

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

**NANOPARTİKÜL TAKVİYELİ PET POLİMERİ ESASLI
NANOKOMPOZİT FONKSİYONEL LİF ÜRETİMİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SEDAT KUMARTAŞLI

DENİZLİ, MAYIS - 2021

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



**NANOPARTİKÜL TAKVİYELİ PET POLİMERİ ESASLI
NANOKOMPOZİT FONKSİYONEL LİF ÜRETİMİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

SEDAT KUMARTAŞLI

DENİZLİ, MAYIS - 2021

**Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi BAP tarafından
2020FEBE026 nolu proje ile desteklenmiştir.**

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

Sedat KUMARTAŐLI

ÖZET

**NANOPARTİKÜL TAKVİYELİ PET POLİMERİ ESASLI
NANOKOMPOZİT FONKSİYONEL LİF ÜRETİMİ
YÜKSEK LİSANS TEZİ
SEDAT KUMARTAŞLI
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: DR. ÖĞR. ÜYESİ VOLKAN KAPLAN)
(EŞ DANIŞMAN: PROF. DR. OSMAN OZAN AVINÇ)
DENİZLİ, MAYIS - 2021**

Teknolojinin gelişmesiyle birlikte kullanılan ürünlerin fonksiyonelleştirilmesi için her geçen gün yapılan araştırma ve geliştirme çalışmaları artarak devam etmektedir. Günümüzde sentetik liflerin kullanım alanları ciddi bir şekilde artış göstermektedir. Sentetik lifler içerisinde en büyük kullanım payına sahip olan poliesterde bu gelişmelerin merkezinde kullanım alanını artırmaktadır.

Poliester liflerinin özelliklerinin fonksiyonelleştirilmesine yönelik çalışmalar teknoloji ve bilimle beraber büyük bir aşama kaydetmiştir. Bu gelişmelerle birlikte son yıllarda nanoteknoloji ve nanomalzemeler bilimindeki gelişmeler sayesinde tekstil alanında işlevselleştirme çalışmaları ön plana çıkmaktadır. Nano malzemeler ve nano sistemler kullanılarak tekstil liflerinin kullanım özellikleri ve fonksiyonları geliştirilebilmektedir.

Yapılan çalışmada farklı oranlarda nano boyutta zeolit katkılı poliester iplik üretim ve fonksiyonel özellik kazandırma konusunda bilimsel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Üretilen ipliklerde ve bu ipliklerden dokunan kumaşlarda nano boyuttaki zeolit maddesinin çeşitli iplik ve kumaş özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Çalışmada üretilen ipliklerin mekanik özelliklerinin yanında karakterizasyon testleri ve morfolojik özellikleri, üretilen kumaşların ise UV koruma, ses yutum katsayısı, güç tutuşurluk ve ısı iletkenlik değerleri incelenmiştir. UV koruma ve ses yutum katsayısının artış gösterdiği, ısı iletkenlik değerinin azaldığı görülmüştür. Güç tutuşurluk özelliklerinin ise değişmediği görülmüştür.

ANAHTAR KELİMELELER: Poliester, nanokompozit, nanopartikül, zeolit, poliester lifi, PET

ABSTRACT

NANOPARTICLE REINFORCED PET POLYMER BASED NANOCOMPOSITE FUNCTIONAL FIBER PRODUCTION

MSC THESIS

SEDAT KUMARTASLI

PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE

TEXTILE ENGINEERING

(SUPERVISOR: ASSIST.PROF. VOLKAN KAPLAN)

(CO-SUPERVISOR: PROF.DR. OSMAN OZAN AVINC)

DENİZLİ, MAY 2021

With the development of technology, research and development studies are increasingly continuing every day to functionalize the products used. Today, the usage areas of synthetic fibers are increasing significantly. Polyester, which has the largest usage share among synthetic fibers, increases its usage area at the center of these developments.

Studies on the functionalization of polyester fibers have made a great progress with technology and science. With these developments, thanks to the developments in nanotechnology and nanomaterials science in recent years, functionalization studies in the field of textile come to the fore. Using nano materials and nano systems, the usage properties and functions of textile fibers can be improved.

In the study, scientific studies were carried out on the production methods of nano-sized zeolite-added in different ratio polyester yarn and to gain functional properties. The effects of nano-sized zeolite on yarn and fabric in the yarns produced and the fabrics woven from these yarns were investigated. In this thesis study, besides the mechanical properties of the produced yarns, characterization tests, morphological properties, UV protection and sound absorption coefficient increased, thermal conductivity value decreased. It was observed that the flammability properties didn't change.

KEYWORDS: Polyester, nanocomposite, nanoparticle, repeated washing, zeolite, polyester fiber, PET

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ŞEKİL LİSTESİ.....	v
TABLO LİSTESİ	vi
SEMBOL LİSTESİ.....	vii
ÖNSÖZ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
2. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI	4
2.1 Poliester Lifleri.....	4
2.2 Poliester Lif Üretimi.....	5
2.3 Poliester Liflerinin Fiziksel Özellikleri.....	6
2.4 Poliester Liflerinin Kimyasal Özellikleri	7
2.5 Tekstüre PET İplik Üretimi	8
2.6 Zeolit	9
2.7 Zeolitin Yapısı	9
2.8 Zeolitin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri.....	9
2.9 Zeolitin Kullanım Alanları	10
2.10 Sentetik Liflerin Fonksiyonelleştirilmesi	10
2.10.1 Katkı Maddesi Kullanarak Liflerin Fonksiyonelleştirilmesi	11
2.11 Yapılan Önceki Çalışmalar	12
2.11.1 Nanokil Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Olarak Yapılan Çalışmalar	13
2.11.2 Bor Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Yapılan Çalışmalar	20
2.11.3 Zeolit Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Yapılan Çalışmalar	21
2.11.4 Titanyumdioksit	21
3. MATERYAL VE METOT	24
3.1 Materyal.....	24
3.1.1 Zeolit.....	24
3.1.2 PET Chips	25
3.1.3 PBT Chips.....	26
3.2 Metot	27
3.2.1 Nano Zeolit Tozunun Karakterizasyonu	27
3.2.1.1 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi	27
3.2.1.2 FT-IR (Fourier Dönüşümlü Kıızıl Ötesi Spektrometresi) Analizi	28
3.2.2 Masterbatch Üretimi	29
3.2.3 Masterbatch Karakterizasyonu	30
3.2.3.1 DSC Analizi	30
3.2.3.2 TGA (Termogravimetrik Analiz) Analizi	30
3.2.3.3 SEM (Taramalı Elektron Mikroskop) Görüntüleme	31
3.2.3.4 FT-IR Analizi	32
3.3 Poliester Cıpten POY (Yarı Oryante) İplik Üretimi	32
3.3.1 Poliester POY İpliğe Uygulanan Testler	34
3.3.1.1 Fiziksel Testler	34

3.3.1.1.1	İplik Numarası Tayini	35
3.3.1.1.2	Yağ Oranı Tayini	36
3.3.1.1.3	Düzensizlik Tayini	37
3.3.1.1.4	Kopma Uzaması ve Kopma Mukavemeti Tayini	37
3.3.1.1.5	Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometre Analizi	38
3.3.1.1.6	XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analizi.....	38
3.4	Poliester Yalancı Büküm Tekstüre İplik Üretimi	39
3.4.1	Poliester Tekstüre İpliğe Uygulanan Testler	40
3.4.1.1	Fiziksel Testler	40
3.4.1.1.1	Kaynama Çekme Testi.....	40
3.5	Kumaş Üretimi	41
3.5.1	Kumaşlara Uygulanan Testler	42
3.5.1.1	Limit Oksijen İndeksi (LOI) Tayini.....	42
3.5.1.2	Isıl İletkenlik Testi	42
3.5.1.3	UV Geçirgenlik ve Koruma Faktörü.....	43
3.5.1.4	Ses Yutum Katsayısı Ölçüm Testi	43
4.	BULGULAR	45
4.1	Nano Zeolit Malzemesinin Analiz Sonuçları	45
4.1.1	DSC Analiz Sonuçları.....	45
4.1.2	FTIR Analiz Sonuçları.....	46
4.2	Zeolit Masterbatch'e Ait Analiz Sonuçları	47
4.2.1	DSC Analiz Sonuçları.....	47
4.2.2	SEM Görüntüleme	47
4.2.3	TGA Analizi	48
4.3	Polyester POY İpliklere Yapılan Analiz Sonuçları	50
4.3.1	EDXRF Sonuçları	51
4.3.2	DSC Analiz Sonuçları.....	51
4.3.3	SEM Görüntüleme	53
4.4	Polyester Tekstüre İpliklere Yapılan Analizler	56
4.4.1	Fiziksel Testler.....	56
4.4.2	EDXRF Analizi.....	57
4.5	Polyester Kumaşların Testleri	57
4.5.1	LOI Analiz Sonuçları.....	58
4.5.2	Ses Yutum Katsayısı Analiz Sonuçları.....	58
4.5.3	Isıl İletkenlik Analiz Sonuçları	59
4.5.4	UV Koruma Analiz Sonuçları.....	60
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER	62
6.	KAYNAKLAR.....	65
7.	ÖZGEÇMİŞ	73

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: Polyester iplik üretim hattı	5
Şekil 2.2: Yalancı büküm tekstüre iplik üretim hattı.....	8
Şekil 2.3: Zeolitin yapısı.....	9
Şekil 2.4: Nanopartiküllerin polimerin içerisine eklenmesi.....	12
Şekil 3.1: Nano zeolit	24
Şekil 3.2: PET cipsleri	25
Şekil 3.3: PBT cipleri.....	26
Şekil 3.4: Hitachi 7020 DSC cihazı.....	28
Şekil 3.5: Shimadzu IRTracer-100	28
Şekil 3.6: Gülnar markalı çift vidalı ekstrüder	29
Şekil 3.7: Zeolit katkılı masterbatch.....	29
Şekil 3.8: Hitachi 7020 DSC cihazı.....	30
Şekil 3.9: TA Instruments TGA 550.....	31
Şekil 3.10: Hitachi TM330 Plus	31
Şekil 3.11: Shimadzu IRTracer-100	32
Şekil 3.12: K-Tron gravimetrik dozajlama.....	33
Şekil 3.13: Barmag iplik üretim makinası	34
Şekil 3.14: İplik çıkırığı.....	35
Şekil 3.15: Hasas terazi.....	36
Şekil 3.16: Oxford MQC+ yağ cihazı.....	36
Şekil 3.17: Evennes Tester 80	37
Şekil 3.18: Statimat ME+	37
Şekil 3.19: Shimadzu EDX-7000	38
Şekil 3.20: Bruker D8 Advance XRD cihazı.....	38
Şekil 3.21: Texturmat Me kaynamaçekme cihazı.....	40
Şekil 3.22: Picanol Gammamax dokuma makinası	41
Şekil 3.23: LOI ölçüm cihazı.....	42
Şekil 3.24: Alambeta test cihazı	43
Şekil 3.25: Labsphere UV 2000f	43
Şekil 3.26: Brüel & Kjaer 4206 iki mikrofonlu akustik empedans tüpü	44
Şekil 4.1: Nano zeolit DSC termogramı	45
Şekil 4.2: Nano zeolit IR spektrumu.....	46
Şekil 4.3: Zeolit katkılı masterbatch DSC termogramı	47
Şekil 4.4: Zeolit katkılı masterbatch yüzey SEM görüntüsü	48
Şekil 4.5: Zeolit katkılı masterbatch kesit SEM görüntüsü	48
Şekil 4.6: Zeolit katkılı masterbatch TGA termogramı	49
Şekil 4.7: Katkısız POY iplik DSC termogramı	51
Şekil 4.8: %0.5 zeolit katkılı POY iplik DSC termogramı.....	52
Şekil 4.9: %1 zeolit katkılı POY iplik DSC termogramı.....	52
Şekil 4.10: Katkısız POY iplik SEM görüntüsü	53
Şekil 4.11: %0.5 zeolit katkılı POY iplik SEM görüntüsü.....	53
Şekil 4.12: %1 zeolit katkılı POY iplik SEM görüntüsü.....	54
Şekil 4.13: Katkısız-%0.5-%1 zeolit katkılı POY iplik XRD analizi.....	54

TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1: Nano zeolit fiiksel ve kimyaasal özellikleri.....	25
Tablo 3.2: PET chips fiziksel ve kimyasal özellikleri.....	26
Tablo 3.3: PBT chips fiziksel ve kimyasal özellikleri	27
Tablo 3.4: POY iplik üretim parametreleri	33
Tablo 3.5: Test standartları ve kullanılan cihaz bilgileri.....	35
Tablo 3.6: Tekstüre iplik üretim parametreleri	39
Tablo 3.7: Dokuma kumaş konstrüksiyonu ve parametreleri	41
Tablo 4.1: POY ipliklere yapılan fiziksel test sonuçları	50
Tablo 4.2: POY ipliklere yapılan EDXRF sonuçları	51
Tablo 4.3: Tekstüre iplik fiziksel analiz sonuçları	56
Tablo 4.4: Tekstüre iplik EDXRF ölçüm sonuçları	57
Tablo 4.5: Kumaşların LOI ölçüm sonuçları	58
Tablo 4.6: Kumaşların ses yutum katsayısı ölçüm sonuçları	59
Tablo 4.7: Kumaşların ısı iletkenlik test ölçüm sonuçları.....	60
Tablo 4.8: UV geçirgenliği ve koruma faktörü ve test sonuçları	61

SEMBOL LİSTESİ

PET	: Polietilentereftalat
POY	: Ön çekimli iplik
FDY	: Tamamen çekim uygulanmış iplik
DTY	: Yalancı büküm tekstüre iplik
UV	: Ultraviyole
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kıızıl Ötesi Spektrometresi
EK	: Kıvrım Kısalması
KK	: Kıvrım Elastikiyeti
KB	: Kıvrım Kalıcılığı
MEG	: Monoetilen Glikol
Hz	: Hertz

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezimin hazırlanması konusunda yardımcı olan danışmanım Doktor Öğretim Üyesi Volkan KAPLAN'a araştırma ve deneysel çalışmalar sırasında bilgi birikimi ile tüm desteğini esirgemeyen eş danışmanım Prof.Dr. Osman Ozan AVİNÇ hocama, üretim denemelerini gerçekleştirdiğim ve ürünlerin testlerinin yapılması sırasında destek veren tüm Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş çalışma arkadaşlarıma, masterbatch üretimi ve testler konusunda yardımını esirgemeyen Dr.Hüsnü Kemal Gürakın ve SETAŞ A.Ş firmasına teşekkür ve saygılarımı sunarım.

Eğitim ve çalışma hayatım boyunca her zamanım yanımda olan aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

1. GİRİŞ

Sentetik lifler, tekstil alanında en çok kullanılan petrolden elde edilen liflerdir ve üretim miktarları hızla artmaktadır. Sentetik elyafların küresel pazar büyüklüğünün 2018 ile 2023 yılları arasında yıllık %7,25 oranında büyümesi beklenmektedir (Engelhardt 2011).

Nitekim dünyada elyaf üretimi % 65 sentetik elyaftan ve % 35 doğal elyaftan oluşurken, tüketilen sentetik elyafların %70 payını poliester oluşturmaktadır. Dünyada en çok üretilen ve tüketilen polimerin PET (polietilen tereftalat) esaslı olduğu yaygın olarak bilinmektedir. PET üretiminin yaklaşık %60'ı tekstil sektöründe elyaf üretiminde, % 30'u ise şişe üretiminde kullanılmaktadır.

Poliester lifleri uzun yıllardır giyim, ev tekstili ve teknik tekstillerde kullanılmaktadır. Tekstil ürünlerinde poliester elyafların kullanılmasının nedeni, maliyetinin düşük olması, işlenebilirliğinin kolay olması, düşük yoğunlukları, mukavemetinin göreceli yüksek olması ve kimyasallara karşı dayanımının iyi olması söylenebilir.

Nano teknolojideki gelişmeler farklı özellikte malzemelerin geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Sentetik lifleri fonksiyonelleştirmekte kullanılan malzeme boyutlarının küçülmesi sayesinde yüzey alanı artmakta ve nano parçacıkların standart maddelere göre etkileri artmaktadır (Erdem ve diğ. 2010, Jeong ve diğ. 2005) .

Bu gelişmelerle beraber poliester konvansiyonel uygulama alanı dışında da farklı alanlarda ve teknik tekstillerde de kullanılmaya başlamıştır. Bu üretim alanları savunma sanayi, havacılık, otomotiv ve benzer sektörlerdir. Teknik tekstilleri özel kılan; kullanım anındaki fonksiyonelliklerdir.

Bu nedenle poliester liflerin modifikasyonu ve fonksiyonel özelliklerinin geliştirilmesi günümüzde giderek artmaktadır. Sentetik tekstil liflerinin modifikasyonu, üretim anında ve üretim sonrasındaki bitim işlemleri ile yapılabilmektedir. Sentetik liflerin fonksiyonelleştirilmesi polimer içerisine eklenen maddeler ve kesit şekillerinin değiştirilmesi ile mümkün olabilmektedir. Bunun

dışında üretim sonrasında yüzey modifikasyon ve kaplama yöntemleri ile de fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır.

Sentetik liflerin fonksiyonelleştirilmesi için genellikle üretim sırasında polimerik malzeme içerisine organik veya inorganik partiküller eklenerek kalıcılığı yüksek fonksiyonelleştirme işlemi gerçekleştirilmektedir. Polimer içerisine eklenen mikro ve nano boyuttaki partiküller finalde kullanılacak ürünün; ısı iletkenliği, ses absorpsiyonu, UV dayanım, güç tutuşurluk, antimikrobiyal gibi çeşitli özelliklerini değiştirmektedir. Bu nedenle, günümüzde sentetik liflerin fonksiyonelleştirilmesi ile ilgili yapılan çalışmalar her gün artmaktadır.

Nano partiküllerin sentetik iplik haline gelmesinde farklı yöntemler ile polimer yapının içerisine eklenmesi ile “nano kompozit” lifler olarak adlandırılan iplikler üretilmektedir. Nano kompozit lifler, polimer ve en az bir boyutu 100 nanometreden küçük olan nanometre büyüklüğünde katkı malzemesinin birleşimi olan lifler olarak tanımlanır (Erdem ve diğ. 2010). Nano kompozit iplik üretimi sırasında kullanılan nano partikül katkı maddeleri, yüzey ya da iplik formunda oluşabilmektedir. Lif üretilirken polimerlerin içine nano maddelerin eklenmesinde kullanılan üç farklı yöntem ekstrüzyon, çözeltide birleştirme ve polimerizasyon sırasında karıştırmadır (Erdem ve diğ. 2010, Aşçıoğlu ve Adanur 2003). Bu yöntemler içinde, direk ekleyerek karıştırma yani eriyikte karıştırma geleneksel polimer işleme tekniklerinin avantajlarına sahiptir. Ancak nano malzemeler ile fonksiyonelleştirilmiş tekstil elyafları üzerine çok fazla çalışma bulunmaktadır (Erdem ve diğ. 2010, Rottstegge ve diğ. 2006). Bu çalışmalarda uygun bir lif üretim hattının nano kompozit lif üretimi için başarılı bir şekilde kullanılabileceği görülmüştür (Chatterjee ve Deopura 2005, Marcinčin ve diğ. 2009). Bu araştırmalarda, liflerin fonksiyonelleştirilmesi için önceki bölümlerde gösterilen farklı metotlar kullanılmakta ve bu yöntemler ile birlikte üretilen yeni liflerin özelliklerine göre farklı ürünler oluşturulmaktadır.

Zeolit kelimesi iki farklı Yunanca kelimeden gelmektedir. Zeo (kaynamak) ve lithos (taş) kaynayan taş anlamına gelmektedir. Bu isim 1756'da onları ve bu özelliklerini keşfeden Axel Fredrik Cronstedt adlı İsveçli bir mineralog tarafından verilmiştir. Isıtıldıktan sonra bu mineralin buhar açığa çıkardığı, suyun buharlaştığını ve zeolitın kaynıyor gibi görüldüğünü gözlemlenmiştir. (Weckhuysen ve Yu 2015 , Iijima 1980).

