

**Sol-Jel Yöntemi Kullanarak Su tici ve Güç Tuturur Çok
Fonksiyonlu Organik- norganik Hibrid Tekstil
Kaplamarinin Üretilmesi**

Proje No: 110R011

Yrd. Doç. Dr. Nurhan ONAR
Doç.Dr. Aysun AK T
Yrd.Doç.Dr. Bengi KUTLU
Prof. Dr. Erdal ÇEL K

MAYIS 2013
DEN ZL

ÖNSÖZ

Bu proje çal² mas² ile dö emelikler, perdeler ve masa örtüleri gibi bir yang²nda evde birincil alev kayna² olarak i lev yapan ev tekstillerinde ve sporcu k²yafetleri ve askeri tekstiller gibi çe itli teknik tekstil ürünlerinde kullan²m için sol-jel teknolojisi kullanarak güç tutu ur kuma lar²n üretilmesi amaçlanm² t²r. Ayr²ca pamuklu kuma lara su ve sulu leke tutmas²n² özellikle önlemek amac² ile su iticilik özelli i ve ya iticilik özelli i kazand²rmak kullan²m performanslar²n² art²racakt²r. Bu nedenle kuma lara su ve ya iticilik özelli i de ayn² zamanda kazand²rmaya çal² 2lm² t²r. Sol-jel yöntemi sayesinde organik-inorganik maddeler kullanarak, tekstil materyalinin yüzeyinin kaplanmas² ile, konvansiyonel yöntemlere göre daha az kimyasal madde tüketilerek, daha fonksiyonel ve daha yüksek performansa sahip kuma lar²n üretilmesi amaçlanmakt²r. Ayr²ca bu proje çal² mas² ile çevreye, insan sa l² 2na zararlı olan flor içeren su iticilik maddeleri ve halojenleri içeren güç tutu urluk maddeleri yerine alternatif hibrid kimyasal maddelerin üretilmesi ve tekstil materyaline kaplanmas² hedeflenmi tir. Böylece bu zararlı maddelerin az kullan²lmas² veya hiç kullan²lmamas² ile çevre yükü azalacak ve insan sa l² 2na zararlı etkiler ortadan kald²rlabilecektir. Bu ekilde çok çe itli uygulamalara sahip olan kuma lar²n itici özellikleri bak²m²ndan tekstil mamüllerinin performanslar²n²n geli tirilmesi, y²kamaya dayan²kl² iticilik özellikleri yan²nda nefes alabilen ve hava geçirgenlik ve tutum özellikleri bozulmam² bir kuma 2n üretilmesi önem ta 2maktad²r. Bu proje çal² mas² ile sol-jel teknolojisi ile haz²rlanan nanosoller ile i lem gören pamuklu kuma lara y²kamaya dayan²kl² su-ya itici ve güç tutu ur özellik kazand²rm² t²r. Bu proje çal² mas² 110R011 Tubitak Kariyer Projesi taraf²ndan desteklenmektedir. Bu proje çal² mas²nda desteklerinden dolayı Dokuz Eylül Üniversitesi Ö retim Üyesi Doç. Dr. Aysun Ak ite, kimyasal madde temininde katkıda bulunan Rudolf Duraner Firmas²ndan Adnan Sakaya, ayr²nt²2 enstrümental analizlerin gerçekleştirilmesindeki deste inden dolayı Dokuz Eylül Üniversitesi Malzeme ve Metalürji Mühendisli i Bölümü ö retim üyesi Yrd. Doç. Dr. I 2 Birlikte ve manevi desteklerinden dolayı anneme ve babama te ekkür ederim.

Yrd.Doç.Dr.Nurhan Onar

Ç NDEK LER

Sayfa

ÖZET	iii
SUMMARY	xv
1. G R	1
1.1 Sol-Jel Teknolojisi Hakkında Genel Bilgiler	1
1.2 Su ticilik Bitim lemi	6
1.3 Su ticilik Bitim lemi için Sol-Jel Teknolojisinin Kullanım	11
1.4 Ya ve Kir ticilik Bitim lemi	33
1.5 Ya ve Kir ticilik Bitim lemi için Sol-Jel Teknolojisinin Kullanım	37
1.6 Kendi Kendini Temizleme Özelli i	43
1.7 Güç Tuturluk Bitim lemi	48
1.8 Güç Tuturluk Bitim lemi için Sol-Jel Teknolojisinin Kullanım	50
1.9 Organik norganik Hibrid Malzemeler	54
2. MATERYAL VE YÖNTEM	59
2.1 Materyal	59
2.2 Yöntem	60
2.2.1 Nanosol Hazırlanması	61
2.2.2 Nanosol Kaplama lemi	61
2.2.3 Özel Su ticilik Bitim lemleri 1	63
2.2.3.1 Nanokristal Hazırlama Adım (1. Adım)	64
2.2.3.2 Nanoçubuk Büyüme Adım (2. Adım)	65
2.2.3.3 Nanoçubuklar Yüzeyinde Öztoplanma Tabaka Oluşumu (3. Adım)	65
2.2.4 Özel Su ticilik Bitim lemleri 2	68
2.2.4.1 CZH Kolloidal Süspansiyonun Hazırlanması (1. Adım)	69
2.2.4.2 CZH'nin Hidrofob Modifikasyonu (2. Adım)	70
2.2.4.3 Sol-Jel Aşaması (3. Adım)	70
2.2.5 Su-Ya ticilik ve Güç Tuturluk lemleri için Nanosol Hazırlanması	73
2.2.6 Konvansiyonel Kaplama lemi	75
2.2.7 Konvansiyonel Kaplama Patenti Hazırlanması	77
2.2.8 Organik norganik Hibrid Kaplama Patenti Hazırlanması	78
2.2.8.1 Ticari Polimerler ile Nanosolden Organik norganik Hibrid Kaplama Patenti Hazırlanması	78
2.2.8.2 Emülsiyon Polimerizasyonu ile Üretilen Polivinil asetat ile Nanosolden Organik norganik Hibrid Kaplama Patenti Hazırlanması	82
2.3 Değerlendirmede Kullanılan Test Yöntemleri	92
2.3.1 Kütleli Art Değerlerinin Ölçümü	92
2.3.2 Viskozite Ölçümü	92
2.3.3 pH Ölçümü	92
2.3.4 Su ticilik Değerlerinin Ölçümü	93
2.3.5 Ya ticilik Değerlerinin Ölçümü	93
2.3.6 Temas Açması Ölçümü	93
2.3.7 Su Buharı Geçirgenliği Ölçümü	93
2.3.8 Dikey Güç Tuturluk Testi	94
2.3.9 Limit Oksijen İndeksi (LOI) Ölçümü	94
2.3.10 Yıkama Dayanımı Ölçümü	94

