmiştir. Kaplamanın içeriğine bağlı olarak C ve O haricinde Zn ve Si elementlerinin var olduğu gözlenmiştir.



Şekil 6.17: Çinko oksit nano (10-30 nm) (%5) ile işlem görmüş keten kumaşın EDX analiz grafiği

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında, üç farklı çinko tuzu (çinko asetat, çinko nitrat ve çinko sülfat) ve iki farklı çinko oksit nano tozu ile sol-jel yöntemine göre iki farklı konsantrasyonda hazırlanan kaplamalar keten kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj yöntemleriyle uygulanmıştır. Kaplama sonrası kumaşların % ağırlık değişimleri, ultraviyole koruma faktörleri, antibakteriyel özellikleri, buruşmazlık açıları, kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerleri, eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerleri ve beyazlık-sarıklık değerleri standartlara uygun şekilde belirlenmiştir. Ayrıca kaplamaların lif yüzeyinde oluşturduğu film tabakası ve kaplamaların element içerikleri sırasıyla Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersiv X-Işını analizi (EDX) aracılığıyla incelenmiştir.

Yapılan kaplamalar sonrası % 4,17 ile % 11,46 arasında değişen oranlarda ağırlık artışı gözlenmiştir. Çinko içerikli kimyasalların konsantrasyonu arttıkça kumaşların da ağırlığı buna paralel olarak artmıştır. En az ağırlık artışı düşük molekül çapına sahip (10-30 nm) çinko oksit nano tozu ile elde edilmiştir.

Yapılan kaplamalar sonrası tüm numunelerin buruşmazlık açılarında belirgin bir değişim olduğu gözlenmiştir. Çinko tuzları ve çinko oksit nano tozları arasında çok önemli farklılıklar gözlenmemiş konsantrasyonun değişimi de sonuçları pek etkilememiştir.

Yapılan kaplama işlemlerinin kopma mukavemeti ve kopma uzaması değerlerini düşürdüğü gözlenmiştir. Çinko içerikli kimyasal maddelerin konsantrasyonunun arttırılması ile düşmenin de arttığı belirlenmiştir. Ancak çinko tuzları ve çinko oksit nano tozlarının arasında önemli sayılabilecek bir fark yaşanmamıştır.

Yapılan kaplama işlemleri sonrası kumaşların eğilme uzunluğu ve eğilme rijitliği değerlerinde artış meydana gelmiştir. Bu da işlemlerin kumaş tutumunda sertleşmeye neden olduğunu göstermiştir. Çinko içerikli kimyasal maddelerin

konsantrasyonunun arttırılması ile deęerler daha fazla artış göstermiřtir. Ancak inko tuzları ve inko oksit nano tozlarının arasında nemli sayılabilecek bir fark yařanmamıřtır.

Yapılan kaplama iřlemleri sonrası beyazlık indisi deęerlerinin arttıęı sarılık indisi deęerlerinin dūřtūęu gzlenmiřtir. En yūksək beyazlık deęerlerine inko oksit nano tozları ile ulařılmıřtır.

İřlemsiz numunede Ultraviyole Koruma Faktr (UPF) deęeri 5 iken inko katkılı sol-jel kaplamalarla iřlem sonucu tm numunelerde bu deęer 10'a ıkmıřtır. Bu da yapılan iřlemin ultraviyole koruyucu zellięinde geliřme olduęunu gstermiřtir.

İřlemsiz numunede canlı bakteri sayısının azalmadıęı yani antibakteriyel aktivitenin bulunmadıęı belirlenmiřtir. Dięer taraftan inko ierikli kimyasallarla katkılanırılmıř kaplamalarla iřlem gren numunelerin hepsinde %90'un üzerinde bakteri azalmasının meydana geldięi gzlenmiřtir.

SEM analizi ile iřlemsiz ve iřlemlı keten liflerinin yzey grntleri incelenmiřtir. İřlemsiz keten yzeyinin boęumlu ve przlı bir yzeye sahip olduęu ancak sol-jel yntemine gre hazırlanan kaplamalar sayesinde yzeyde oluřan film tabakasının przleri kapattıęı gzlenmiřtir. Ayrıca inko ierikli kimyasalların partikl grnmleri de incelenmiř ve inkooksit nano tozlarının olduka kk ve ince partikller oluřturdukları iin homojen bir daęılım gsterdikleri anlařılmıřtır.

EDX analizi ile kaplamaların element ierikleri yzdesel olarak belirlenmiř ve grafiklerle gsterilmiřtir. İřlemsiz kumařta yalnızca C ve O elementleri bulunurken, iřlemlı numunelerde kaplamanın ierięine baęlı olarak Si, Zn, S ve N gibi elementlerin de bulunduęu gzlenmiřtir. inko (Zn) ierięi bakımından en iyi zelti inkooksit nano tozlarından kk molekll olan tozun katkılanırıldıęı kaplamayla elde edilmiřtir.