Zeolitlerin ısıtılması veya dehidre edilmesi, zeolitlere "moleküler elek" denilen ve adsorban özellikleri veren yüksek boşluk hacimlerine neden olur. Moleküler elekler, sadece belirli boyuttaki moleküllerin (gözenek boyutuna eşit veya daha küçük) giriş kanallarından geçmesine izin verirken, gözenek boyutundan daha büyük moleküllerin geçmesini engeller. Bu sayede gözenek açıklıklarından geçebilecek kadar küçük olan gaz veya sıvı molekülleri zeolit yapısına emilebilirken daha büyük moleküller dışarıda tutulur (Byrappa ve Yoshimura 2001).

Doğal bir malzeme olması ve farklı pek çok özelliğe sahip olması, zeolit maddesi üzerinde çalışma yapılmasına yol açmaktadır. Bu çalışmada, nano boyuttaki zeolit iplik içerisine katılması ile elde edilecek iplikten üretilen kumaşlarda UV koruma, ses yutumu, ısı izolasyonu ve nem yönetimi özelliklerine sahip ürünler oluşturulmaya çalışılmıştır. Bu çalışma ilgili olarak PET polimerini fonksiyonelleştirebilecek zeolit nanoparçacıklarını eklemek için kullanılan yöntem açıklanmıştır.

Poliester liflerindeki önceki yapılan çalışmalarda farklı nano malzemelerin kullanıldığı ve sonuçlar dikkate alındığında, fonksiyonel özellik kazandırmak için nano partikülleri kullanmanın fonksiyonel iplik üretmek için uygun bir yöntem olabileceği anlaşılmıştır. Zeolit katkılı poliester iplikler üretildikten sonra tekstüre işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra tekstüre ipliklerden dokuma kumaş üretilmiştir. Üretilen kumaşlara ilgili özelliklerine etkisini incelemek için çeşitli testler uygulanmıştır. Analiz sonuçları literatürde ki daha önce yapılmış çalışmalar ile birlikte yorumlanmış ve değerlendirilmiştir.

2. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

2.1 Poliester Lifleri

J.R. Whinfield ve J.T Dickson 1941 yılında poliester liflerini bulmuştur ve ticari ölçüde üretilmiştir. J.T. Dickson ile J.R. Whinfield Etilen glikol (EG) ve teraftalik asiti (TPA) kondense ederek Polietilen teraftalatı elde etmişler ve bundan da lif üretmişlerdir (Seventekin 2003, Çirkin 2006).

Bir alkol ve bir asitten oluşan bileşikler ester adını alır. Poliester genel olarak bir dialkol ile dikarboksil asitin polikondenzasyonu ile oluşan uzun zincirli polimerdir. Zincirde ester (-CO-O-) grubu çok sayıda tekrarlanır (Mangut ve Karahan 2008).



(dialkol) (dikarboksilli asit)

Günümüzde poliesterler arasında en yaygın olarak kullanılan polietilen tereftalat (PET)'dir.

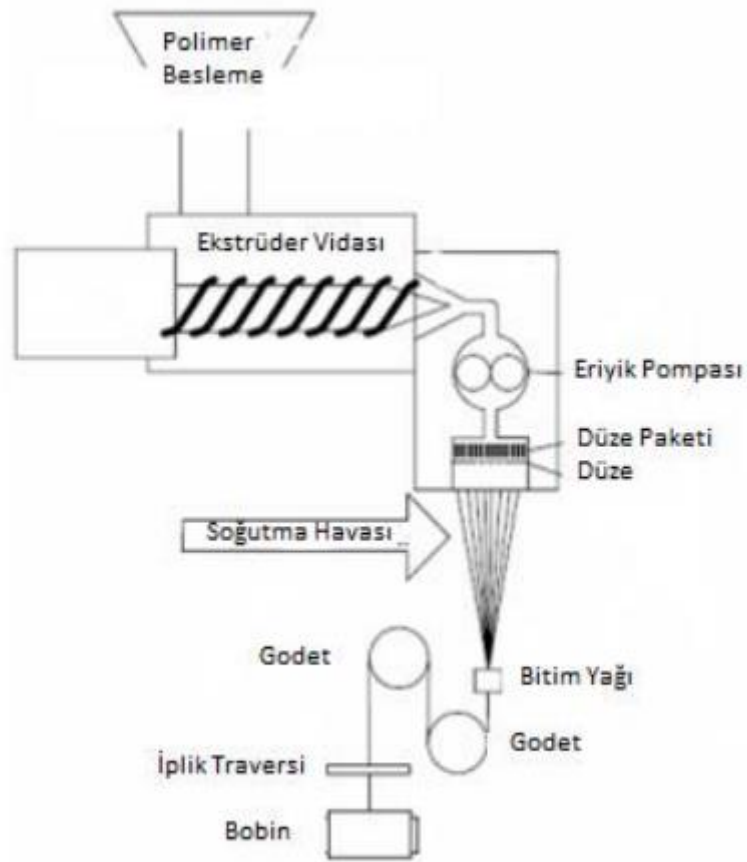
PET polimerinin üç farklı yöntem ile üretilmesi mümkündür:

- ❖ Dimetileraftalat ve etilenglikol'ün polikondenzasyonu
- ❖ Teraftalik asit ve etilenglikol'ün polikondenzasyonu
- ❖ Tereftalik asit ve etilenoksit'in polikondenzasyonu (Dayıoğlu ve Karakaş 2007).

PET polimerinden lif elde edilebilmesi için uygulanan iki yöntem bulunmaktadır. Bunlardan biri polikondenzasyonu tamamlanmış, eriyik haldeki polimerin direk olarak düze pompasına gönderilmesi ve iplik elde edilmesidir. İkinci yöntem ise polikondenzasyonu tamamlanmış, eriyik haldeki polimerin cips denen polimer tanecikleri haline getirilip, bu cipslerden daha sonra eriyikten çekim yöntemi ile iplik eldesidir (Mangut ve Karahan 2008).

2.2 Poliester Lif Üretimi

PET iplikler eriyikten çekim yöntemi kullanılarak üretilmektedir. Çalışılan işletmenin makine özelliklerine göre polimerizasyon hattından direkt iplik üretimi gerçekleştirilecekse, herhangi bir ekstrüzyon işlemi olmaksızın eriyik haldeki polimer iplik üretim hatlarına beslenir. Ancak üretim direkt hatlar yerine ekstrüderli iplik üretim makinelerinde gerçekleştirilecekse, polimerizasyon işlemi tamamlandıktan sonra granül formda cips haline getirilmiş polimerin bir ekstrüzyon işleminden geçirilerek eriyik haline getirilmesi gerekmektedir.



Şekil 2.1: Poliester iplik üretim hattı (Yılmaz 2020)

Eriyik haldeki polimerin kaynağı ne olursa olsun, polimer hassas dozaj pompaları ile sabit bir debide özel filtre sistemlerinden geçirilerek filament yapıların oluştuğu düze kasesine beslenir. Düze deliklerinin şekline göre kesit özelliği kazandırılmış filamentler, soğutma bölgesinden geçirilerek çekim işleminin gerçekleştirildiği godet ve sarım birimlerine ulaştırılır. Filamentler godetlere

sarılmadan önce, hem statik elektriklenmeyi azaltmak hem de filamentlerin birbirine tutunmasını sağlamak amacıyla özel aplikatörler aracılığı ile bitim yapı uygulaması yapılır. Bitim yağından geçen iplik, çekim godetlerinin sıcaklık derecesi, godet sistemi ve sarım ünitesinin hız farkından kaynaklanan çekim sayesinde gerekli mekanik nitelikleri kazanmış olarak bobin haline getirilir (Demir 2006).

PET iplikler çekim hızları ve moleküler oryantasyon derecelerine göre sınıflandırılmaktadır. Bu sınıflandırmayı aşağıdaki gibi yapmak mümkündür:

- ❖ Low Oriented Yarn (LOY) – 500-1500 m/dk çekim hızı, düşük moleküler oryantasyon
- ❖ Middle Oriented Yarn (MOY) – 1500-2500 m/dk çekim hızı, orta moleküler oryantasyon
- ❖ Partially Oriented Yarn (POY) – 2500-4000 m/dk çekim hızı, kısmi moleküler oryantasyon
- ❖ High Oriented Yarn (HOY) – 4000-6000 m/dk çekim hızı, yüksek moleküler oryantasyon
- ❖ Fully Oriented Yarn (FOY/FDY) – 4500 m/dk ve üzerinde çekim hızı, yüksek moleküler oryantasyon (Demir 2006) .

2.3 Poliester Liflerinin Fiziksel Özellikleri

Enine kesitleri genellikle yuvarlaktır. Pürüzsüz yüzeyleri sayesinde ışığı yansıtabilirler. Diğer sentetik liflerde olduğu gibi istenilen incelik değerinde üretilebilir. Kullanılacak yere göre kesikli veya filament halde üretilebilir. İstenilen uzunluklarda lif elde edilebilir. Bükülme ve kıvrılmaya karşı direnç gösterir. Bu nedenle buruşmaya karşı da dayanıklıdır (Mangut ve Karahan 2008).

Kopma dayanımları 4,5-5,5 g/denye, kopma anında uzama yüzdesi %15-25 arasındadır. Standart şartlarda %0,4 oranında nem içerirler. Yoğunluk 1,38 gr/cm³ tür. Pigmentler yardımıyla matlaştırılmadıysa parlaktır. Genellikle beyaz renkli olarak üretilirler. En yüksek rezilyansa sahip liftir. Bütün lifler içinde en çok nope (elyaf toplanması) sorunu olan liftir (Seventekin 2003).

Poliester lifleri 200°C civarında yumuşama gösterir. Belirli bir süre kaynar su veya su buharı etkisinde kaldığında ester bağlarında hidroliz ve mukavemette bir miktar azalma görülür. Termofikse sıcaklığı 180-220°C'dir (Başer 2002).

2.4 Poliester Liflerinin Kimyasal Özellikleri

Genel olarak asitlere karşı dayanıklıdır ancak yüksek sıcaklıklarda derişik kuvvetli asitler poliester liflerini parçalayabilirler. Yapılarındaki ester bağları nedeniyle bazlara karşı dayanımı sınırlıdır (Seventekin 2003).

Liflerin ağartılmasında en çok hidrojen peroksit kullanılmaktadır. Hidrofob özellikte olduğunda sıcak veya soğuk sudan etkilenmez. Uzun süre kaynar su veya su buharına maruz bırakılırsa ester bağlarının hidrolizi artar. Mikroorganizmalara karşı dayanıklıdır. Güve ve zararlı böceklerden etkilenmez (Dayıoğlu ve Karakaş 2007).

Poliester lifleri her türlü giysi üretiminde tek başına veya diğer liflerle karıştırılarak kullanılabilir. Kolaylıkla tekstüre edilebilmesi, mukavemetli olması, çekmezlik ve buruşmazlık özellikleri lifin tercih edilmesini artırmaktadır. Ağır kumaşlardan ince kumaşlara kadar çok çeşitli kumaş üretilebilir. Perde, masa örtüsü gibi ev tekstil ürünlerinde, dikiş ipliği üretiminde, balık ağlarında, taşıma bantları, ütü masa kaplamaları gibi kumaşlarda da kullanılmaktadır. Kan damarları, yapay kalp bileşenleri gibi implantlarda kullanılır. Jeotekstil uygulamalarında, erozyon kontrolü ve yol yataklarında stabilizasyon için poliester kumaşlardan yararlanılmaktadır (Dayıoğlu ve Karakaş 2007).

Poliester lifleri güneş ışığına dayanıklıdır fakat ultraviyole (UV) ışınlar bir süre sonra mukavemette azalmaya yol açmaktadır; termoplastik karakterli olduğundan dolayı yakıldıklarında erir ve isli bir alev çıkarır. Dumanları karakteristik aromatik kokudadır (Başer 2002).

2.5 Tekstüre PET İplik Üretimi

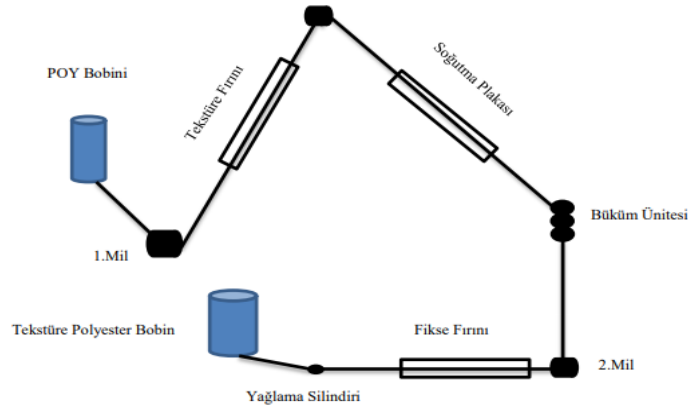
Filament iplikçilikte kıvrım oluşturma işlemi teknik olarak tekstüre işlemi adıyla bilinmektedir. Yani yüzeyin pürüzlülüğü, parlaklığı, esnekliği gibi özellikler ipliklerin tekstüre tanımıyla oluşturulmak istenen özelliklerdir.

Sentetik iplikleri oluşturan filamentlerin lineer yoğunluğunun benzer olmasından dolayı düzgün ve sıkı bir yapıdadır. Bu düzgünlük, filament ipliklerden oluşmuş kumaşın tutum ve görünüşünü etkiler ve bu özellikler de bu kumaşları kesikli liflerden eğrilmiş ipliklerden yapılmış kumaşlardan ayırır.

Tekstüre işleminde üç temel adım bulunmaktadır:

- ❖ Filamentlerin belirli bir sıcaklıkta ısıtılması
- ❖ Filamentlere tekstüre özelliğinin kazandırılması
- ❖ Gerçekleştirilen tekstüre işleminin kalıcı hale getirilmesi (Demir 2006)

Günümüzde en çok kullanılan tekstüre yöntemi yalancı büküm tekstüre yöntemidir.



Şekil 2.2: Yalancı büküm tekstüre iplik üretim hattı

POY iplik tekstüre fırınından çıktıktan sonra soğutma plakasından geçer ve yalancı büküm işleminin gerçekleştiği aparata gelir. İplik hareketi sırasında, yalancı büküm verici elemandan 2'nci mile ulaşan ipliğin bükümü açılmaktadır. Üzerindeki büküm, hacimlilik ve dolayısıyla kıvrım özelliğinin sabitlenebilmesi için fikse

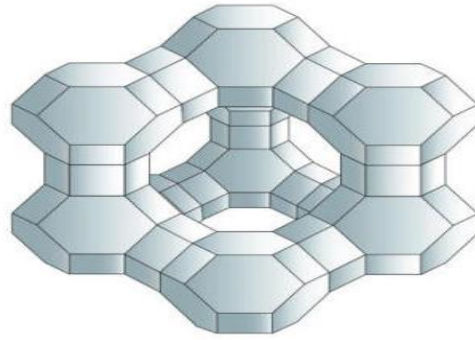
fırından geer ve yađlama iřlemi tamamlandıktan sonra bobin formunda sarım yapılır (Demir 2006).

2.6 Zeolit

Zeolitler, kafes yapılarında alüminyum, silis ve oksijen, gözeneklerinde ise katyon ve su içeren mikro gözenekli kristal katılardır. Silis ve alüminyum atomları ortak oksijen atomu sayesinde birbirlerine tetrahedral olarak bağlanmışlardır (Gülen ve diđ. 2012).

2.7 Zeolitin Yapısı

Zeolit, üç yapılı bir ađ örgüsüne sahip gözenekli, alkali (Na ve K) ve toprak alkali (Ca) elementlerinin sulu alumina silikat kristalidir. Zeolitlerin yapıları boşluklar içermekte olup, bal peteđi veya kafes görünümündedir (Şekil 2.3). Genellikle alkali ve toprak alkali metaller olan katyonlar ve su, boşluklarda bulunabilmektedir.. Gözeneklerin içindeki su molekülleri de ısıtılarak kolaylıkla zeolitik yapıyı terketmekte veya tekrar adsorbe edilebilmektedir.



Şekil 2.3: Zeolitin yapısı (Woodford 2021)

2.8 Zeolitin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Zeolitler, diđer birçok materyale meydan okuyan çeřitli çevresel kořullara direnen ok kararlı katılardır. Yüksek sıcaklıklar onları rahatsız etmez ünkü nispeten

yüksek erime noktalarına (1000 ° C'nin üzerinde) sahiptirler ve yanmazlar. Ayrıca yüksek basınçlara dirençlidirler, suda veya diğer inorganik çözücülerde çözünmezler ve havada oksitlenmezler. Reaktif olmadıklarından ve doğal olarak oluşan minerallere dayandıklarından, herhangi bir zararlı çevresel etkiye sahip olduklarına inanılmamaktadır.

Zeolitler, orijinal olarak içlerinde hapsedilmiş metal iyonları için diğer pozitif yüklü iyonları değiştirebilirler. Zeolitlerin içlerinde, küçük moleküllerin doğrudan geçmesine izin veren ancak daha büyük olanları yakalayan sabit boyutlu düzenli açıklıkları vardır; bu yüzden bazen moleküler elekler olarak adlandırılırlar (Woodford 2021).

2.9 Zeolitin Kullanım Alanları

Zeolitlerin başlıca fiziksel ve kimyasal özellikleri olan; iyon değişikliği yapabilme adsorbsiyon ve buna bağlı moleküler elek yapısı, silis içeriği, ayrıca tortul zeolitlerde açık renkli olma, hafiflik, küçük kristallerin gözenek yapısı zeolitlerin çok çeşitli endüstriyel alanlarda kullanılmalarına neden olmuştur. Kullanım alanları: kirlilik kontrolü, enerji, tarımhayvancılık, maden-metalürji ve diğer alanlar olmak üzere 5 ana bölümde toplanabilir (Gülen ve diğ. 2012).

Bunun yanı sıra zeolitlerin kağıt sektörü, inşaat sektörü, sağlık sektörü, deterjan sektörü gibi pek çok alanda kullanımı söz konusudur. Zeolitler kağıt üretiminde katkı maddesi olarak, inşaat sektöründe beton katkı maddesi olarak kullanılmaktadır (Gülen ve diğ. 2012).

2.10 Sentetik Liflerin Fonksiyonelleştirilmesi

Sentetik liflerin fonksiyonelleştirilmesindeki amaç, üretim sırasında sürecin kontrol edilebilir olmasıdır. Özel uygulamalar sentetik liflerin üretiminden beklenen performanslarında bir değişiklik göstermeden, liflerin kesit, UV dayanım, nem alma, ses absorbsiyonu ve mekanik performans gibi özelliklerinin geliştirilmesi sağlanmaktadır.

Sentetik lifler modifikasyon yapılmadığında çok basit bir yapıdadır. Temel lifler için kullanılan diğer terimler, esas, standart, klasik ve ilk nesil lifler olarak sıralanabilir. Temel liflerin modifikasyonu ile elde edilen lifler kendi ticari ismi veya markası altında satılabilmektedir. Eğer bir türden birkaç veya birçok lif modifikasyonu yapılmış ise 1. Nesil, 3. Nesil veya 10. Nesil gibi marka isimleri olabilmektedir (Kadolph 2007).

Genel olarak lif modifikasyonunda kullanılan beş ana yol vardır.

- ❖ Düze deliklerinin şekli ve boyutları değiştirilerek farklı boyutlarda ve çaplarda lif üretiminin gerçekleştirilmesi
- ❖ Liflerin moleküler yapılarının ve oryantasyon oranlarının değiştirilerek liflerin dayanıklılığının artırılması
- ❖ Lif yapısının içerisine farklı materyaller (katkı maddeleri) eklenerek yapının değiştirilmesi ve lif performansının artırılması
- ❖ Lif çekim prosesinde yapılan değişiklikler ile lif karakterinin modifiye edilmesi
- ❖ Çok kompleks bir modifikasyon yöntemi olan iki polimerin bir araya getirilmesi ile modifikasyon sağlanması (Kadolph 2007).

2.10.1 Katkı Maddesi Kullanarak Liflerin Fonksiyonelleştirilmesi

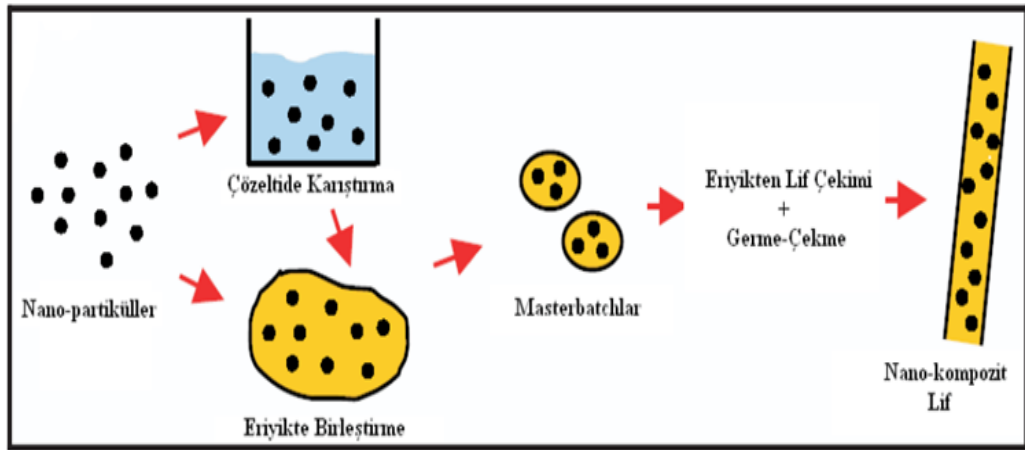
Lif üretilecek polimere eklenecek katkı maddeleri, fonksiyonelleştirilecek polimerin bir parçası olacak şekilde polimer zincirine veya polimer eriyik/çözelti içerisine eklenerek lif yapısına dahil edilir ve böylece fonksiyonelleştirme sağlanır (Şekil 2.4).

Katkı maddesi ile modifikasyonda fazla katkı maddesi kullanılması, lifin fiziksel karakterini (dayanıklılık ve tutum gibi) olumsuz etkileyebilmektedir. Katkı maddeleri kullanılarak liflere pek çok özellik kazandırmak mümkündür. Uygulanabilen çeşitli lif modifikasyonları alt başlıklar halinde özetlenmiştir.

Polimerin içine nano maddelerin eklenmesinde, dört yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemler;

- ❖ Çözeltide birleştirme,
- ❖ Sol-gel tekniği,
- ❖ Nano partikül üzerinde yerinde polimerizasyon,
- ❖ Direk eriyikte karıştırma yöntemidir (Eser 2010).

Eriyikte birleştirme yöntemi katkı maddesi ile polimeri karıştırarak nanokompozit elde etme yollarından birisidir. Bu yöntemde, nano malzeme ekstrüder içerisine polimer ile birlikte dahil edilerek eritilmektedir. Eriyikte karıştırma yöntemi, polimer işleme tekniğine uygunluk olarak nanokompozit üretiminde en çok kullanılan tekniklerden birisidir. Eriyikte birleştirme yöntemi, herhangi bir sıvı içerisinde çözünmeyen ve farklı polimerizasyon yöntemleri ile hazırlanamayan polimerler için kullanılmaktadır. Bu teknik ekonomik ve çevre dostu bir proses olduğu için tercih edilen nanokompozit üretim yöntemidir (Eser 2010).



Şekil 2.4: Nano partiküllerin polimerlerin içerisine eklenmesi (Erdem ve diğ. 2010)

2.11 Yapılan Önceki Çalışmalar

Literatürde eriyikten çekim lif çekimi ve zeolit katkısı ile ilgili çok fazla yayına rastlanmamıştır. Bu nedenle diğer katkı malzemeleri ile yapılan çalışmalara da yer verilmiştir.

2.11.1 Nanokil Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Olarak Yapılan Çalışmalar

Kılıç (2016) Bu çalışmada, organokil partiküllerinin geri dönüştürülmüş poliester (rPET) lif özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Literatürde daha çok mühendislik plastik uygulamaları ile ilgili çalışmalar yapılmıştır. Bunlar masterbatch ve enjeksiyon kalıplı rPET / organoklay nanokompozit numuneleri üzerinde araştırmalardır. Aslında lif uygulamaları PET atıkları için en önemli pazardır maalesef rPET / organokil kompozit elyaf özellikleri ile ilgili sadece birkaç makale bulunmaktadır. Çalışmada, rPET / organokil nanokompozitler, değişik modifiye edilmiş organokil tipleri (ağırlıkça %3) ile eriyikten birleştirme yöntemi ile hazırlandı ve filament lifleri, eriyik çekim yöntemiyle üretilmiştir. Nanokompozitlerin morfolojik ve termal özellikleri ile liflerin yüzey yapısı, gerilme ve termal kararlılık özellikleri test edilmiştir. Sonuçlar kil partiküllerinin ve organokil tiplerinin dağılımının çeşitli lif özellikleri üzerinde önemli bir etkiye sahip olduğunu göstermiştir. Bu çalışmada, organoklay katkılı rPET polimerden ve özellikle silikat içersinde bulunan amonyum katyonlarından dolayı kil katkılı çok filamanlı lif eğirmenin mümkün olduğu gösterilmiştir. Katmanlar liflerin düzgünlüğünü, gerilme ve termal büzülme özelliklerini ve kumaşların hava geçirgenliğini etkiler. Çalışmada rPET polimer matrisine organokil eklenmesinin liflerin ısı direncini ve oksijen indeksi (LOI) değerleri biraz arttırmıştır. Organokil tipleri karşılaştırıldığında 30B organokil kumaşın kaynama çekme ve hava geçirgenliği açısından en iyi kararlılığı sağlarken 15A organokil fiber mukavemeti ve kopma uzaması açısından daha iyi değerler vermiştir.

Janusz ve diğ. (2020) Alev geciktirici olarak ticari bir organofilik montmorillonit Cloisite®15A (C15A) poliester liflerine uygulanmıştır. Çalışmada oksijen indeksini (LOI) ölçülerek PET liflerinin alev geciktirici özelliklerinin geliştirilmesini değerlendirilmiştir. Modifiye edilmiş fiberlerin yakılmasından kaynaklanan uçucu bozunma ürünlerinin toksisitesinde bir artış olmadığını doğrulamak için uygulanmıştır. Nanopowder formunda PET liflere C15A kilinin eklenmesi sınırlı oksijen indeksinin değerini değiştirir ancak değer önemli ölçüde değildir. En yüksek LOI değeri (%24), lif ağırlığına %0,5 C15A eklenen lifte görülmüştür.

Abdalla ve diğ. (2017) Altı farklı değiştirilmiş montmorillonit nanokil içeren poli (etilen tereftalat) (PET) nanokompozitler eriyik birleştirme tekniği ile hazırlanmıştır. Montmorillonit bileşiklerinin elde edilen PET nano-kompozit kumaşların mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. polimerler ilk önce istenilen miktarda montmorillonit ile birleştirildikten sonra filaman kopması meydana geldiğinden dolayı çalışılmadı. Üretilebilir lifler PET polimerine ağırlıkça %4 montmorillonit ile karıştırılmasıyla elde edilmiştir. Bu ipliklerden oluşan kumaş test edildi. Montmorillonit kullanılarak hazırlanan PET nanokompozit kumaşlar normal kumaşlarla kıyaslandığında ve dispers boyar maddeler kullanılarak boyama yapıldığında daha yüksek renk mukavemeti sergilemiştir. İncelenen karboksilik bazlı kazan boyaları, PET nanokompozit kumaşlarda incelenen heterosiklik esaslı kazan boyalarının seçiminden daha yüksek renk mukavemeti değerleri göstermiştir. Dispers boyaların yıkama ve terleme haslığı dereceleri çok iyi ile mükemmel olduğu görülmüştür. Boyanmış tüm kumaşlar mükemmel ışık haslığı göstermiştir.

Teli ve diğ. (2017) Poliester (PET) nanokompozit lifler, PET ve LLDPE uyumlu hale getirildikten sonra organofilik nanokil doğrusal polietilen (LLDPE)in içerisine eklenerek eriyikten karıştırma yöntemi ile masterbatch elde edilmiştir. Daha sonra bu masterbatch PET polimeri içersine beslenerek eriyikten çekim işlemiyle lifler üretilmiştir. Eklenen nanokil miktarının artması ile liflerin hidrofobik özelliğide artar. Bu nano-katının eklenmesi ayrıca nano-kompozit liflerin, nano-katmanda mevcut olan kuaterner amonyum organik yapısının bulunması nedeniyle asit boyaları ile boyanabilirliğinin artması ile sonuçlanmaktadır. Liflerin uzamalarındaki azalma ile birlikte lifin gerilme mukavemetinde hafif bir azalma gözlenir. Ayrıca nanokil ilave edilmesinin filamanları daha sert hale getirdiğini görülmüştür. Kristalleşme sıcaklığının başlangıcı, nanokilin çekirdeklenme etkisi nedeniyle kompozit lifin katkısız PET elyafından daha yüksek sıcaklıkta gerçekleşir.

Özen (2015) Bu çalışmada eriyikten çekim yöntemi ile poli (etilen tereftalat) / organoklay nanokompozit filamentlerin üretilmesi ve morfolojik ve boyama özellikleri araştırılmıştır. Farklı giren ajanlar kullanılarak farklı montmorillonit türleri (Resadiye ve Rockwood) modifiye edilmiş ve ağırlıkça % 0,5 ve % 1 organokil içeren poli (etilen tereftalat) nanokompozit filamentler hazırlanmıştır. Daha sonra filamanlar bir taşıyıcı olmadan / taşıyıcı varlığında farklı sıcaklıklarda (100, 110 ve 120°C) iki dispers boya (Setapers P2PG ve Setapers Blue TFBL-NEW) ile

boyanmıştır. Kil ve yüzey aktif madde tipine bakılmaksızın, sadece çok az miktarda taşıyıcı varlığında 120°C'de boyanmış poli (etilen tereftalat) / organoklay nanokompozit filamentler, saf poli (etilen tereftalat) ile karşılaştırıldığında kayda değer boyanabilirlik gösterdi. Organokil içeren poli (etilen tereftalat) numunelerinin boyanabilirliğinin, artan kristallik derecelerine sahip olmasına rağmen daha iyi olduğu bulunmuştur. Ayrıca, kil içeren örneklerin renk haslığı özellikleri de olumsuz etkilenmemiştir.

Doğan ve diğ. (2012) Çalışmada Çinko bisdietilfosfinat (ZnPi) ve organoklayın poli (etilen tereftalat) (PET) fiberin mekanik, termal ve alev geciktirici özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Liflerin mekanik, termal ve alev geciktirici özellikleri çekme testi, termogravimetrik analiz (TG) ve mikro yanma kalorimetresi (MCC) ile incelendi. PET fiberin gerilme mukavemeti, hem ZnPi hem de organoclay ilavesiyle azalmıştır. MCC sonuçları, organokil ilave edilmesinin, oluşturulan kömürün, kömür miktarına, kalınlığına ve bütünlüğüne bağlı olan ve test sırasında oluşan maksimum ısıyı azaltan bariyer etkisini arttırdığını gösterdi. Bu sonuç, organokilin termal olarak ince numunelerde etkili olduğunu göstermesi açısından da önemlidir.

Özen ve Güneş (2013) Bu çalışmada eriyikten çekim yöntemi ile poli (etilen tereftalat) (PET) / organokil nanokompozit filamentlerin üretilmesini ve fiziksel ve boyama özellikleri araştırılmıştır. İki montmorillonit tipi kil ile birlikte ve PET / organokil (ağırlıkça %85/15) çift vidalı bir ekstrüder kullanılarak masterbatch hazırlandı. Daha sonra, farklı miktarlarda organokil (ağırlıkça %0,5-5) içeren nanokompozit filamentler üretildi ve atmosferik ve yüksek sıcaklıkta boyama koşullarında iki dispers boya ile boyandı. Artan kil konsantrasyonu, mekanik özelliklerin azalmasına yol açtı. Bununla birlikte, PET / organokil nanokompozit filamentler daha fazla boyanabilirlik göstermiştir

Hegde ve diğ. (2013) Doğal nanokil closit Na + katkılı eriyik çekim ile üretilen poli (etilen tereftalat) (PET) lifleri kristalizasyon kinetiği ve morfolojisi açısından incelenmiştir. Nanokompozit PET elyafları arasında,%1 kil içeren numune daha iyi performans göstermiştir. Bununla birlikte kil yapısında aglomeratlar gözlemlenmiştir.. Kırık yüzeylerin enine kesitleri, kırılma noktalarında kil topaklarının varlığını ortaya çıkarmıştır. Nanokil takviyesi, özellikle yüzde birin üzerindeki yüksek seviyelerinde, fiber kesitindeki boşluklar ve aglomeratların artması nedeniyle mekanik özelliklerini

etkilemiştir. Kil katkı maddeleri çekirdekleştirici ajanlar olarak işlev gördü ve toplam kristalizasyon kinetiğini arttırdı. Nanokil katkı maddeleri, hızlandırılmış kristalizasyon kinetiği ile çekirdekleştirici ajanlar olarak işe yaramasına rağmen, topaklanma nedeniyle fiberlerde mekanik özellik iyileştirici etki görülmemiştir. Kil katkılı lifte, mukavemet ve uzama azaldı ve lifte sertleşme görülmüştür.

Gashti ve Moradian (2012) 3 farklı kil belirli oranlarda PET polimeri ile birlikte ekstrüzyon yöntemine göre karıştırılmış ve oluşan nanokompozitlerin boyanabilirlik özelliklerini incelenmiştir. Polyester ile karşılaştırıldığında Polyester/kil nanokompozitlerde küçük kristallerin ortaya çıktığı, karışıma eklenen kil miktarının polimerin yumuşama sıcaklığını azalttığı ve dağınık bir çekirdeklenmeye sebep olduğu anlaşılmıştır.

Mangesh (2012) Polyester (PET) nanokompozit lifler, PET ve LLDPE ile uyumlu hale getirildikten sonra Montmorillonite (MMT) nanokil ile taşıyıcı polimer olarak düşük yoğunluklu polietilen (LLDPE) eklenerek lif çekilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde , ısıl kararlılığın yanı sıra liflere eklenen nanokil miktarı ile artan FR özellik göstermiştir. Fiberin gerilme mukavemeti ile uzama değerlerinde eklenen kil ile birlikte azalma meydana gelmiştir. Filamanlarda sertleşme meydana gelirken boyanabilirlik özellikleri değişmemiştir. Liflere %2 oranına kadar nanokil eklenmesi gerçekleştirilebileceği bu sayede liflerin termal stabilitesinde artacağı görülmüştür.

Evangelos ve diğ. (2011) PET/Silikat nanokompozitlerin oluşturulması ile ilgili olarak yapılan çalışmada, nanokompozit üretiminde değişik yöntemlerin incelendiği (çözücü ile dispersiyon, yerinde polimerizasyon ve ekstrüzyon) ve bu tekniklerden ekstrüzyon tekniğinin en iyi teknik olduğu belirtilmiştir. Nanokompozit üretiminde; silikatın PET içerisinde homojen bir şekilde dağılması, kullanılan yardımcı kimyasalların sıcaklık dayanımlarının yüksek olması ve kil içerisinde bulunan nem miktarının en düşük düzeyde olmasının uygulanan teknik için en optimum şartları sağlaması ve ekstrüzyon için kullanılacak optimum sıcaklığın 250-300°C olması gerektiği belirtilmiştir.

Ghasemi ve diğ. (2011) Ekstrüzyon tekniği kullanarak PET polimeri içerisine farklı oranlarda 3 farklı kil karıştırılmıştır. Nanokompozitlerin yapısal, morfolojik, yüzeysel ve termal özellikleri test edilmiş ve Cloisite 30B kil türünün diğerlerine göre

en homojen dağılıma sahip olduğu anlaşılmıştır. Fosfonyum oranı yüksek killerin daha iyi termal kararlılığa sahip olduğu görülmüştür.

Scaffaro ve diğ. (2011) Yapmış oldukları çalışmalarda iki kil türü ve PET polimerini karıştırılarak nanokompozitler yapılar oluşturulmuş ve kil yoğunluğunun nanokompozitlerin morfolojik, reolojik ve mekanik özelliklerine etkisini incelemişlerdir. Düşük miktarda kil bulunan nanokompozitlerin içerisindeki kilin dağılımı incelendiğinde daha homojen bir yapı görülmüştür..

David ve diğ. (2010) Young modülünde ve poli (etilen tereftalat) (PET) fiberlerindeki mukavemetindeki iyileşmeleri görmek amacıyla düşük konsantrasyonlarda (ağırlıkça < %3) nanokompozit filamentler çekilerek elde edildi. Eriyik çekimden önce, katı hal polimerizasyon, yöntemiyle MMT'nin yol açtığı bozunmaya bağlı olarak hasar almış polimer molekülleri yeniden oluşturmak ve yüksek mukavemetli liflerin üretilmesi için uygun bir seviyeye getirildi. Çekilmiş PET elyafında nominal ağırlıkça %1'lik dimetil-hidrojene dördüncül amonyum yüzeyi modifiye edilmiş MMT eklenmesi young modülünde ve mukavemetinde sırasıyla %28 ve %63 artış göstermiştir.

Parvinzadeh ve diğ. (2009) Çalışmalarında hidrofilik ve hidrofobik iki farklı kil polyester polimeri ile ekstrüzyon tekniği kullanılarak birleştirmişlerdir. Sonuçlar değerlendirildiğinde katkısız nanokompozitlerin yüzeyinin daha az pürüzlü olduğu görülmüştür.

Frounchi ve Dourbash. (2009) Polyester polimeri ve 2 farklı kil türü %1-4 oranlarında karıştırılarak nanokompozit yapılar üretilmiştir. Çalışma sonucunda, %1 oranında kil bulunan nanokompozitlerdeki kil dağılımının daha iyi olduğunun sonucuna varılmıştır. Yapılan çalışmada, nanokompozit yapılar üretmek için kullanılan ekstrüderin hızının (300 ve 600 dev/dak) üretilen ürüne etkisi incelenmiş ve en uygun ekstrüder hızının bu aralık seviyesinde olması gerektiği, bu değerlerin artması veya azalması durumunda polimerde bozunmalar meydana geldiği bu sebeple nanokompozitlerin bazı özelliklerinin azaldığı görülmüştür.

Calcagno ve diğ. (2009) Polyester ve polipropilen polimerleri ve nanokil ekstrüzyon yöntemi kullanılarak nanokompozitler üretilmiştir. Polipropilenin kristalizasyonu başladığında, polyester moleküllerinin dairesel olarak yapı içerisinde

bulunduğu gözlemlenmiştir. Kristalizasyon oranı analiz edildiğinde, polyester polimerinin nanokompozit içerisinde miktar olarak daha az bir değere sahip olduğu görülmüş ve bunun sebebinin kil miktarının çok yüksek olması olarak belirtilmiştir.

Jin (2008) Yapmış olduğu çalışmada Dodesiltriphenil ile üç farklı polyester ile fosfonyum-montmorillonit (C12PPh-MMT) organokillerin, termal özellikleri, mekanik özellikleri ve morfolojileri karşılaştırılmıştır. Matris polimerleri olarak poli (butilen tereftalat) (PBT), poli (etilen tereftalat) (PET) ve poli (trimetilen tereftalat) (PTT) kullanılmıştır. Polyester polimerinin özelliklerini geliştirmek için az miktarda C12PPh-MMT'nin yeterli olduğunu görülmüştür. Hibrit fiberlerin termal stabilitesinin saf polyester fiberlerin termal stabilitesinden daha iyi olduğu ve (ağırlıkça %1-4) organokil ilavesi ile arttığı görülmüştür. Bununla birlikte kil katkıların polyesterin gerilme mukavemetini artırdığı gözlemlenmiştir.