Sonuç olarak keten kumařlarda buruřmazlık, antibakteriyel etkinlik ve ultraviyole koruyuculuk tek adımda elde edilebilmiř ve fiziksel zelliklerde nemli

sayılabilecek bir deęişim gözlenmemiştir. Fonksiyonel etkinlik bakımından çinko oksit nano tozları, çinko tuzlarından daha elverişli bulunmuştur. Konsantrasyon bakımından da %1'lik konsantrasyonun yeterli olduęu sonucuna ulaşılmıştır.

Bu tez çalışması, keten kumaşlara sol-jel yöntemiyle tek adımda multifonksiyonel özellik kazandırılması bakımından önem taşımaktadır. Ayrıca keten kumaşlar üzerinde mikro ve nano partiküllü çinko bileşiklerinin etkileri de daha önce karşılaştırılmamıştır. Nanopartiküllü çinko bileşikleri daha ince ve homojen kaplamaların oluşmasına olanak verdiği için önerilmektedir.

8. KAYNAKLAR

Aktan, Ş., "Tekstiller ve Foto Korunma. Türkiye Klinikleri", *Journal of Cosmetic Dermatology Special Topics*, 3(2), 70-75, (2010).

Alebeid, O.K. and Zhao, T., "Developing UV Protection for Cotton Fabric", *The Journal of the Textile Institute*, 108(12), 2027-2039, (2017).

Alongi, J. and Malucelli, G., "Thermal Stability, Flame Retardancy and Abrasion Resistance of Cotton and Cotton-Linen Blends Treated by Sol-Gel Silica Coatings Containing Alumina Micro- or Nano-Particles", *Polymer Degradation and Stability*, 98, 1428-14, (2013).

Anonim., Giyim Üretim Teknolojisi, Tekstil Lifleri, (Erişim Tarihi: 02.07.2019), http://www.megep.meb.gov.tr/mte_program_modul/moduller_pdf/Tekstil%20Lifleri.pdf, (2007).

Arık, B., "Kitosanın Farklı Aplikasyon Yöntemleri Uygulanarak Medikal Tekstillerde Kullanılabilirliğinin Araştırılması", Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İzmir, (2013).

Arık, B., Avinç, O. ve Yavaş, A., "Crease Resistance Improvement of Hemp Biofiber Fabric via Sol-Gel and Crosslinking Methods", *Cellulose*, 25(8), 4841-4858, (2018).

Attia , F., Moussa , M., Sheta , M., Taha , R. and Gamal, H., "Synthesis of effective Multifunctional Textile Based on Silica Nanoparticles", *Progress in Organic Coatings*, 106:41-49, (2017^a).

Attia, F., Moussa , M., Sheta , M., Taha, R. and Gamal, H., "Effect of Different Nanoparticles Based Coating on the Performance of Textile Properties", *Progress in Organic Coatings*, 104:72-80, (2017^b).

Bilimis, Z., "Measuring the UV Protection Factor (UPF) of Fabrics and Clothing", *UV Instruments at Work*, 1-4, (1994).

Bozdoğan, F., *Fiziksel Tekstil Muayeneleri (Kumaş Testleri)*, Yayın No:32, İzmir, E.Ü. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezi Yayını, 162, (2009).

Carter, C. and Norton, M., "Ceramic Materials Science and Engineering", Part VI, Chapter 22, *Sols, Gels, and Organic Chemistry*, 400-406, (2007).

Chakrabarti, S. and Banerjee, P., "Preparation and Characterization of Multifunctional Cotton Fabric by Coating with Sonochemically Synthesized Zinc Oxide Nanoparticle-Flakes and A Novel Approach to Monitor its Self-Cleaning Property", *Journal of The Textile Institute*, 106(9):963-969, (2015).

Çamlıbel Onar, N. ve Arık, B., "Sol-Gel Applications in Textile Finishing Processes", (eds: Prof. Usha Chandra), *Recent Applications in Sol-Gel Synthesis*, Book Chapter 13, 253-281, (2017).

Dalbaşı, E., "Effects of Causticizing on Crease Resistance of Cellulosic Woven Fabrics", *Journal of Textile & Apparel/Tekstil ve Konfeksiyon*, 26 (1), 84-91, (2016).

Daoud, A. ve Xin, J., "Low Temperature Sol-Gel Processed Photocatalytic Titania Coating", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 29, 25–29, (2004).

Darroudi, M., Sabouri, Z., Oskuee, R.K., Zak, A.K., Kargar, H. and Hamid, M.H.N.A., "Green Chemistry Approach for the Synthesis of ZnO Nanopowders and Their Cytotoxic Effects" , *Ceramics International*, 40, 4827-4831, (2014).