Litchfield ve diğ. (2008) Yapılan çalışmada polyester ipliklerinin üretimi sırasında modül ve çekme mukavemetinin artışı için nanokilin etkisini incelemiştir. Nanokil eklenmesiyle lif üretim sıcaklığının 85°C'den daha yüksek sıcaklıklara ulaşması, çekme mukavemetinin değişmediği anlaşılmıştır. Sonuç olarak, nanokil oranının artması oryantasyonun olumsuz yönde etkilemiştir.

Kim (2007) İnsitu polimerizasyon, ekstrüzyon tekniği kullanarak, 4 farklı viskozite değerine sahip polyester polimeri ile 3 farklı kil karıştırılarak polyester/kil nanokompozit oluşturulmuştur. Yapılan çalışmada, nanokompozitlerin katkısız polyestere göre sıcaklık dayanımının daha düşük olduğu görülmüştür. Molekül ağırlığındaki azalmanın ekstrüder içerisindeki bozunmalarla alakalı olduğu fikrine varılmıştır.

Bizarria ve diğ. (2007) Çalışmalarında ekstrüzyon tekniği kullanılarak geri dönüştürülmüş polyester/kil nanokompozit üretilmiştir. Sonuçlar değerlendirildiğinde, kil katkısının modülü arttığı ve termal özellikleri incelendiğinde ise herhangi bir değişikliğe sebep olmadığı görülmüştür. Mekanik özellikler incelendiğinde , nanokompozitlerin mukavemet ve elastik modülünün geridönüştürülmüş polyestere göre daha iyi olduğu ve ekstrüzyon prosesinden sonra viskozitenin %50 oranında azaldığı belirlenmiştir.

Guo-Hu ve diğ. (2005) Yapmış olduğu çalışmada, Yerinde polikondensasyon ile, montmorillonit (MMT) suda çözünür bir polimer ile muamele edildikten sonra poli (etilen tereftalat) / organomontmorillonit nanokompozit hazırlanmıştır. Bu nanokompozit yapı eriyikten çekim yoluyla lif olarak üretilmiştir. Nanokompozit lifler içinde dağılmış MMT'nin katmanlar arası mesafesi, eriyik çekim sırasında kuvvetli kesme gerilimi nedeniyle daha da artmıştır. DSC test sonuçlarına göre MMT'nin dahil edilmesinin poli (etilen tereftalat) (PET) kristalleşmesini hızlandırdığını, ancak çekilen liflerin kristalliğinin düzgün PET çekilmiş liflerinkine kıyasla biraz arttığı görülmüştür. Ayrıca saf PET çekilmiş elyaflarla karşılaştırıldığında gerilme mukavemeti ve uzama değerleri %5 artmıştır. Bununla birlikte nanokompozit liflerin termal kararlılığında artmıştır.

Barber ve diğ. (2005) Çalışmalarında ekstrüzyon tekniği kullanarak polyester-organo kil nanokompozit yapılar üretilmiştir. Kil partiküllerinin polyester içerisinde rastgele dağılımı mekanik özelliklerde ve kristalizasyon özelliklerinde olumlu anlamda sonuçları artırdığı görülmüştür. Sonuç olarak polyester/organik kil nanokompozitlerin katkısız polyesterle kıyaslanmasına bakıldığında daha yüksek çekme modülüne sahip olduğu anlaşılmıştır.

Wang ve diğ. (2006) Polyester/kil nanokompozitler ekstrüzyon yöntemi kullanılarak üretilmiştir. Bu nanokompozitlerin termal stabilitesi, kristalizasyon davranışı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Nanokompozit içerisindeki en iyi kil dağılımı %1 oranıyla sağlanmıştır. Kil miktarı %3'ü geçtiğinde, mukavemet, darbe dayanımı ve kopma uzamasının azaldığı ve katkısız polyestere göre değerlerin daha kötü olduğu anlaşılmıştır. Mekanik test sonuçlarına göre polyester/kil nanokompozitlerin katkısız polyestere göre çekme mukavemetinin %25 oranında arttığı görülmüştür.

Xiao ve diğ. (2005) Çalışmalarında %2,5 kil içeren polyester/kil nanokompozitleri üretildikten sonra yapılan analizlerde termal kararlılığın arttığı görülmüştür. Bu sonuçla, yüksek oryantasyon ve kristalizasyon oranının sağlandığı görülmüştür.

Pegoretti ve diğ. (2004) Yaptıkları çalışmada geri dönüştürülmüş polyester polimeri ile slika kili (%1,3 ve 5) oranlarında karıştırılarak nanokompozitler üretilmiştir. Yüzey analizleri incelendiğinde sodyum içeren kil diğerlerine göre daha

homojen bir dağılım sergilemiştir. Farklı killerden oluşan kompozitlerin boyut kararlılığında olumlu sonuçlar gösterdiği ve kil eklenmesinin gerilmede bir düşüş göstermediği sonucuna varılmıştır.

Zhou ve diğ. (2003) Yapılan çalışmada çözeltide karıştırma yöntemi kullanılarak polyester/kil nanokompozitleri üretmişlerdir. Çalışmada 4 farklı kil içeriğine sahip (%1, 5, 10 ve 15) nanokompozitler üretilmiştir. DSC sonuçlarına göre, kil eklenmesinin polyesterin kristalinite oranını arttırdığı sonucuna varılmıştır. Yapılan çalışmada kil içeren tüm nanokompozitlerin işlem görmemiş polyestere göre daha iyi bir termal kararlılığa sahip olduğu anlaşılmıştır.

2.11.2 Bor Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Xie ve diğ. (2015) Yapılan çalışmada gaz mebranı olarak kullanılmak istenen ekstrüzyon yöntemi ile boron nitrid/polyester nanokompozitlerinin üretimi gerçekleştirilip sonuçlar değerlendirilmiştir. Homojen bir yapı elde etmek için toz halindeki boron nitrid (N-methyl-pyrrolidone) çözücüsü ile karıştırılmış ve sonrasında çözücü uzaklaştırılmıştır. Bir mebran üretildikten sonra oksijen geçirgenliği analiz edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde mebranın %42 oranında oksijen geçirgenliğini azalttığı, boron nitrid oranı %70'e çıkartıldığında geçirgenlikte %70 oranında azalma meydana geldiği belirlenmiştir.

Demirel ve diğ. (2009) Yaptıkları çalışmada polyester kompozitlerin güç tutuşurluk özelliklerini artırmak amacı ile çinko borat ve borik asit eklenmiştir. Çalışmada, borik asidin cam liflerinden daha yanmaz bir lif olduğu belirlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, borik asitin polyester bileşiği üzerinde güç tutuşur bir etki gösterdiği görülmüştür. Borik asit oranındaki artış mekanik özelliklerde olumsuz etki göstermiştir.

Kalın (2008) Yaptığı çalışmada, Alfa-x adlı güç tutuşur kimyasala borlu bileşikler ekleyerek kumaş yapıların yanmazlık özelliklerinin artırılmasını iyileştirilmesi düşünülmüştür. Bu çalışma için, borlu bileşiklerden borik asit, boraks ve çinko borat (%50) olacak şekilde üç farklı oranda (%5, 7,5 ve 10) eklenerek çözeltiler oluşturulmuştur. Sonuçlar değerlendirildiğinde, borlu bileşiklerin kumaşın yanmazlık özelliğini arttırdığı sonucuna varılmıştır.

2.11.3 Zeolit Esaslı Nanokompozitler İle İlgili Yapılan Çalışmalar

Lv ve diğ. (2011) Yapılan çalışmada, poliüretan/zeolit katkılı kompozit hazırlanmıştır ve zeolit içeren kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Polüretan/zeolit kompozitlerin mekanik özelliklerinin katkısız polüretana göre daha iyi olduğu ve solventlere karşı etkisinin arttığı sonucuna varılmıştır.

Ciobanu ve diğ. (2007) Yapılan çalışmada, polüretan filmlerin oluşturulması için zeolit SAPO5 nanokristallerin kullanımına odaklanılmışlardır. Poliüretan içine SAPO-5 zeolit nanokristalleri eklenmiş ve zeolit katkılı filmler elde edilmiştir. Yapılan çalışmada, zeolit homojen dağıldığı görülmüş ve sayede filmlerin gaz veya sıvı ayrıştırılmasında kullanılabilceği sonucuna varılmıştır.

Shin ve diğ. (2007) Yerinde polimerizasyon tekniği kullanılarak polyester/zeolit nanokompozitlerin oluşturulması ve bazı mekanik, termal ve yapısal özelliklerinin belirlenmesi üzerine çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmada, kristal oluşumunun meydana geldiği, nanokompozitteki zeolit miktarının artması ile kristal büyümesinin arttığı belirlenmiştir. Sonuç olarak, polyester moleküllerinin zeolit yapısına dahil olarak amorf bölge miktarının artmasına sebep olduğu gözlemlenmiştir.

Kim ve diğ. (2006) Yaptıkları çalışmada, gözenekli zeolit polimer ve stearik asit ile yüzey oluşturulmuş, düşük yoğunluklu polietilen, daha düşük yoğunluklu polietilen ve yüksek yoğunluklu polietilen/zeolit polimer kompozit yüzeyler oluşturulmuştur. Ara yüzey oluşturucu madde olarak stearik asit kullanılmış ve nanokompozitlerin mekanik, termal, morfolojik ve reolojik özellikleri araştırılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde, yüzey oluşturulmuş zeolit kompozitlerin yüzey oluşturmamış olanlara göre daha yüksek darbe mukavemeti oluşturduğu gözlemlenmiştir.

2.11.4 Titanyumdioksit

Shima ve diğ. (2014) Bu çalışmada, titanyum dioksit parçacıklarının (TiO₂ mikro ve nano) Naylon 6 bazlı multifilament ipliklerin fiziksel ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Mikro titanyum dioksit eklenmesinin naylon fiber

yüzeyinde ciddi agregasyona neden olduğu bulunmuştur. Aksine, nano-partiküllerin çok filamanlı ipliklerin içersinde aglomerasyonu daha az olmuştur. TiO₂ partiküllerini (0.03, 0.33, 0.5 ve 0.7) iki farklı boyutta (nano ve mikro ölçekli) Naylon 6 ile karıştırmak suretiyle eriyik eğirme yoluyla hazırlanmıştır. Mekanik özelliklerin analizinde TiO₂ partiküllerinin mukavemeti arttırdığını ancak Naylon 6 bazlı multifilament ipliklerin kopma uzamasını azaldığı görülmüştür.

Shiripan ve diğ (2017) Bu çalışmada PET ipliklerin TiO₂ partikül takviyelerinden sonra mekanik özellikler termal özellikler ve kendi kendini temizleme özellikleri üzerindeki etkilerini araştırılmıştır. Sonuçlar hibrid TiO₂ / PET kompozit fiberlerinin gerilme mukavemetinin polimer matrisindeki artan TiO₂ içeriği ile azaldığını görülmüştür. Kompozit fiberlerdeki TiO₂ içeriği, fiberlerin termal özellikleri üzerinde hiçbir etkiye sahip değildir. Kompozit liflerin fotokatalitik özellikleri kendi kendini temizleme özellikleri PET elyafta hibrid TiO₂ içeriğinin varlığı, UV-A radyasyonu altında kendi kendini temizleme özelliklerinin iyileşmesini önemli ölçüde geliştirilmiştir.

Erdem ve diğ. (2010) Bu çalışmada, nano-TiO₂ partiküllerinin polipropilen (PP) tekstil filamentlerinin UV koruyucu ve yapısal özellikleri üzerindeki etkilerini araştırıldı. PP / TiO₂ nanoparçacıklarının ana partileri hazırlandı %0,3, 1 ve % 3 TiO₂ nanoparçacıklarını içeren filamanlar, bir pilot erime eğirme makinesinde lif olarak üretilmiştir. UV koruması faktörünün UV koruyucu özelliklerini değerlendirilmiştir. Sonuç olarak nano-kompozit filamanların yapısı ve mekanik özellikleri nano-TiO₂ ilavesinden biraz etkilenmiş olsa da, nano-TiO₂ ile işleminden sonra PP filamanların UV-koruyucu özellikleri mükemmel seviyeye gelmiştir TiO₂ içeren tüm filamanlar için UPF değerleri 50'yi aşmıştır.

Batur ve Akyıldız (2021) Bu çalışmada eğirme esnasında katkılanan TiO₂ miktarına bağlı olarak, polietilen tereftalat liflerde (PET) kendi kendini temizleme özelliği incelenmiştir. Lifler eğirildikten sonra dokunarak siyah çay, kahve, vişne suyu ve ketçap ile lekelenmiştir. Ardından numune kumaşlar gün ışığı ve Xenon lamba gibi farklı ışık koşullarına maruz bırakılarak lekelerin zamanla giderimi incelenmiştir. Ayrıca, üretilen katkılı liflerin mekanik performansı katkısız lifler ile kıyaslanmış ve morfolojileri, optik ve taramalı elektron mikroskopları (SEM) ile analiz edilmiştir. Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) kullanılarak liflerin kristallenme

davranışlarında farklılık olup olmadığı analiz edilmiştir. Yapılan çalışma neticesinde; liflerin mekanik özelliklerinde ve kristallenme davranışlarında çalışılan katkılama oranı aralığına göre, büyük değişimler olmadan fotokatalitik etki sayesinde kumaşa kendi kendini temizleme özelliği kazandırılabilceği tespit edilmiştir.

3. MATERYAL VE METOT

3.1 Materyal

3.1.1 Zeolit

Çalışmada kullanılan nano toz formundaki zeolit malzemesi Nanokar firmasından temin edilmiştir (Şekil 3.1). Nano toz formundaki zeolit malzemesi 38nm boyutlarında ve %99,9 saflıktadır. İplik üretimi sırasında katkı maddesi olarak kullanılması planlanmıştır. Malzemenin kimyasal ve fiziksel özellikleri Tablo 3.1’de verilmektedir.



Şekil 3.1: Nano zeolit

Tablo 3.1: Nano zeolit fiziksel ve kimyasal özellikleri

Özellik	Birim	Değer
Beyazlık	%	>96
Nem	%	20-22
Ph	-	<11
Erime Sıcaklığı	°C	>850
Yoğunluk	g/ml	0,38-0,45
AL ₂ SO ₃	%	28-30
SiO ₂	%	31-34
Na ₂ O	%	17-19
Tanecik Boyutu	nm	38-40

3.1.2 PET Chips

Çalışmada kullanılan PET cipsleri (Şekil 3.2) İndorama (Endonezya) firmasının polietilen teraftalat polimerinden ticari olarak ürettiği üründür. PET cipslerinin bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 3.2’de verilmektedir.



Şekil 3.2: PET cipsleri

Tablo 3.2: PET chips fiziksel ve kimyasal özellikleri

Analiz	Birim	Ortalama Değer
İntrinsik Viskozitesi	dl/g	0,635±0,010
Karboksil Uç Grupları	meg/kg	25-45
Dietilglükol	%	1,20±0,10
Kül	%	0,29±0,29
Titanyumdioksit	%	0,27±0,27
Chips	gr/adet	28±3

3.1.3 PBT Chips

Çalışmada kullanılan PBT cipsleri (Şekil 3.3) Sasa Polyester firmasının üretmiş olduğu ADVANITE markalı ürünüdür. PBT cipsleri, zeolit malzemesinin PET polimerine katılması için masterbatch üretim aşamasında taşıyıcı polimer olarak kullanılmıştır. PBT cipslerinin bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri Tablo 3.3'de verilmektedir.



Şekil 3.3: PBT cipsleri

Tablo 3.3: PBT chips fiziksel ve kimyasal özellikleri

Analiz	Birim	Ortalama Değer
İntrinsik Viskozitesi	dl/g	0,880±0,020
Karboksil Uç Grupları	meg/kg	75
Nem	%	0,10
Titanyumdioksit	ppm	160
Chips	gr/adet	25±2

3.2 Metot

3.2.1 Nano Zeolit Tozunun Karakterizasyonu

Çalışmada kullanılacak nanozeolit malzemesi için bazı karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilerek doğrulama yapılmıştır.

3.2.1.1 DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre) Analizi

Üretilen zeolit katkılı PBT masterbatch granüllerinin termal özelliklerini kıyaslamak üzere Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş firmasındaki cihazında (Şekil 3.4) ISO 11357-7 standardı kullanılarak DSC termogramları alınmıştır.



Şekil 3.4: Hitachi 7020 DSC cihazı

3.2.1.2 FT-IR (Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektrometresi) Analizi

Zeolit tozunun bağ yapısını kontrol etmek ve doğrulamak amacıyla BUTEKOM A.Ş firmasının laboratuvarında bulunan Shimadzu IRTracer-100 (Şekil 3.5) model FT-IR spektroskopisi yöntemiyle Infrared (IR) spektrumları alınmıştır.



Şekil 3.5: Shimadzu IRTracer-100

3.2.2 Masterbatch Üretimi

Poliester iplik içerisine katılmak istenen nano toz zeolitin polimer içerisindeki dağılımının homojen olması için, nano zeolit malzemesi masterbatch yöntemi ile granül haline getirilmiştir. 250 gr nano zeolit tozu kullanılarak masterbatch üretimi gerçekleştirilmiştir. Taşıyıcı polimer olarak polibutilen tereftalat (PBT) kullanılmıştır. Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş firmasında bulunan çift vidalı Gülnar marka ekstrüder kullanılarak (Şekil 3.6) %10 oranında nano zeolit tozu ve %90 oranında PBT polimeri içeren masterbatch granülleri elde edilmiştir (Şekil 3.7). Masterbatch granülü üretimi 270 °C sıcaklıkta, 4 bar kafa basıncı ve 90 dev/dk vida devir hızı ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.6: Gülnar markalı çift vidalı ekstrüder



Şekil 3.7: Zeolit katkılı masterbatch

3.2.3 Masterbatch Karakterizasyonu

Nano zeolit katkılı PBT masterbatch granüllerinin karakterizasyonuna yönelik SEM görüntüleri ve DSC, TGA,FTIR ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

3.2.3.1 DSC Analizi

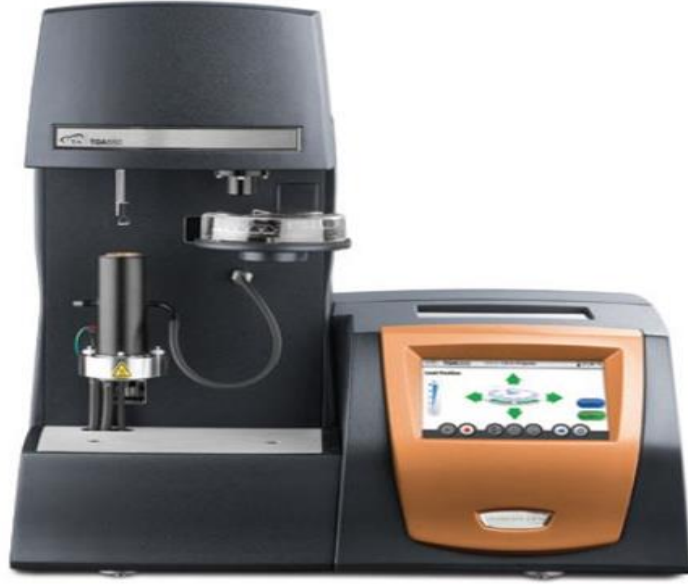
Üretilen %10 zeolit katkılı PBT masterbatch granüllerinin termal özelliklerini kıyaslamak üzere Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş firmasındaki HITACHI 7020 cihazında (Şekil 3.8) ISO 11357-7 standardı kullanılarak DSC termogramları alınmıştır.



Şekil 3.8: Hitachi 7020 DSC cihazı

3.2.3.2 TGA (Termogravimetrik Analiz) Analizi

%10 zeolit katkılı PBT polimeri içeren masterbatch granülü için gerçekleştirilen TGA çalışması BUTEKOM A.Ş firmasında bulunan TA Instruments firmasının TGA 550 cihazı(Şekil 3.9) ile ISO 11358 standardı kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 3.9: TA Instruments TGA 550

3.2.3.3 SEM (Taramalı Elektron Mikroskop) Görüntüleme

Üretilen %10 zeolit katkılı masterbatch granüllerinden hem yüzeyden hem de kesit alınarak, BUTEKOM A.Ş. firmasının laboratuvarında bulunan Hitachi TM330Plus model SEM cihazında (Şekil 3.10) görüntüleme yapılmıştır. Elde edilen görüntüler ile masterbatch granülleri içerisindeki zeolit tozlarının varlığı ve dağılımı saptanmaya çalışılmıştır



Şekil 3.10: Hitachi TM330 Plus

3.2.3.4 FT-IR Analizi

Üretilen %10 zeolit katkılı masterbatch granüllerinin içersindeki zeolit tozunun yapısında meydana gelen deęişimleri tayin etmek için BUTEKOM A.Ş firmasının laboratuvarında bulunan Shimadzu IRTracer-100 (Şekil 3.11) model FTIR spektroskopisi yöntemiyle Infrared (IR) spektrumları alınmıştır.



Şekil 3.11: Shimadzu IRTracer-100

3.3 Poliester Cipsten POY (Yarı Oryante) İplik Üretimi

Bu süreçte %10 oranında masterbatch haline getirilmiş zeolit malzemesi, PET (Polietilen tereftalat) polimeri ile karıştırılarak zeolit içeren ortalama 290dtex 48 filaman yarı oryante (POY) poliester iplięi üretilmiştir. Bu amaçla Barmag markalı endüstriyel eriyik çekim iplik üretim makinesi (Şekil3.13) kullanılmıştır. PET polimerine K-Tron markalı gravimetrik dozlama sistemi (Şekil 3.12) kullanılarak %5 ve %10 oranında zeolit içeren masterbatch ilave edildi.

Bu sayede %0,5 ve %1 oranında zeolit içeren PET iplik elde edilmesi hedeflenmiştir. Ayrıca zeolit katkılı PET POY ipliklerle kıyaslamak amacıyla katkısız olarak PET POY iplik üretilmiştir.

Üretilen iplikleri ayırt etmek amacı ile aşağıdaki gibi kodlama gerçekleştirilmiştir;

- ❖ Katkısız PET POY
- ❖ %0,5 Zeolit katkılı PET POY
- ❖ %1 Zeolit katkılı PET POY

Tüm iplik üretimleri aynı şartlarda gerçekleştirilmiştir. İplik üretim parametreleri Tablo 3.4’de verilmiştir.

Tablo 3.4: POY iplik üretim parametreleri

Parametre	Değer
Ekstrüder 1. bölge	280°C
Ekstrüder 2. bölge	280°C
Ekstrüder 3. bölge	280°C
Difil	280°C
Winder hızı	2600m/dk
Godet 1 hız	2500m/dk
Godet 2 hız	2610m/dk
Melt pompa hızı	20,5hz
Yağ pompa hızı	66hz
Lif kesiti	Yuvarlak



Şekil 3.12: K-Tron gravimetrik dozajlama



Şekil 3.13: Barmag iplik üretim makinası

Üretilen POY iplik numuneleri aşağıdaki gibi kodlanmıştır ;

- ❖ Katkısız PET POY
- ❖ %0,5 Zeolit katkılı PET POY
- ❖ %1 Zeolit katkılı PET POY

3.3.1 Poliester POY İpliğe Uygulanan Testler

3.3.1.1 Fiziksel Testler

PET POY iplik üzerinde uygulanan numara, % yağ miktarı, mukavemet, düzgünlük testleri Polyteks Tekstil Sanayi Araştırma ve Eğitim A.Ş fiziksel test laboratuvarında yapılmıştır. Numuneler, standart atmosfer şartlarında ($20\pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklık ve $\%65\pm 4$ bağıl nem) en az 24 saat süreyle kondüsyonlandıktan sonra test işlemleri uygulanmıştır. Yapılan testlerin standartları ve cihaz bilgileri Tablo 3.5’de verilmektedir

Tablo 3.5: Test standartları ve kullanılan cihaz bilgileri

İplik Testleri	Kullanılan Method/Cihaz	Kullanılan Standart
İplik numarası tayini	Çile metodu/İplik çıkırığı	ISO 2060
Kopma uzaması tayini	Statimat/Statimat ME+	DIN EN ISO 2062
Kopma mukavemeti tayini	Statimat/Statimat ME+	DIN EN ISO 2062
Yağ oranı	NMR/Oxford	-----
Düzensüzlük tayini	Evennes Tester 80	DIN 53817-1

3.3.1.1.1 İplik Numarası Tayini

Standarda uygun uzunlukta numune iplik çıkırığa sarılır (Şekil 3.14). Her bir tur 1 metreye karşılık gelir. Bobinden alınan iplik çıkırık üzerindeki kanaldan geçirilir ve cihaz çalıştırılır. Cihaz 100 tura ayarlı olduğundan 100 metre iplik sarılmıştır.



Şekil 3.14: İplik çıkırığı

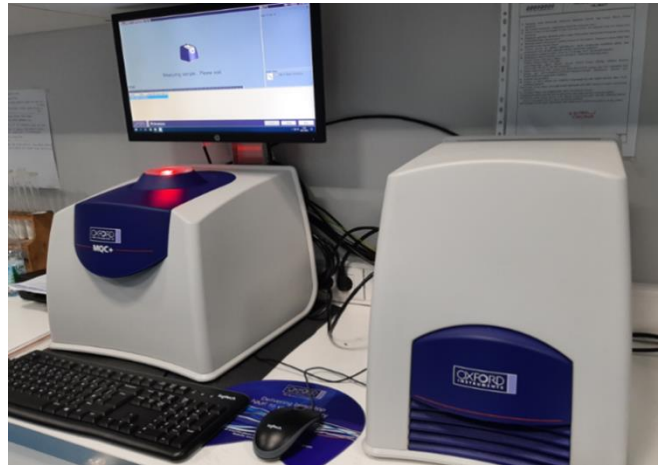
Numara çıkırığında 100 metre uzunlukta sarılan ipliklerin ağırlık ölçümü hassas terazide yapılmıştır(Şekil 3.15). Terazi kapalı cam bölme, kefe ve ayar bölümlerinden oluşmaktadır. Ölçümden önce sayaç sıfırlanır. Numuneler terazinin kefesine taşmayacak şekilde yerleştirilir. Dış etkilerden korumak için cam bölme kapatılır.



Şekil 3.15: Hassas terazi

3.3.1.1.2 Yağ Oranı Tayini

İpliğin üretimi veya daha sonraki işlemler sırasında verilen % yağ miktarı Oxford MQC+ cihazında tayin edilmiştir (Şekil 3.16). Test yapılan cihazın içi 40 °C' dir. Kullanılan test tüpleri de etüvde sabit 40 °C sıcaklıkta bekletilmiştir. Etüvden alınan tüpün içerisine yağ analizi yapılacak iplik, teflon parça ve sopası yardımıyla yerleştirilmiş, cihazın orta bölümündeki haznesine konulmuştur. Bilgisayar programından kullanılan yağın adı seçilerek % yağ miktarı tayin edilmiştir. Her numune için 10 tane ölçüm alınmıştır.



Şekil 3.16: Oxford MQC+ yağ cihazı

3.3.1.1.3 Düzgünsüzlük Tayini

İplik düzgünsüzlük ölçümleri Evennes Tester 80 cihazında yapılmıştır(Şekil 3.17). Testte DIN 53817-1 standardı kullanılmıştır. Dakikada 100 metre iplik sağılmaktadır. Her numuneden 5 adet ölçüm alınmıştır.



Şekil 3.17: Evennes Tester 80

3.3.1.1.4 Kopma Uzaması ve Kopma Mukavemeti Tayini

İplik numunelerinin kopma uzama ve mukavemet ölçümleri, DIN EN ISO 2062 standardına göre Statimat ME+ test cihazında yapılmıştır (Şekil 3.18). POY ipliklerde, kıskaçlar arasındaki mesafe 200 mm +/- 1 mm, test hızı 1500 mm/dk, ön gerilim 0,05 g/dtex olacak şekilde ayarlanmıştır. Ölçümler her bir iplik için 5 kez tekrarlanmıştır.



Şekil 3.18: Statimat ME+

3.3.1.1.5 Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometre Analizi

İplik içerisindeki zeolit tayinini ve miktarını tespit edebilmek amacıyla SETAŞ A.Ş. firmasındaki Shimadzu EDX-7000 spektrometresi ile ölçümler gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.19).



Şekil 3.19: Shimadzu EDX-7000

3.3.1.1.6 XRD (X-Işını Kırınım Yöntemi) Analizi

Çalışmasında, zeolit nano partiküllerin PET polimeri içerisindeki dispersiyonu hakkında bilgi almak amacıyla nanokompozit yapıların iç değişimleri Xışını kırınım yöntemi (XRD) kullanılarak analiz edilmiştir. Şekil 3.20’de Bruker D8 Advance Model XRD test cihazı gösterilmiştir.



Şekil 3.20: Bruker D8 Advance Model XRD test cihazı

3.4 Poliester Yalancı Büküm Tekstüre İplik Üretimi

290 dtex 48 filament POY iplikler kullanılarak gerçekleştirilen tekstüre işlemi sonucunda yapılarak 167 dtex 48 yalancı büküm çekimli tekstüre iplikler (DTY) elde edilmiştir. Tekstüre işlemi, Barmag yalancı büküm tekstüre makinesinde Tablo 3.6 da verilen üretim parametreleriyle gerçekleştirilmiştir.

Tekstüre ipliklerin kodlaması şu şekilde yapılmıştır;

Katkısız PET Tekstüre

%0,5 Zeolit katkılı PET Tekstüre

%1 Zeolit katkılı PET Tekstüre

Üretilen iplikler aynı şartlarda tekstüre edilmiştir (Tablo 3.6).

Tablo 3.6: Tekstüre iplik üretim parametreleri

Parametre	Değer
Hız (m/dk)	600
Çekim	1,68
D/Y	1,90
T1(°C)	190
T2(°C)	180
Disk Kombinasyonu	1-6-1
Disk Tipi	9mm Seramik
Jet Tipi	P204
Basınç(bar)	3,5

3.4.1 Poliester Tekstüre İpliğe Uygulanan Testler

3.4.1.1 Fiziksel Testler

Poliester POY ipliğe uygulanan tüm fiziksel testler poliester tekstüre ipliklere de uygulanmıştır. Bu testlerin haricinde poliester tekstüre ipliklere sadece kaynama çekme testi uygulanmıştır.

3.4.1.1.1 Kaynama Çekme Testi

İplik numunelerinin kaynama çekme test ölçümleri, DIN EN 14621 standardına göre Texturmat test cihazında yapılmıştır. Ölçüm yapabilmek için iplikler çıkırıktaki çile haline getirilmiştir. Çile magazin aparatına yerleştirildikten sonra, her iplik çilesinin ucuna 2 cN/tex kuvvet uygulanır ve ilk uzunluk boyu (L₀) ölçülür. Ardından fırında 190°C’de 5 dk bekletilir. Fırından çıkarılır ve başlangıçtaki 2 cN/tex ağırlığı ile kuvvet tekrar uygulanarak son boyları (L_g) ölçülür. İlk uzunluktan, kaynama çekme sonrası ölçülen uzunluk çıkarılır ve ilk uzunluğa bölünerek kaynama çekme değeri bulunmuştur. Kaynama-çekme testi Texturmat Me cihazında yapılmıştır(Şekil 3.21). Testler 5 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 3.21: Texturmat Me kaynama çekme cihazı

3.5 Kumaş Üretimi

Bu aşamada, poliester tekstüre edilmiş zeolit katkılı iplikler ve referans poliester tekstüre iplik kullanılarak aynı parametrede her 3 kumaş için atkı ve çözgü iplikleri aynı olacak şekilde bez ayağı örgüsünde 3 farklı kumaş dokuma işlemi gerçekleştirilmiştir (Tablo 3.7).

Dokuma yapılan kumaşlar aşağıdaki gibi kodlanmıştır;

Katkısız PET Kumaş

%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş

%1 Zeolit katkılı PET Kumaş

Kumaş üretimi Divlit dokuma firmasındaki Picanol Gammax kancalı dokuma makinasında 350 m/dk hızında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.22).



Şekil 3.22: Picanol Gammax

Tablo 3.7: Dokuma kumaş kontraksiyon ve parametreleri

Kumaş Parametreleri	Katkısız PET Kumaş	%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş	%1 Zeolit katkılı PET Kumaş
Atkı sıklığı (iplik/cm)	30	30	30
Çözgü Sıklığı (iplik/cm)	34	34	34
Örgü Raporu	Bez Ayağı	Bez Ayağı	Bez Ayağı

3.5.1 Kumaşlara Uygulanan Testler

3.5.1.1 Limit Oksijen İndeksi (LOI) Tayini

Üretilmiş olan zeolit katkılı iplikler ve referans kumaş numunelerine güç tutuşurluk testleri, BUTEKOM A.Ş Merkezinde yaptırılmıştır. Testler TS 11162-2EN ISO 4589-2:2001 standardına göre LOI ölçüm cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.23). Test beş tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Güç tutuşurluk test sonuçları delik boyutlarına veya yanma süresine göre değerlendirilmektedir. Referans kumaş ve zeolit katkılı kumaşlarda yanma gerçekleşmediğinden sadece delik boyutları değerlendirilmiş ve yanma alanı hesaplanmıştır.



Şekil 3.23: LOI ölçüm cihazı

3.5.1.2 Isıl İletkenlik Testi

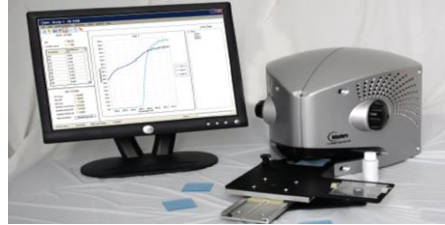
Üretilmiş kumaşlar için ısı iletkenliği testleri, Ege Üniversitesi Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezinde Alambeta test cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.24) . Alambeta test cihazında ölçüm kararlı ve geçici durumda hızlı bir şekilde yapılmaktadır. Kumaşın alt ve üst yüzeyi arasında meydana ısı akısı sonucunda oluşan sıcaklık farkı ölçülmektedir. Isı iletkenliği, ısı emilimi, ısı direnci ve kumaş kalınlığı 200 Pa basınç altında belirlenmektedir. Test her üç numuneye üç tekrarlı olarak uygulanmıştır.



Şekil 3.24: Alambeta test cihazı

3.5.1.3 UV Geçirgenlik ve Koruma Faktörü

Üretilmiş kumaşlar için UV geçirgenlik ve koruma faktörü testleri, Ege Üniversitesi Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezinde Labsphere UV 2000F test cihazında gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.25). Labsphere UV 2000f test cihazında AS/NZN 4399:1996 standardına göre ölçümler gerçekleştirilmiştir. Test her üç numuneye dört tekrarlı olarak uygulanmıştır.



Şekil 3.25: Labsphere UV 2000f

3.5.1.4 Ses Yutum Katsayısı Ölçüm Testi

Hazırlanan tüm bu örneklerin ses yutma katsayısı ölçümleri BUTEKOM A.Ş Merkezinde Brüel & Kjaer 4206 iki mikrofona sahip akustik empedans tüpü (Şekil 3.26) vasıtasıyla 0-6400 Hertz frekans aralığında ISO 10534-2'e uygun olarak yapılmıştır.



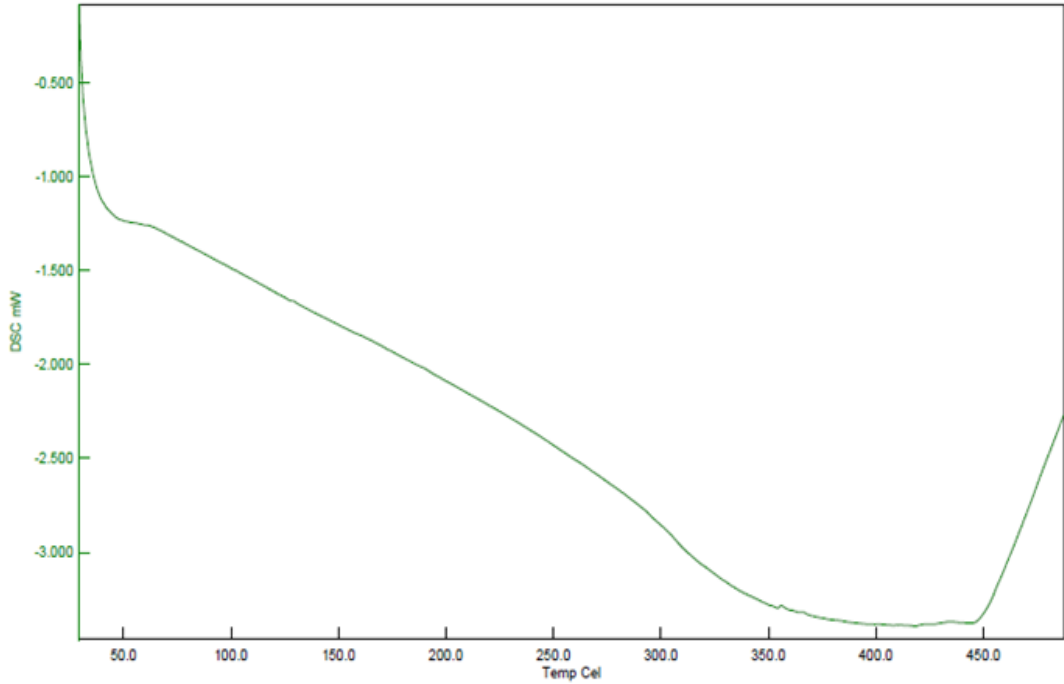
Şekil 3.26: Brüel & Kjaer 4206 iki mikrofonlu akustik empedans tüpü

4. BULGULAR

4.1 Nano Zeolit Malzemesinin Analiz Sonuçları

4.1.1 DSC Analiz Sonuçları

Termal özelliklerini incelemek amacıyla Hitachi 7020 DSC cihazında 30-450°C aralığında 10°C/dk ısıtma-soğutma hızında analizi yapılmıştır. Nano zeolit malzemesine ait termogram aşağıda gösterilmiştir (Şekil 4.1).



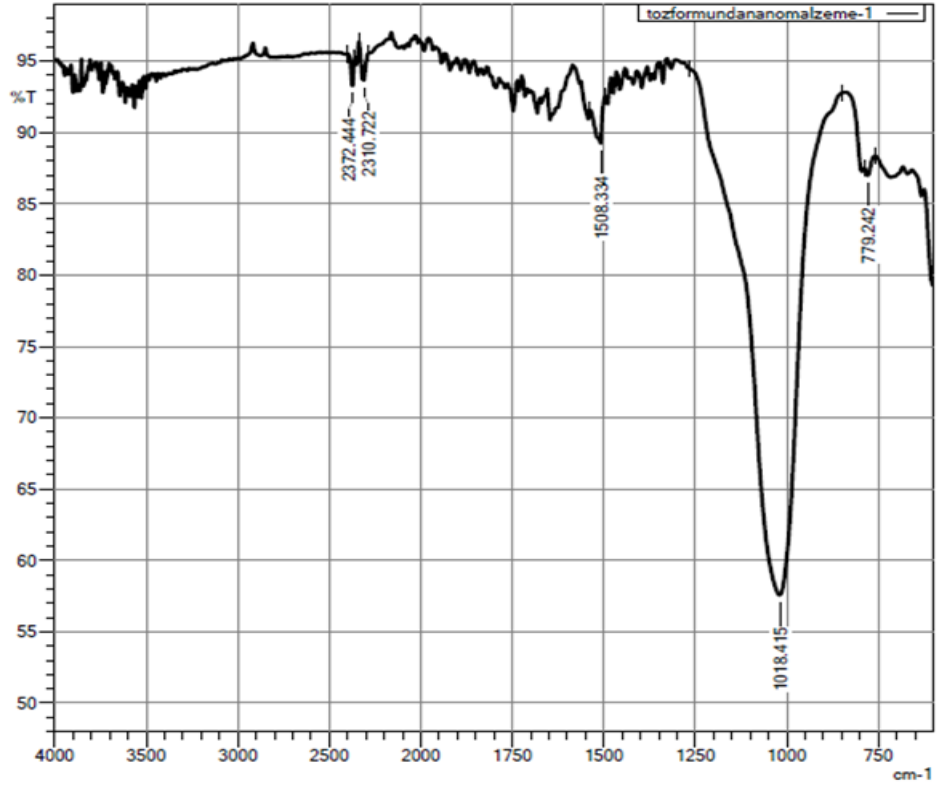
Şekil 4.1: Nano zeolit DSC termogramı

Zeolit yüksek erime sıcaklığına sahip gözenekli üç boyutlu kristal yapıya sahip inorganik bir maddedir (Woodford 2021).