El-Naggar , E., Hassabo , G., Mohamed , A. and Shaheen, I., "Surface Modification of SiO₂ Coated ZnO Nanoparticles for Multifunctional Cotton Fabrics", *Journal Of Colloid And Interface Science*, 498: 413–422, (2017).

Evcin, A., İnce Film Teknolojisi Ders Notları, (Erişim Tarihi: 08.07.2019), <http://blog.aku.edu.tr/evcin/files/2019/03/sol-gel.pdf>, (2016).

Farouk , A., Textor , T., Schollmeyer, E. and Tabruk, A., "Sol-gel Derived Inorganic-organic Hybrid Polymers Filled with ZnO Nanoparticles as

Ultraviolet Protection Finish for Textiles", *AUTEX Research Journal*, 9, 4, 114-120, (2010).

Gashti , M., Pakdel , E. and Alimohammadi , F., "Nanotechnology Based Coating Techniques for Smart Textiles", *In Active Coatings for Smart Textiles, UK: Woodhead Publishing*, 243–268, (2016).

Ghosh, S., "Functional Coatings and Microencapsulation: a General Perspective." *Functional Coatings*, 357, 1-28, (2006).

Gönüllü, Y., "Ortopedik İmplant Malzemesi Olarak Kullanılan Östenitik Paslanmaz Çeliğin Sol-Jel Tekniği İle Yüzey Özelliklerinin Geliştirilmesi", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2009).

Grancaric, A., Colleoni, C., Guido, E., Botteri, L. and Rosace, G., "Thermal Behaviour and Flame Retardancy of Monoethanolamine-Doped Sol-Gel Coatings of Cotton Fabric", *Progress in Organic Coatings*. 103:174-181, (2017).

Gu, J., Zhang, Q-H., Chen, Y-B., Chen, G-Q. and Xing, T-L., "Thermal Properties and Water Repellency of Cotton Fabric Prepared Through Sol-Gel Method", *Thermal Science*, Vol. 20, No. 3, 863-866, (2016).

Hann, M., "Innovation in Linen Manufacture", *Textile Progress*, 37 (3), 1-42, (2005).

Hasançebi, Ö., "Sol-Gel Yöntemiyle Hazırlanan Bakır Oksit İnce Filmlerin Elektriksel, Yapısal Ve Optiksel Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, (2006).

Huang, K., Nien, Y., Hsiao, K. and Chang, Y., "Application of DMEU/SiO₂ gel Solution in the Antiwrinkle Finishing of Cotton Fabrics", *Journal of Applied Polymer Science*, 102:4136–4143, (2006).

Huang, K., Yang, K., Lin, S. and Lian, W., "Antiwrinkle Treatment of Cotton Fabric with a Mixed Sol of TEOS", *Journal of Applied Polymer Science*, 106:2559–2564, (2007^a).

Huang, K., Hwang, M., Chen, J., Lin, S. and Wang, S., "Application of Mixed Gel Solution in the Anti Wrinkle Finish", *Journal of the Textile Institute*, 98(2):169-176, (2007^b).

Ibrahim, N.A., Eid, B.M., El-Aziz, A. and Elmaaty, T.M.A., "Functionalization of Linen/Cotton Pigment Prints Using Inorganic Nanostructure Materials", *Carbohydrate Polymers*, 97, 537-545, (2013).

Ibrahim, N., El-Hossamy, M., Hashem, M. and Refai, R., "Novel Pre-treatment Processes to Promote Linen-containing Fabrics Properties", *Carbohydrate Polymers*, 74 (4), 880-891, (2008).

Ismail, W., "Sol–Gel Technology for Innovative Fabric Finishing-A Review", *Journal of Sol–Gel Science and Technology*, 78(3):698–707, (2016).

Kathirvelu, S., Souza, L.D. and Dhurai B., "UV Protection Finishing of Textiles Using ZnO Nanoparticles", *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 34, 267-273, (2009).

Kim, E. and Csiszar, E., "Chemical Finishing of Linen and Ramie Fabrics", *Journal of Natural Fibers*, 2 (3), 39-52, (2005).

Körlü Ekmekçi, A. ve Bozacı, E., "Ketenin Genel Özellikleri ve Havuzlanması, Properties of Flax and Retting of Flax", *Tekstil ve Konfeksiyon*, 1, 276-279, (2006).

Malucelli, G., "Surface Engineered Fire Protective Coatings for Fabrics Through Sol–Gel and Layer by Layer Methods: An Overview", *Journal of Applied Polymer Science*, 120(1):1-12, (2016).