Erime sıcaklığı 1000 °C nin üzerindedir. Bu sebeple DSC analizi incelendiğinde camsı geçiş ve erime noktasına ait endotermik bir pik gözlenmemiştir.

4.1.2 FTIR Analiz Sonuçları

Nano zeolit malzemesine ait IR spektrumu Şekil 4.2`de verilmiştir.



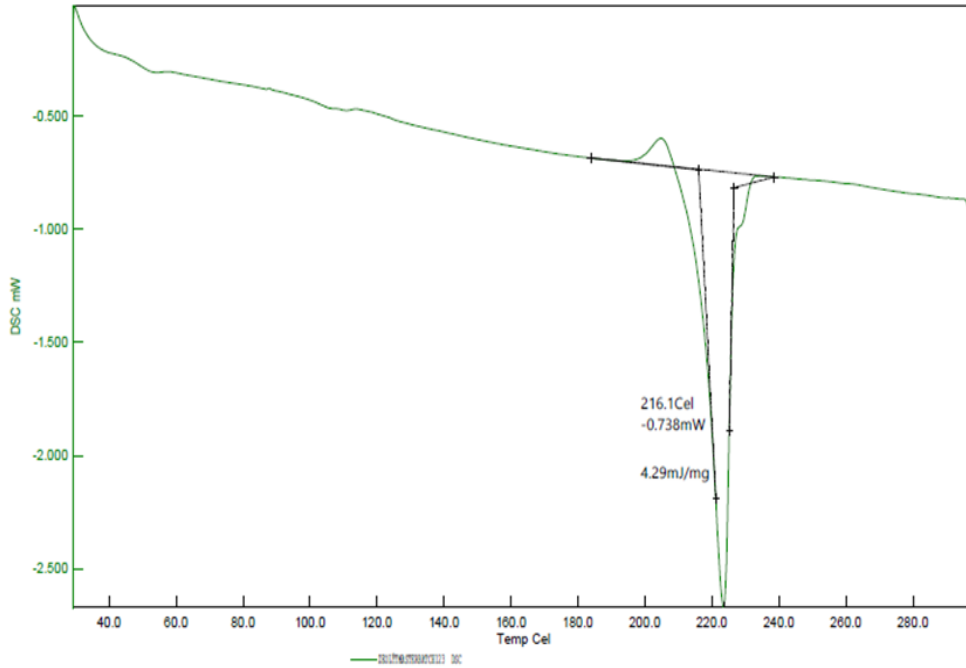
Şekil 4.2: Nano zeolit IR spektrumu

Spektrum incelendiğinde, gözlenen hidroksil piki, 1508 cm⁻¹ dalga boyundaki görülen pikden daha fazla miktarda fiziksel olarak emilmiş su içerdiğini gösterecek şekilde biraz daha şiddetli olmasıdır. Aynı zamanda 1018 cm⁻¹ dalga boyunda Si-O geriliminden kaynaklanan pikin biraz daha şiddetli olmasıdır. Sonuçlar incelendiğinde zeolit malzemesinin karakteristik spektrumunu göstermektedir (Akçam 2011).

4.2 Zeolit Masterbatch'e Ait Analiz Sonuçları

4.2.1 DSC Analiz Sonuçları

Üretilen %10 zeolit katkı içeren PBT taşıyıcılı masterbatch DSC termogramı aşağıdaki gibidir (Şekil 4.3). Termogramda bir adet endotermik pik görülmektedir. Erime süreci 216°C başlayıp 240°C de tamamlanmaktadır.

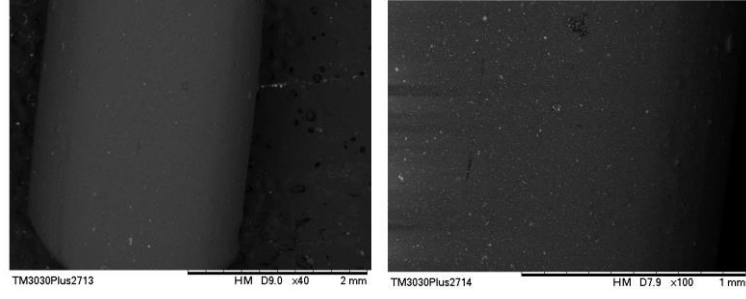


Şekil 4.3: Zeolit katkılı masterbatch DSC termogramı

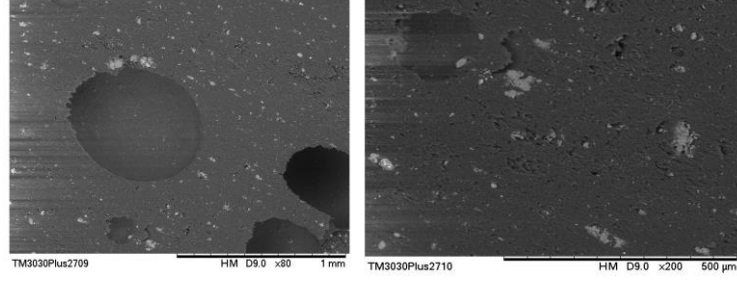
4.2.2 SEM Görüntüleme

Üretimi gerçekleştirilen % 10 nano zeolit katkılı masterbatch granüllerinden alınan kesitlere ait SEM görüntüleri Şekil 4.4. ve Şekil 4.5''de verilmektedir. Görüntüler ile masterbatch granülleri içerisindeki zeolit partiküllerinin varlığı, boyutları ve dağılımı saptanmaya çalışılmıştır.

Bununla birlikte, polimerin kesiti alınmadan masterbatch granülünün içerisinde içine gömülü olan zeolit partikülleri ayırt edilebilmektedir (Şekil 4.4). Görüntüde toplanmış zeolit partiküllerini ve küçük boyutlu zeolit partikülleri de açıkça görülmektedir (Şekil 4.5.).



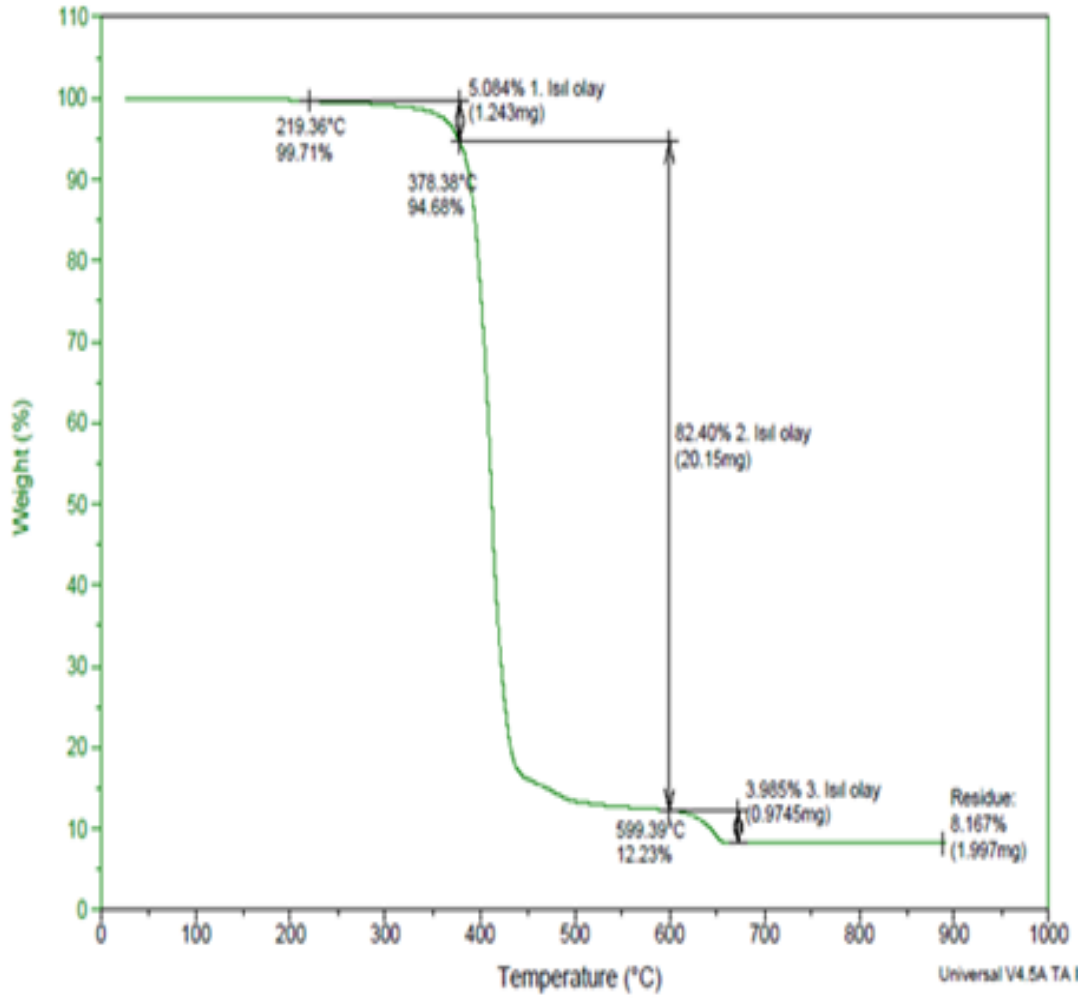
Şekil 4.4: Zeolit katkılı masterbatch yüzey SEM görüntüsü



Şekil 4.5: Zeolit katkılı masterbatch kesit SEM görüntüsü

4.2.3 TGA Analizi

PBT polimeri içerisine %10 oranında nano zeolit malzemesi katılarak edilerek üretilen masterbatch'e ait termogram, Şekil 4.6'da gösterilmiştir.



Şekil 4.6: Zeolit katkılı masterbatch TGA termogramı

Şekil 4.6’da verilen TGA termogramı incelendiğinde, nano zeolit katkısı içeren PBT masterbatchinin bozunmasından kaynaklanan tek bir pik görülmektedir. PBT polimerinin 378 °C sıcaklıkta termal bozunmaya uğradığı ve yaklaşık %82 oranında ağırlık kaybı gerçekleştiği görülmektedir. Malzemenin ağırlık kaybının yaklaşık 650 °C de tamamlandığı ve yaklaşık %8,167 oranında kalıntının oluştuğu görülmüştür. Termogramda görülen %3,985 lik kısmın nanozeolit üretilirken içerisine karışan polimerik olmayan safsızlıklar olduğu düşünülmektedir. Bu kalıntının 1000 °C de bozunmayan zeolit malzemesine ait olduğu anlaşılmaktadır. Üretilen %10 katkılı masterbatchde uzaklaşan olan %1,83 oranındaki maddenin zeolitin yapısında bulunan nem olduğu düşünülmektedir.

4.3 Polyester POY İpliklere Yapılan Analiz Sonuçları

Aynı parametrelerde üretilen katkısız (PET POY) ve katkıli poliester iplikler (POY1,POY2) üzerinde yapılan fiziksel testlere ait sonuçlar Tablo 4.1’de verilmektedir.

Elde edilen sonuçlar incelendiğinde, zeolit içeren poliester iplikte düzgünlük ve uzama değerleri artarken, mukavemet değerinin azaldığı görülmektedir. Bu durum zeolit içeriğinin iplik özellikleri üzerinde etki ettiğini göstermektedir.

Tablo 4.1: POY ipliklere yapılan fiziksel test sonuçları

Analiz	Katkısız PET POY	%0,5 Zeolit katkıli PET POY	%1 Zeolit katkıli PET POY
İplik Numarası (dtex)	290,9	291,4	282,2
Kopma Mukavemeti (cN/dtex)	1,8	1,5	1,3
Kopma Uzaması (%)	161,1	163,2	164,8
Düzensüzlük	0,8	0,94	0,94
Yağ Oranı (%)	0,60	0,55	0,59

Mukavemet değerlerindeki düşüş, homojen olarak difüze olmuş bir yapı ve polimer partikül uyumunun oluşmaması ile açıklanmıştır. Nano kil yapıların nanokompozit ipliklerde kuvveti üzerine çeken bir yapı olarak davrandığı ve bu sebeple mekanik özelliklerde azalma meydana getirdiği belirlenmiştir (Özen ve Güneş 2013).

Nanokompozit liflerde farklı büyüklüklerde kristal yapıların oluşması ve partikül büyüklüğünün artması ve polimer yapının daralması sebebiyle mekanik özelliklerde azalmalar meydana geldiği anlaşılmıştır (Xiao ve diğ. 2005, Scaffaro ve diğ. 2011).

4.3.1 EDXRF Sonuçları

EDXRF analiz sonuçları incelendiğinde zeolit katkıli POY iplikler referans iplikle kıyaslanmıştır. Yapılan ölçüm sonuçları (Tablo 4.2) de verilmiştir. Zeolit maddesinin içerisinde bulunan Si (Silikon) atomlarının bulunduğu bilinmektedir.

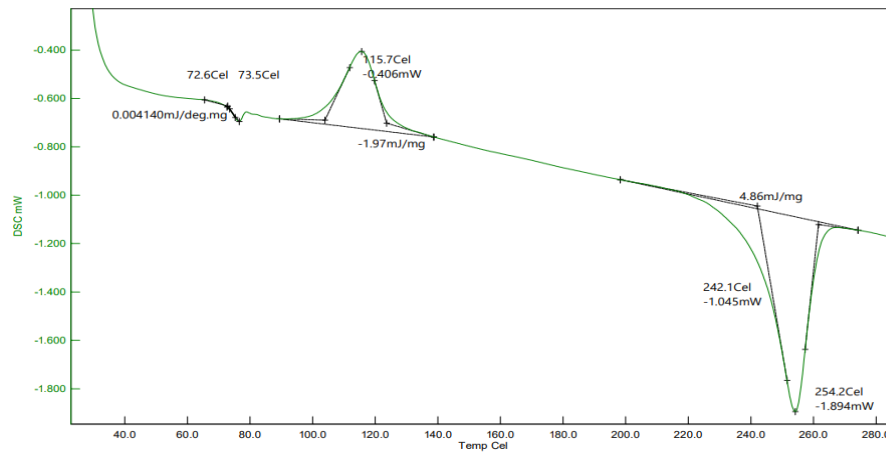
Bu sebeple sonuçlara bakıldığında zeolit maddesinin polimer içerisinde varlığına işaret etmektedir. Bununla birlikte polimer içerisine beslenen zeolit miktarının artmasıyla iplik içerisindeki zeolit miktarında yaklaşık olarak aynı oranda arttığı gözlemlenmiştir.

Tablo 4.2: POY ipliklere yapılan EDXRF sonuçları

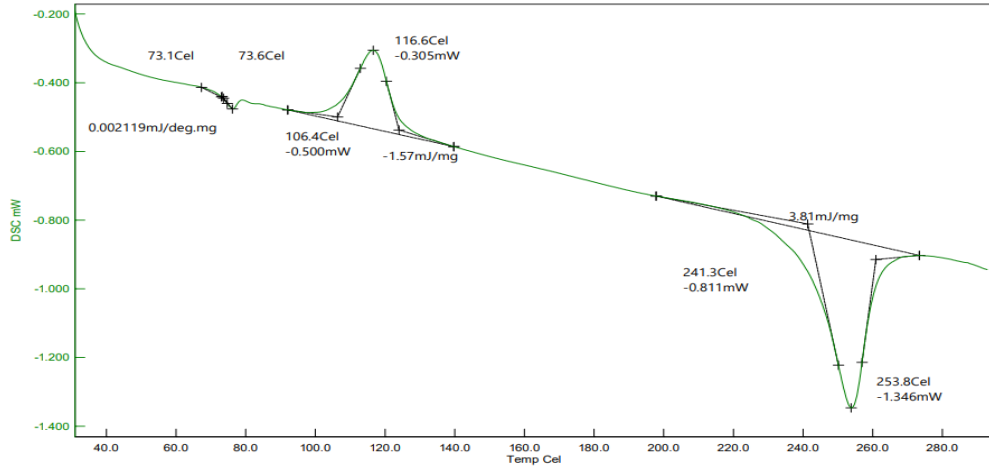
Si Miktarı	Katkısız PET POY		%0,5 Zeolit katkıli PET POY		%1 Zeolit katkıli PET POY	
	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)
Si	0	-	0,073	0,6255	0,133	1,0925

4.3.2 DSC Analiz Sonuçları

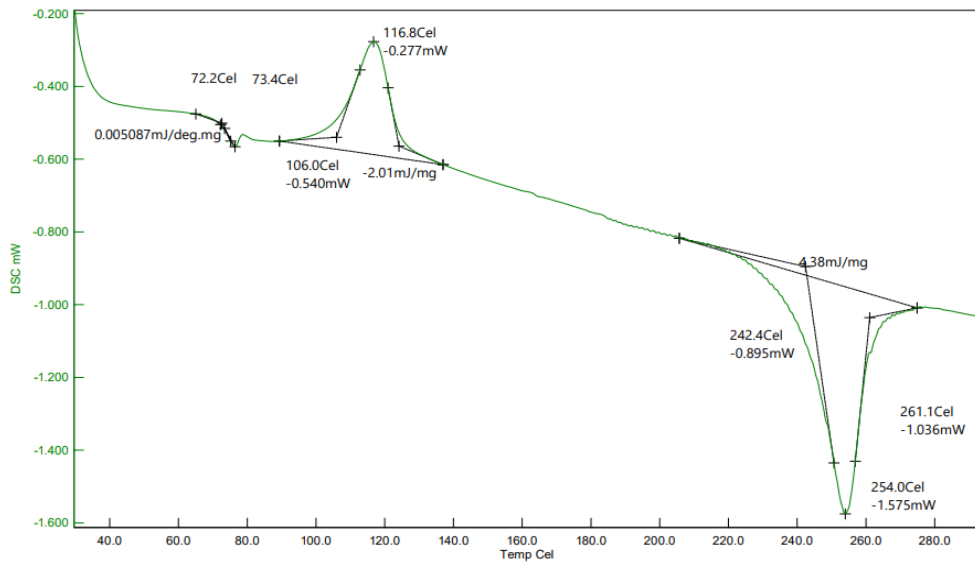
Katkısız ve zeolit katkıli POY ipliklerin termal özelliklerini incelemek amacıyla Hitachi 7020 DSC cihazında 30-300 °C aralığında 10 °C/dak ısıtma-soğutma hızında analiz yapılmıştır.



Şekil 4.7: Katkısız POY iplik DSC termogramı



Şekil 4.8: %0,5 zeolit katkılı POY iplik DSC termogramı



Şekil 4.9: %1 zeolit katkılı POY iplik DSC termogramı

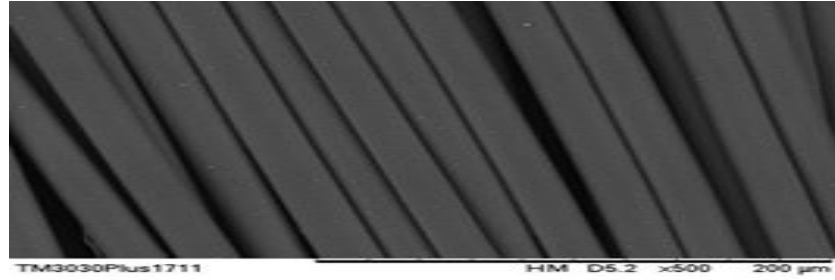
Şekil 4.7, Şekil 4.8 ve Şekil 4.9 da verilen sonuçlar incelendiğinde, katkısız PET POY iplik, %0,5 zeolit katkılı PET POY ve %1 zeolit katkılı PET POY ipliklerinin camsı geçiş (T_g) sıcaklıklarının birbirine yakın olduğu görülmektedir.

Kristalizasyon sıcaklıkları değerlendirildiğinde kristalizasyon sıcaklıklarının katkısız PET POY ipliklere göre bir miktar artış gösterdiği görülmektedir. (Phang ve diğ. 2004) ve (Özen ve Güneş 2013)'in yapmış olduğu çalışmalarda polimer içerisine eklenen nanopartiküllerin kristalizasyon sıcaklıklarının artmasına sebep olduğu gösterilmiştir. (Özen ve Güneş 2013) kil tabakalarının PET zincirleri içerisinde geçici bir ağ oluşturduğunu ve bu durumun kristalin düzeni ve amorf oryantasyonun gelişmesine ve kristalizasyon sıcaklıklarının artmasına olduğunu belirtmiştir.

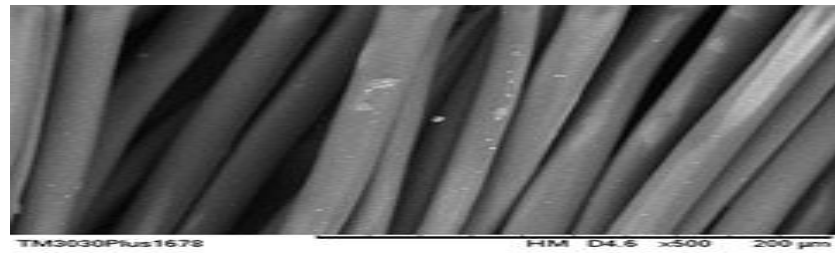
Erime sıcaklıkları değerlendirildiğinde katkısız PET POY ipliğe göre katkılı PET POY ipliklerin erime sıcaklıklarında bir miktar azalma görülmektedir. (Pendse 2005), (Scaffaro ve diğ. 2011), (Karabulut 2003), (Bizarria ve diğ. 2007) ve (Xiao ve diğ. 2005) polimer yapıya nanokil eklenmesi sonucunda ergime sıcaklığının düştüğü sonucuna varılmıştır. (Scaffaro ve diğ. 2011) molekül ağırlığındaki düşüş molekül zincirlerin daha hareketli olduğu ve bu durumun ergime sıcaklığını azalttığı belirlenmiştir.

4.3.3 SEM Görüntüleme

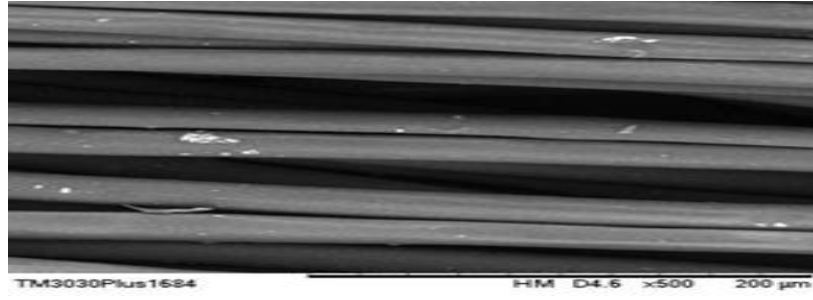
Yapılan çalışmada üretilen katkısız (Şekil 4.10) zeolit katkılı POY ipliklerin SEM görüntüleri incelenmiştir (Şekil 4.11,4.12). Yapılan görüntüleme sonucunda zeolit malzemesinin iplik yapısında bulunduğu ve ara ara topaklanarak mikro boyutta yapılar oluşturduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.10: Katkısız POY iplik SEM görüntüsü



Şekil 4.11: %0,5 zeolit katkılı POY iplik SEM görüntüsü

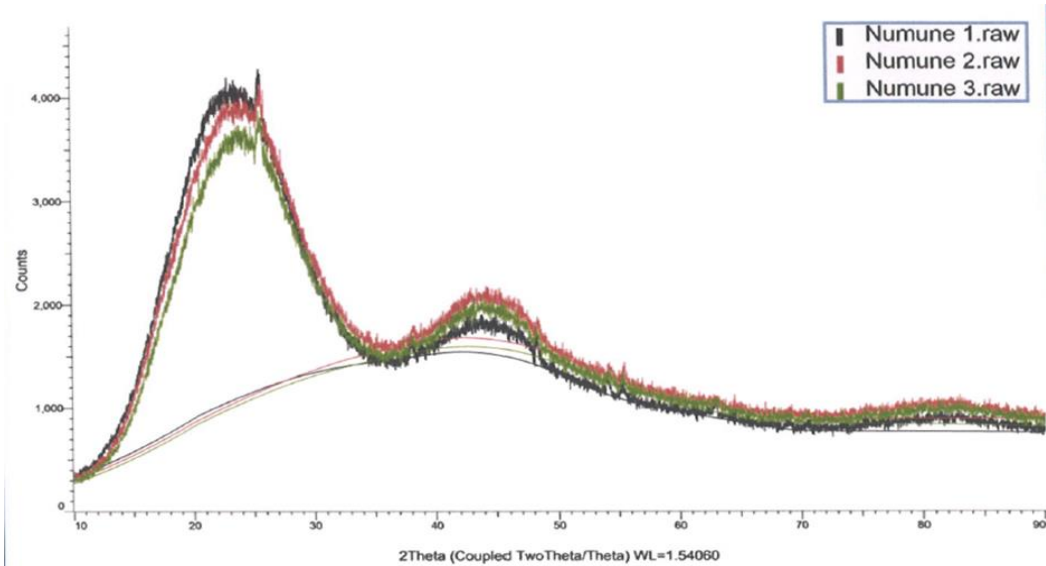


Şekil 4.12: %1 zeolit katkılı POY iplik SEM görüntüsü RD Analizi

X-ışını kırınım yöntemi (XRD), inorganik bileşiklerin polimer içindeki dispersiyonunu analiz etmek için kullanılan bir yöntemdir. Bu çalışmada, zeolit malzemesinin poliester polimeri içindeki dispersiyonu hakkında bilgi vermek ve polimerin iç yapısındaki değişimleri araştırmak amacıyla nanokompozitlerin yapısı X-ışını kırınım yöntemi (XRD) kullanılarak analiz edilmiştir.

Test edilen numuneler aşağıdaki gibi kodlanmıştır;

- ❖ Numune1: Katkısız PET POY
- ❖ Numune 2: %0,5 Zeolit katkılı PET POY
- ❖ Numune 3: %1 zeolit katkılı POY iplik



Şekil 4.13: Katkısız-%0,5-%1 zeolit katkılı POY iplik XRD analizi

Literatürde, nano malzeme eklenmesi polimer yapının molekül yapısına bağlanmaya veya molekül ağırlığında herhangi bir artmaya sebep olmadığı ve nano malzemelerin kristal aktivitesini tetiklediği ortaya çıkmıştır (Qian ve diğ. 2004, Huang ve diğ. 2006, Erdem ve diğ. 2010).

XRD analizlerinde, pik yoğunluğundaki azalma nanokompozitlerde dağılmış yapının varlığını işaret etmektedir (Ammala ve diğ. 2008).

Bununla birlikte, XRD analizlerinde düşük açıda görülen pikler homojen bir dağılımı, yüksek açıda görülen pikler ise kil yapısının bazı noktalarda topaklanma gösterdiğini açıklamaktadır. Malzeme içinde düzenli bir yapının ve kil katmanlarının homojen bir şekilde dağılmadığının göstergesidir (Barber ve diğ. 2005, Todorov ve Viana, 2007, Ammala ve diğ. 2008).

Sonuçlar incelendiğinde zeolit partikülleri barındıran iplik numunelerinde düşük açıda bir pik görülmüş, fakat yüksek açıda pik görülmemiştir. Bu durum, partiküllerin daha homojen dağılım gösterdiğini işaret etmektedir. Bu sonuçlara bakılarak PET polimer zinciri ile nanozeolit yüzeyi arasında yeterli afinite olduğu tahmin edilmektedir.

4.4 Polyester Tekstüre İpliklere Yapılan Analizler

4.4.1 Fiziksel Testler

POY ipliklerden üretilen tekstüre ipliklere fiziksel analizler yapılmış ve sonuçlar aşağıdaki Tablo 4.3’de verilmiştir.

Tablo 4.3: Tekstüre iplik fiziksel test sonuçları

Analiz	Katkısız PET Tekstüre	%0,5 katkılı Zeolit PET Tekstüre	%1 katkılı Zeolit PET Tekstüre
İplik Numarası (dtex)	165	167	173
Kopma Mukavemeti (cN/dtex)	3,1	2,2	1,6
Kopma Uzaması (%)	35	20,7	17,6
Yağ Oranı	3	2,3	2
Kaynama Çekme	6,1	4,7	3,8
EK (Kıvrım Kısalması)	13,4	11,8	8,8
KK (Kıvrım Elastikiyeti)	8,4	6,9	4,5
KB (Kıvrım Kalıcılığı)	70,8	53,9	59,6

Sonuçlar incelendiğinde POY ipliklerden kaynaklı olarak zeolit katkı ipliklerde mukavemet kayıpları tekstüre ipliklerde kendisini göstermiştir. İpliklerin dtexlerindeki artış içerisindeki zeolit malzemeyle açıklanabilir.

Literatürde de üretilen poliester liflerinin özelliklerini incelediği araştırmada, (Xiao ve diğ. 2005), nanokil eklenmesinin boyutsal kararlılığı düşürdüğü gözlemlenmiş ve bu durum iplik üretiminde lif içindeki aksel iç stres ile açıklanmıştır. Bu tez çalışmasında da, benzer bir sonuç ortaya çıkmış ve nanozeolit polimer yapısındaki stresi ve kaynama çekme değerlerinin arttığı sonucuna varılabilir.

4.4.2 EDXRF Analizi

Üretilen zeolit katkılı tekstüre iplik numunelerinin ölçüm sonuçları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 4.4: Tekstüre iplik EDXRF ölçüm sonuçları

	Katkısız PET Tekstüre		%0,5 Zeolit katkılı PET Tekstüre		%1 Zeolit katkılı PET Tekstüre	
	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)	Sonuç (%)	Yoğunluk (gr/cm ³)
Si Miktarı	0	-	0,1077	0,5545	0,2264	0,9985

Yapılan ölçümlerden görüleceği gibi iplik içerisine beslenen zeolitin tekstüre prosesinden sonrada iplik içerisinde varlığını koruduğu görülmektedir. POY ipliklerdeki yapılan ölçüm ile kıyaslandığında tekstüre prosesi sonucunda iplik içerisindeki zeolit miktarı yaklaşık olarak %10 azalmıştır. Bunun sebebi ise tekstüre prosesinde friksiyon disklerinde oluşan sürtünmeden dolayı iplik üzerindeki zeolit parçacıklarının koparak ayrılması olarak düşünülmektedir.

4.5 Polyester Kumaşların Testleri

Nano zeolit maddesinin etkisini görmek için üretilmiş olan iplikleri kullanılarak, bez ayağı konstrüksiyonunda aynı özelliklerde dokunan 3 farklı kumaşa çeşitli testler uygulanmıştır. Kumaşlara ısı iletkenliği, ses yutum katsayısı, yanmazlık ve UV koruma özellikleri karşılaştırılmıştır. Kumaşlar test aşamasından önce ev tipi çamaşır makinasında 30gr SDCE ECE (A) fosfatsız deterjan ile 45 dk yıkama işlemi yapılmıştır.

- ❖ Katkısız PET Kumaş
- ❖ %0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş
- ❖ %1 Zeolit katkılı PET Kumaş

4.5.1 LOI Analiz Sonuçları

Üretilen kumaş numunelerinin oksijen indeks (LOI) değerleri ölçülmüş ve sonuçlar Tablo 4.5’de verilmiştir. Havadaki gazlar içinde oksijen yoğunluğu yaklaşık %21 dir. LOI değeri, %21 den düşük ise malzeme kolay yanabilmektedir. Bu testte %28’den fazla LOI değerine sahip malzemeler güç tutuşur olarak bilinmektedir (Erdem ve diğ. 2010). Yapılan testlerde zeolit katkılı kumaşların ve referans kumaşın oksijen indeksi testine göre %21 lik sınırların altında kalmıştır. Bu durumun, polimer içerisine eklenen zeolit oranının az olmasından kaynaklandığı ön görülmektedir.

Tablo 4.5: Kumaşların LOI ölçüm sonuçları

Numune	Katkısız PET Kumaş	%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş	%1 Zeolit katkılı PET Kumaş
Oksijen indeksi (%)	17,6	17,3	17,5
Standart sapma	0,226	0,236	0,226
Ardışık oksijen konsantrasyon farkı	0,3	0,3	0,3

4.5.2 Ses Yutum Katsayısı Analiz Sonuçları

Üretilen kumaşların ses absorpsiyon katsayısı iki mikrofona transfer fonksiyon metoduna göre ölçüm yapan 30mm empedans tüpü ile TS EN ISO 10534-2 standardına göre gerçekleştirilmiştir. Ölçülen frekans aralıkları ve sonuçlar Tablo 4.6 da gösterilmiştir.

Tablo 4.6: Kumaşların ses yutum katsayısı ölçüm sonuçları

Frekans(Hz)	Ses yutum katsayısı (1/3 oktav bandı)		
	Katkısız PET Kumaş	%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş	%1 Zeolit katkılı PET Kumaş
250	0,0105	0,0093	0,0122
315	0,0142	0,0122	0,0154
400	0,0249	0,0238	0,0257
500	0,04	0,0386	0,0391
630	0,0492	0,0463	0,0472
800	0,0435	0,0442	0,0447
1000	0,03	0,0282	0,0295
1250	0,0174	0,0117	0,0169
1600	0,0365	0,0299	0,0357
2000	0,0879	0,0861	0,0881
2500	0,0491	0,0493	0,0529
3150	0,122	0,123	0,127
4000	0,136	0,139	0,144
5000	0,204	0,214	0,215

2500Hz değerinden sonra zeolit miktarının artışı ile birlikte ses yutum katsayısında artış görülmektedir. Bu artışın zeolitin yapında bulunan gözeneklerden kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.5.3 Isıl İletkenlik Analiz Sonuçları

Kumaşın ısı iletkenliği, termal özelliklerinin incelenmesinde önemli yer tutmaktadır. Isının bir bölgeden diğer bölgeye geçişi ile ilgili görüşler kullanım alanına göre farklılık göstermektedir. Farklı kullanım özelliği istenen sektörlerde, ısı iletkenlik konfor şartları açısından istenen bir durum iken; izolasyon yapılan durumlarda, ısı geçişinin minimum olması istenmektedir. Zeolit katkılı iplikten elde edilen kumaşa ve referans kumaşa ait yapılmış olan ısı iletkenlik testi sonuçları Tablo 4.7’de verilmektedir.

Tablo 4.7: Kumaşların ısı iletkenlik test sonuçları

Kumaş Numunesi	Isıl İletkenlik (W/mK)	Isıl Soğurganlık ($W_s^{1/2}/m^2K$)	Isıl Direnç (m^2K/W)	Kalınlık (m)
Katkısız PET Kumaş	0,04389	154,67	0,00863	0,00037
%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş	0,04272	151,07	0,00865	0,00038
%1 Zeolit katkılı PET Kumaş	0,03851	141,03	0,01199	0,00039

Sonuçlar incelendiğinde, elde edilmiş olan değerlerde zeolit miktarının artmasıyla ısı iletkenliğinin azaldığı görülmektedir. Referans kumaş ve zeolit katkılı kumaşların kalınlığının aynı olduğu bir durumda; ısı iletkenliğinin azalmasının iplik içerisine eklenen zeolit maddesinin gözenekli yapısından kaynaklanabileceği ile açıklanabilir. Bu durumda iplik yapısına eklenmiş olan katkı maddesinin özelliklerini koruyarak kumaş yapısına taşıdığı düşünülmektedir.

4.5.4 UV Koruma Analiz Sonuçları

Üretilen kumaşlara AS/NZS 4399:1996 standardına uygun olarak UV geçirgenliği ve koruma faktörü testi yapılmıştır. Kumaş test numuneleri, numune bölgesine yerleştirilerek 0°, 45°, 90° ve 135°'lik 4 değişik açılardan ölçümleri yapılarak kumaşın ortalama % UVA ve % UVB geçirgenliği ile ortalama UPF değeri ile UPF koruma faktörü hesaplanmıştır. Bu işlemler her bir test numunesi için tekrarlı çalışılmıştır. Çalışılan numunelerde ortalama UPF değeri büyüdükçe ortalama % UVA geçirgenliğinin arttığı ve % UVB geçirgenliğinin azaldığı bununla birlikte UPF koruma faktörü değerinin de arttığı görülmektedir (Tablo 4.8).

Zeolit maddesinin UV koruyucu özellikte olduğu bilinmektedir (Grancarić ve diğ. 2009).

Tablo 4.8: UV geçirgenliđi ve koruma faktörü test sonuçları

Numune	Ortalama UVA (%)	Ortalama UVB (%)	Ortalama UPF	UPF Derecesi
Katkısız PET Kumaş	10,49	0,84	56,95	50+
%0,5 Zeolit katkılı PET Kumaş	10,55	0,68	61,54	50+
%1 Zeolit katkılı PET Kumaş	10,75	0,64	63,36	50+

UVB ışınlarını geçirgenliğinin lifteki zeolit miktarı arttıkça azaldığını görülmektedir (Tablo 4.8). Örnek verilecek olursa katkısız PET lifli dokuma kumaşın UVB ışınları geçirgenliği %0,84 iken, %0,5 zeolit katkılı PET lifli dokuma kumaş %0,68 ve %1 zeolit katkılı PET lifli dokuma kumaş sırasıyla %0,68 ve %0,64 UVB ışını geçirgenlik değerleri sergilemiştir (Tablo 4.8). Bunun sonucu olarak da zeolit içeren kumaşların ortalama UPF değerleri katkısız PET lifli kumaştan daha iyi çıkmıştır. Ayrıca zeolit miktarı arttıkça (%0,5'ten %1'e) ortalama UPF değeri 61,54'ten 63,36'ya çıkmıştır. Katkısız PET lifli dokuma kumaşın ortalama UPF değeri de sadece 56,95'tir. Zeolit maddesinin UV koruyucu özellikte olduğu bilinmektedir (Grancarić ve diğ. 2009). Bu tespiti doğrular şekilde zeolit PET lifi içinde kullanılmasıyla da PET lifli dokuma kumaşın UV ışınlarından koruma özelliđi geliştirilmiştir. Sonuç olarak, yapılan testler sonucunda ipliđin içerisindeki zeolit miktarının artması UV koruyuculuk özelliklerinin arttığını göstermektedir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

İnsanların ihtiyaçlarının artması, konfor ve güvenlik gibi noktaların ön plana çıktığı ürünlerde taleplerin artması, tekstil malzemelerinde araştırmalar yapılmasını desteklemektedir. Bu araştırmaların geneli sentetik lifler üzerinde yapılmaktadır.

Dünyada sentetik lif tüketiminde başı çeken poliester, fonksiyonelleştirilme çalışmalarının yoğunlaştığı polimerdir. Bu süreçte farklı özelliklere sahip sentetik liflerin geliştirilmesi ve iplik üretim makinalarının tasarımı uzun süren ve maliyetli çalışmalardır. Bu sebeple konvansiyonel üretim makinalarında, sentetik liflerin fonksiyonelleştirilmesi yaygın olarak kullanılmaktadır.