Memon, H., Yasin, S., Khoso, N. and Memon, S., "Study of Wrinkle Resistant, Breathable, Anti-UV Nanocoated Woven Polyester Fabric", *Surface Review and Letters*, 23, (2016).

Mirzaei, H. and Darroudi, M., "Zinc Oxide Nanoparticles: Biological Synthesis and Biomedical Applications", *Ceramics International*, 43, 907-914, (2017).

Nateghi, M. R. and Shateri-Khalilabad, M., "Silver Nanowire-Functionalized Cotton Fabric", *Carbohydrate Polymers*, 117, 160-168, (2015).

Onar, N. ve Mete, G., "Development of Water-, Oil-Repellent And Flame-Retardant Cotton Fabrics by Organic-Inorganic Hybrid Materials", *The Journal of The Textile Institute*, 107(11):1463–1477, (2016^a).

Onar, N. ve Mete, G., "Development of Water Repellent Cotton Fabric with Application of ZnO, Al₂O₃, TiO₂ and ZrO₂ Nanoparticles Modified with ORMOSILS", *Tekstil ve Konfeksiyon*, 26(3), 295-302, (2016^b).

Özler, B., "Titanyum ve Alaşımlarının Sol-Jel Daldırma Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2007).

Özüğür, B., "SiO₂ Esaslı Nanomalzemelerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu", Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2012).

Qi, K., Chen, X., Liu, Y., Xin, J. H., Mak, C. L. and Daoud, W. A., "Facile Preparation of Anatase/SiO₂ Spherical Nanocomposites and Their Application in Self-Cleaning Textiles", *Journal of Materials Chemistry*, 17(33), 3504-3508, (2007).

Rachini, A., Troedec, M., Peyratout, C. and Smith, A., "Chemical Modification of Hemp Fibers by Silane Coupling Agents", *Journal of Applied Polymer Science*, 123:601–610, (2012).

Ramadan, M.A., Nassar, S.H., Montaser, A.S., El-Khatib, M. and Abdel-Aziz, M.S., "Synthesis of Nano-sized Zinc Oxide and Its Application for Cellulosic Textiles", *Egyptian Journal of Chemistry*, 59(4):523-535, (2016).

Saravanan, D., "UV Protection Textile Materials", *AUTEX Research Journal*, 7(1): 53–62, (2007).

Sirelkhatim, A., Mahmud, S., Seeni, A., Kaus, N.H.M., Ann, L.C. and Bakhori, S.K.M., Hasan, H., Mohamad, D., "Review on Zinc Oxide Nanoparticles: Antibacterial Activity and Toxicity Mechanism", *Nano-Micro Letters*, 7(3):219–242, (2015).

Tavcer, P., Kosir, S. and Csiszar, E., "Properties of Differently Printed and Easy-care Finished Linen Fabrics", *Coloration Technology*, 127, 194–199, (2011).

Toygun, Ş., Köneçoğlu, G. and Kalpaklı, Y., "Sol-Jel Yönteminin Genel Prensipleri", *Sigma Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 31, 456-476, (2013).

Uğur, Ş.S., Sarıışık, M. and Aktaş, A.H., ‘Pamuklu Kumaşlarda Antibakteriyel Amaçlı ZnO Nanopartikül İçeren İnce Filmlerin Oluşturulması’, Süleyman Demirel Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 14-1, 95-103, (2010).

Vihodceva, S. and Kukle, S., "Natural Textile Surface Modification Using Sol-Gel Technique", *Scientific Journal of Riga Technical University Material Science, Textile and Clothing Technology*, 6, 1-5, (2011).

Wang, X. and Wang, C., "The Antibacterial Finish of Cotton via Sols Containing Quaternary Ammonium Salts", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 50:15–21, (2009).

Zhang, D., Williams, B., Shrestha, S.B. and Nasir, Z., "Flame Retardant and Hydrophobic Coatings on Cotton Fabrics via Sol-Gel and Self-Assembly Techniques", *Journal of Colloid and Interface Science*, 505, 892-899, (2017).

Zorlu, T., "Farklı Dozlardaki Titanyum Dioksit (TiO₂) Nanopartikülünün *Galleria Mellonella* (L.) (Lepidoptera: Pyralidae)’nın Biyolojisine ve Enzim Sistemine Etkisi", Yüksek Lisans Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2016).

9. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Özge Deniz KARAMAN ATMACA

Doğum Yeri ve Tarihi : DENİZLİ, 11.04.1992

Lisans Üniversite : Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi,
Tekstil Mühendisliği Bölümü, 2015

Elektronik posta : ozge.deniz.karaman@gmail.com

İletişim Adresi : Yenişehir Mah., 25. Sokak, Menekşe Sitesi, A
Blok, Kat:3, Daire: 11, Yenişehir/DENİZLİ.