Son dönemde nano teknolojideki gelişmeler, farklı özelliklere sahip polimer esaslı sentetik lif modifikasyonu çalışmalarını etkilemiştir. Nano boyuttaki malzemelerin sentetik lif içerisine yerleştirilmesi ile modifikasyon gerçekleştirilmektedir.

Poliester lifi içerisine eklenmiş olan zeolit maddesi fonksiyonelliğe önemli katkı sağlamıştır. Yapılan çalışmalarda yaşanan sorunlardan birisi zeolit maddesinin iplik içerisinde topaklanma eğilimi göstermiştir. Nano boyuttaki partiküllerin topaklanarak büyük partikül oluşturması istenmeyen bir durumdur topaklanmış nano zeolit malzemesi üretim esnasında filtreleri tıkararak basınç artışına neden olmuştur. Bu nedenle, az miktarda modifiye edilmiş poliester lif üretimi gerçekleştirilmiştir.

Sentetik lif üretiminde yapı içerisine çeşitli malzemelerin katılması masterbatch granülleri oluşturularak sağlanmaktadır. Bu yöntem boyalı lif üretimi veya lif modifikasyonlarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Zeolit malzemesinin poliester lif yapısına katılması için masterbatch üretimi ikinci aşamayı oluşturmuştur. Masterbatch granülleri üretiminde çift vidalı ekstrüder kullanılmıştır. Elde edilen masterbatch granülünün analizleri yapılmıştır. Analiz sonuçlarında SEM analizlerinde, zeolit partiküllerinin bir miktar topaklandığı, topaklanmış yapıların dağılmadığı ortaya çıkmıştır. İleriki çalışmalarda malzemesi üzerinde yüzey modifikasyonu denemeleri yapılması ve böylece malzemenin kazanmış olduğu özelliklerin korunmasının yanı sıra topaklanma sorununun giderilmesi yönünde çalışmalar yapılabilir.

Masterbatch granülleri içerisinde zeolit partiküllerinin yerleştirilmesinden sonra gerçekleştirilen iplik üretimi, çalışmanın üçüncü aşamasını oluşturmuştur. Endüstriyel iplik çekim ünitesinde poliestere iplik üretimi gerçekleştirilmiştir. Masterbatch granülleri PET polimeri ile %0,5 ve %1 oranında karıştırılmıştır. Üretim esnasında masterbatch granülleri içerisinde bulunan topaklanmış zeolit partiküllerinin basınç altında dağılacığı düşünülmüştür. Fakat topaklanmış zeolit partikülleri dağılmamıştır ve filtreleri tıkayarak iplik çekim ünitesinin basıncının artmasına neden olmuştur. Bu durum az miktarda modifiye poliestere iplik üretimine neden olmuştur.

Modifiye (zeolit katkı) poliestere iplikten kumaş üretimi, çalışmanın son aşamasını oluşturmaktadır. Kumaş yapısında modifiye poliestere ipliğin etkisini görebilmek amacıyla, hem atkı yönünde hemde çözgü yönünde bez ayağı örgü yapısında kullanılmıştır. Kumaş testlerinin sonuçlarından görüldüğü üzere, nano zeolit partikülleri kumaş özelliklerinde olumlu gelişmeler sağlamıştır. Kumaş özelliklerinin daha ileri seviyelere çıkartılması, modifiye poliestere iplik üretiminin sürekliliğinin sağlanması ve nano zeolit partiküllerinin iplik yapısı içerisinde homojen dağılması ve zeolit miktarının artırılarak sağlanabileceği öngörülmektedir.

Kumaş yapısının sağladığı ısı iletkenliğinde bir azalma görülmüş ve kumaş yapısının zeolitin etkisi ile yalıtkan bir hal aldığı belirlenmiştir. Fakat kumaş yapısının ince olması, yapısında az miktarda homojen dağılmamış nano zeolit partikülü olması meydana gelen ufak değişikliğin göstergesidir.

Nano zeolit ile fonksiyonelleştirilen poliestere liflerin yanma davranışı üzerine bir etkisi olmamıştır. Bu sebeple kumaş yapıda herhangi bir değişiklik görülmemiştir.

Dokunan kumaşın UV geçirgenlik ve ses absorpsiyon özellikleri ölçüldüğünde UV koruma değerinin zeolit eklenmesi ile arttığı ayrıca ses absorpsiyonunda ise zeolitin boşluklu yapısının 2500hz den sonra ses yutuculuğuna etkisi olumlu anlamda görülmüştür.

Poliester liflerinin nano zeolit partikülleri ile modifiye edilmesi, poliestere liflerinin morfolojik yapısında ve mekanik performansında çok az değişim yaptığı tespit edilmiştir. İleriki çalışmalarda, poliestere liflerinin zeolit malzemesi ile modifikasyonun geliştirilmesi ve elde edilmeye çalışılan özelliklerin daha ileri seviyeye taşınabilir. Bu süreçte iplik içerisindeki zeolit miktarının artırılması iplikte

görülecek özelliklerin iyileşmesini sağlayacaktır. Zeolit katkıli poliester ipliğın üretim sürekliliğı sağlanarak, yeterli miktardaki zeolit katkıli poliester ipliğın üretiminin sağlanması üzerinde çalışmalar yapılması elde edilecek özelliklerin görülmesini kolaylaştıracaktır.

6. KAYNAKLAR

Mousa, A. A., Youssef, Y. A., Mohamed, W. S., Farouk, R., Giebel, E. and Buchmeiser, M. R., “Organoclays assisted vat and disperse dyeing of poly (ethylene terephthalate) nanocomposite fabrics via melt spinning.” *Coloration Technology*, 134(2), 126-134, (2018).

Akçam, O., “Katkılı Poliester Filamentlerinden Kumaş Üretimi Ve Özellikleri”, Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Bursa, (2011).

Ammala, A., Bell, C. and Dean, K., “Poly (ethylene terephthalate) clay nanocomposites: Improved dispersion based on an aqueous ionomer.” *Composites Science and Technology*, 68(6),1328-1337, (2008).

Aşçıoğlu, B. and Adanur, S. “Nano Engineered Fire Resistant Composite Fibers”, Auburn University Annual Research Forum, Auburn, (2003).

Barber, G. D., Calhoun, B. H. and Moore, R. B., “Poly (ethylene terephthalate) ionomer based clay nanocomposites produced via melt extrusion.” *Polymer*, 46(17), 6706-6714, (2005).

Başer, İ., Lif Bilgisi. Marmara Üniversitesi, İstanbul, 139, (2002)

Batur, Z. and Akyıldız, H.İ., “Polietilen Teraftalat (PET) Liflerde Katkılanan TiO₂ Konsantrasyonunun Fotokatalitik Kendini Temizleme Özelliklerine Etkisi”, *Politeknik Dergisi*, 24(1), (2021).

Bizarria MTM, Giraldo ALFM, Carvalho CM, Velasco JI, Avila MA and Mei LHI., “Morphology and Thermomechanical Properties Of Recycled PET–Organoclay Nanocomposites.” *Journal of Applied Polymer Science*, 104, 1839–1844, (2007).

Byrappa, K. and Yoshimura, M., “Hydrothermal Synthesis and Growth of Zeolites” (ADVANCED STRUCTURE STUDIES) in Handbook of Hydrothermal Technology. 315 – 414 , (2001).

Calcagno, C. I. W., Mariani, C. M., Teixeira, S. R. and Mauler, R. S., “Morphology and Crystallization Behavior of the PP/PET Nanocomposites”, *Journal of Applied Polymer Science*, 111, 29-36, (2009).

Chatterjee, A. and Deopura, B.L., “High modulus and high strength PP nanocomposite filament”. Elsevier Part A 37, 813–817, (2005).

Ciobanu, G., Carja, G. and Ciobanu, O., “Preparation and Characterization of Polymer–zeolite Nanocomposite Membranes”, 27, 1138–1140, (2007).

Çirkin, S., “Yalancı Büküm Tekstüre İşleminde Tekstüre Değişkenlerinin İplik Özellikleri Üzerindeki Etkisi”, Yüksek Lisans Tezi, *Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, 139, (2006).

Litchfield, D. W., Baird, D. G., Rim, P. B. and Chen, C., “Improved mechanical properties of poly (ethylene terephthalate) nanocomposite fibers”. *Polymer Engineering & Science*, 50(11), 2205-2215, (2010).

Dayıoğlu, H. and Karakaş H, Elyaf Bilgisi. No. 1, ISBN: 978 975 01610 1 8, Ajans Plaza, İstanbul, 81-138 , (2007).

Demir A., Sentetik Filament İplik Üretim Ve Tekstüre Teknolojileri, 455, İstanbul, (2006).

Demirel, M., Pamuk, V. and Dilsiz, N., “Investigation of flame retardancy and physical–mechanical properties of zinc borate/boric acid polyester composites” *Journal of applied polymer science*, 115(5), 2550-2555,(2010)

Doğan, M. and Erdoğan, S., Bayramlı, E., “Mechanical, thermal, and fire retardant properties of poly (ethylene terephthalate) fiber containing zinc phosphinate and organo-modified clay”. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 112(2), 871-876, (2013).

Doğan, M., Yılmaz, A. and Bayramlı, E., “Synergistic Effect of Boron Containing Substances on Flame Retardancy and Thermal Stability of Intumescent Polypropylene Composites”, 95, 2584-2588, (2010).

Engelhardt, A. W., “Effect of polypropylene fiber cross sectional shapes on some structural/mechanical fiber properties and compressibility behaviour of plain knitted fabric”, *Int. Fiber J*, 25, 4, (2011).

Erdem, N., Erdoğan, U.H. and Akşit, A., “Nano-Kompozit Polipropilen Filamentlerin Üretimi ve Özellikleri” *The Journal Of Textiles and Engineer*, Yıl 15, 69, (2010).

Eser, N., “Bazı Halloysit-Polimer Nanokompozitlerin Hazırlanması ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı 92s, Ankara, (2010).

Evangelos M., Xiaolan W., Rajendra, R. and Ponusa, S., “Maria Del Mar Jimenez-Gascod, Charles A. W., ‘EVA-Layered Double Hydroxide (Nano)Composites: Mechanism Of Fire Retardancy’”, *Polymer Degradation and Stability*, 96, 301–313, (2011).

Frounchi, M. and Dourbash, A., “Oxygen Barrier Properties of Poly(ethyleneterephthalate) Nanocomposite Films”, *Macromolecule Material Engineering*, 294, 68–74, (2009).

Gashti, M. P. and Moradian, S., “Effect Of Nanoclay Type on Dyeability of Polyethylene Terephthalate/Clay Nanocomposites”, *Journal of Applied Polymer Science*, 125(5),4109–4120, (2012).

Ghasemi H, Carreau P.J., Kamal M.R. and Calderon J.U., “Preparation and Characterization of PET/Clay Nanocomposites By Melt Compounding”, *Polymer Engineering & Science*, 51(6), 1178–1187, (2011).

Grancarić, A. M., Tarbuk, A. and Kovaček, I., “Nanoparticles of activated natural zeolite on textiles for protection and therapy.” *Chemical Industry and Chemical Engineering Quarterly/CICEQ*, 15(4), 203-210, (2009).

Guan, G. H., Li, C. C. and Zhang, D., “Spinning and properties of poly (ethylene terephthalate)/organomontmorillonite nanocomposite fibers.” *Journal of Applied Polymer Science*, 95(6), 1443-1447, (2005).

Gülen, J., Zorbay, F. and Arslan, S., Zeolitler ve kullanım alanları. *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi*, 2(1), 63-68, (2012).

Keqin, H. and Muhuo, Y., "Preparation and properties of PET/nano titanium dioxide ultraviolet resistant fiber ," *China Synthetic Fiber Industry*, 2, (2005).

Hegde, R. R., Bhat, G. S. and Deshpande, B., "Crystallization kinetics and morphology of melt spun poly (ethylene terephthalate) nanocomposite fibers". *Express Polymer Letters*, 7(10): (2013).

Huang, L., Zhan, R. and Lu, Y., "Mechanical properties and crystallization behavior of polypropylene/nano-SiO₂ composites." *Journal of reinforced plastics and composites*, 25(9), 1001-1012, (2006).

Iijima, A., "Geology of natural zeolites and zeolitic rocks." *Pure and Applied Chemistry*, 52(9), 2115-2130, (1980).

Fabia, J., Gawłowski, A., Rom, M., Ślusarczyk, C., Brzozowska-Stanuch, A. and Sieradzka, M., "PET fibers modified with cloisite nanoclay." *Polymers*, 12(4),774, (2020).

Jeong, S. H., Yeo, S. Y. and Yi, S. C., "The effect of filler particle size on the antibacterial properties of compounded polymer/silver fibers." *Journal of Materials Science*, 40(20), 5407-5411, (2005).

Chang, J. H., "Comparison of thermomechanical properties and morphologies of polyester nanocomposite fibers: PBT, PET, and PTT." *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 47(8),791-801, (2008).

Kadolph, S.J., *Textiles*. Pearson Prentice Hall., United Kingdom. 496, (2007).

Kalın, B. M., "Tekstil Yüzeylerinin Yanmaya Karşı Dirençlerinin Arttırılması", Yüksek Lisans Tezi, *Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kahramanmaraş, (2008).

Karabulut, M., "Production and Characterization of Nanocomposite Materials from Recycled Thermoplastics", Yüksek Lisans Tezi, *Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü*, 124, Ankara, (2003).

Kılıç, H., “Nanopartikül Takviyeli Geri Dönüşüm Pet (Rpet) Polimeri Esaslı Cips Ve Lif Formuna Sahip Nanokompozit Üretimi Ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Isparta, (2016).

Kim, H., Biswas, J. and Choe, S., “Effects of stearic acid coating on zeolite in LDPE, LLDPE, and HDPE composites.” *Polymer*, 47(11),3981-3992, (2006).

Kim, S., “PET Nanocomposites Development with Nanoscale Materials”, Doktora Tezi, The University of Toledo, 205, (2007).

Lithfield, D., “The Manufacture and Mechanical Properties of PET Fibers Filled with Organically Modified Montmorillonite”, Virginia Polytechnic Institute and State University, Doctor of Philosophy, 343, (2008).

Lv, Z., Zhang, L., Yang, Y. and Bi, X., “Preparation and properties of polyurethane/zeolite 13X composites.” *Materials & Design*, 32(6),3624-3628, (2011).

Teli, M. D. and Kale, R. D., “Polyester nanocomposite fibers with improved flame retardancy and thermal stability.” *Polymer Engineering & Science*, 52(5),1148-1154, (2012).

Mangut, M. and Karahan, N., “Tekstil Lifleri.” Ekin Yayınevi, Bursa, 256-261, (2008).

Marcinčin, A., Hricova, M., Ujhelyiova, A., Brejka, O., Michlik, P., Dulíkova, M. and Chmela, S., “Effect of inorganic (nano) fillers on the UV barrier properties, photo and thermal degradation of polypropylene fibres.” *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, (6 (77)), 29-35, (2009).

Özen, İ., “Enhanced dyeability of poly (ethylene terephthalate)/organoclay nanocomposite filaments.” *Coloration Technology*, 131(6), 464-473, (2015).

Özen, İ. and Güneş, S., “Physical and dyeing properties of poly (ethylene terephthalate)/montmorillonite nanocomposite filament yarns.” *Polymer Engineering & Science*, 53(5),1031-1039, (2013).

- Parvinzadeh, M., Moradian, S., Rashidi, A. and Yazdanshenas, M. E., "Surface characterization of polyethylene terephthalate/silica nanocomposites." *Applied Surface Science*, 256(9), 2792-2802, (2010).
- Pegoretti, A., Kolarik, J., Peroni, C. and Migliaresi, C., "Recycled poly (ethylene terephthalate)/layered silicate nanocomposites: morphology and tensile mechanical properties." *Polymer*, 45(8), 2751-2759, (2004).
- Pendse, S., "Effect of nanoclay on the morphological properties of poly (ethylene terephthalate) in relation to fracture toughness", (2005).
- Zhang, W. D., Shen, L., Phang, I. Y. and Liu, T., "Carbon nanotubes reinforced nylon-6 composite prepared by simple melt-compounding." *Macromolecules*, 37(2), 256-259, (2004).
- Qian, J., He, P. and Nie, K., "Nonisothermal crystallization of PP/nano-SiO₂ composites." *Journal of applied polymer science*, 91(2), 1013-1019, (2004).
- Rottstegge, J., Zhang, X., Zhou, Y., Xu, D., Han, C. C. and Wang, D., "Polymer nanocomposite powders and melt spun fibers filled with silica nanoparticles." *Journal of applied polymer science*, 103(1), 218-227, (2007).
- Scaffaro, R., Botta, L., Ceraulo, M. and La Mantia, F. P., "Effect of kind and content of organo-modified clay on properties of PET nanocomposites." *Journal of Applied Polymer Science*, 122(1),384-392, (2011).
- Seventekin, N., "Kimyasal Lifler." Ege Üniversitesi Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma-Uygulama Merkezi Yayını, İzmir, 52-69, (2003).
- Shayestehfar, S., Yazdanshenas, M. E., Khajavi, R. and Rashidi, A. S., "Physical and mechanical properties of nylon 6/titanium dioxide micro and nano-composite multifilament yarns." *Journal of Engineered Fibers and Fabrics*, 9(3), 155892501400900319, (2014).
- Shin, Y. H., Lee, W. D. and Im, S. S., "Effect of A-zeolite on the crystallization behavior of In-situ polymerized poly (ethylene terephthalate)(PET) nanocomposites." *Macromolecular research*, 15(7),662-670, (2007).

Metanawin, S., Oney, S., Chaichalermvong, T. and Metanawin, T., “Mechanical, Thermal and Photocatalytic Properties of Hybrid TiO₂/PET Fiber Composite.” *In Key Engineering Materials* (Vol. 728, 246-251). Trans Tech Publications Ltd, (2017).

Teli, M. D., Kale, R. D. and Bhatt, L.. “Effect of nanoclay loading on zeta potential of polyester nanocomposite fibre.” *Indian Journal of Fibre & Textile Research (IJFTR)*, 42(2),125-131, (2017).

Todorov, L. V., Viana, J. C., “Characterization of PET nanocomposites produced by different melt-based production methods.” *Journal of applied polymer science*, 106(3),1659-1669, (2007).

Wang, Y., Gao, J., Ma, Y. and Agarwal, U. S., “Study on mechanical properties, thermal stability and crystallization behavior of PET/MMT nanocomposites.” *Composites part B: engineering*, 37(6),399-407, (2006).

Weckhuysen, B. M., Yu, J., “Recent advances in zeolite chemistry and catalysis.” *Chemical Society Reviews*, 44(20), 7022-7024, (2015)

Woodford, C., “Zeolites [online]”, (01 Nisan), <https://www.explainthatstuff.com/zeolites.html>, (2021).

Xiao, W., Yu, H., Han, K. and Yu, M., “Study on PET fiber modified by nanomaterials: improvement of dimensional thermal stability of PET fiber by forming PET/MMT nanocomposites.” *Journal of Applied Polymer Science*, 96(6), 2247-2252, (2005).

Xie, S., Istrate, O. M., May, P., Barwich, S., Bell, A. P., Khan, U. and Coleman, J. N., “Boron nitride nanosheets as barrier enhancing fillers in melt processed composites.” *Nanoscale*, 7(10) , 4443-4450, (2015).

Yılmaz, N., “Ultraviyole Işınlara Karşı Dayanımı Arttırılmış Polietilen Tereftalat (Pet) İpliklerin Dış Ortam Şartlandırma Testi Sonucunda Mekanik Özelliklerindeki Değişimin İncelenmesi” ,Yüksek Lisans Tezi, *Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Bursa, (2020)

Zhou, C., Zhang, X., Xu, R. and Wu, Z., "The Synthesis and Characterization of Polyurethane/Clay Nanocomposites." *Polymer International*, 52(5), 790-794, (2003).