2.3.11 Beyazlık Derecesi ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü	95
2.3.12 Buru mahlık Açış Ölçümü.....	95
2.3.13 E ilme Uzunlu u Ölçümü	95
2.3.14 Kopma Mukavemeti ve Uzama Değerleri Ölçümü	95
2.3.15 Yrtılma Mukavemeti Ölçümü.....	96
2.3.16 Tarama Elektron Mikroskobu ile Yapısal Analiz.....	96
2.3.17 Fourier Transform Kızıltesi Spektroskopi ile Yapısal Analiz.....	96
2.3.18 X-ışınları Difraktometresi ile Yapısal Analiz	96
2.3.19 Diferansiyel Termal Analiz ve Termogravimetrik Analiz (DTA-TG)	96
3. ARA TIRMA SONUÇLARI VE TARTI MA.....	97
3.1 Çözeltilerin pH Değerleri	97
3.2 Nanosollerin, Polimerlerin ve Hibrid Malzemelerin Viskozite Sonuçları	98
3.3 Kütlesel Artış Sonuçları.....	104
3.4 Su ve Yağlılık ve Temas Açış Sonuçları	107
3.5 Su Buhar Geçirgenliği Sonuçları	119
3.6 LOI Analizi Sonuçları.....	124
3.7 Dikey Güç Tuturluk Testi Sonuçları	130
3.8 DTA-TG Analizi Sonuçları	134
3.9 Kopma Mukavemeti ve Uzama Sonuçları	144
3.10 Yrtılma Mukavemeti Sonuçları.....	146
3.11 Beyazlık ve Sarılık Ölçümü Sonuçları	150
3.12 E ilme Uzunlu u Sonuçları.....	157
3.13 Buru mahlık Açış Sonuçları.....	162
3.14 SEM ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları	167
3.15 FTIR-ATR ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları.....	184
3.16 XRD ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları.....	197
4. SONUÇ VE ÖNERİLER	202
KAYNAKLAR	205

TABLO LİSTESİ

Tablolar

- 1.1** : Bazı kumaşların kısa süreli ya da murlama işlemi sonucu yapışma aldıkları veya DIN 53814'e göre yapışmada tutabildikleri (i) me) su miktarları. 8
- 1.2** : Seçilmiş polimerlerin ve inorganik oksitlerin yüzey enerjileri. 11
- 1.3** : Farklı moleküler yapı bloklarının kritik yüzey gerilimi değerleri..... 38
- 2.1** : Su-ya itici kumaş üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler, hazırlanan çözeltilerin pH değerleri ve bu çözeltiler ile kaplanan kumaşların kütleli artışı değerleri. 63
- 2.2** : Özel su iticilik denemeleri 1 için reçeteler 66
- 2.3** : Özel su iticilik denemeleri 2 için reçeteler. 71
- 2.4** : Konvansiyonel yöntemle su-ya itici ve/veya güç tuturluk bitim işlemi için kullanılan reçeteler ve bu çözeltilerin pH değerleri ve bu çözeltiler ile kaplanan kumaşların kütleli artışı değerleri..... 77
- 2.5** : Konvansiyonel kaplama reçeteleri..... 78
- 2.6** : Su-ya itici ve güç tuturlu kumaş üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 1..... 87
- 2.7** : Su-ya itici ve güç tuturlu kumaş üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 2..... 88
- 2.8** : Su-kir-ya itici ve güç tuturlu kumaş üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 3..... 89
- 2.9** : Su-ya itici ve güç tuturlu kumaş üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 4..... 90
- 2.10** : Emülsiyon polimerizasyon yöntemi kullanılarak nanosol katkı vinil asetat polimeri üretimi için kullanılacak reçeteler..... 91
- 3.1** : Su iticilik sol-jel reçetelerine göre işlem gören kumaşların kopma mukavemeti, uzama, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mahlık açış, ya iticilik değerleri ve e ilme uzunluğu değerleri..... 107
- 3.2** : Özel su iticilik işlemleri görmüş kumaş örneklerinin kütleli artışı, yatkamadan önce ve sonra temas açış, yatkama mukavemeti, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mahlık açış, ya iticilik değerleri ve e ilme uzunluğu değerleri.114
- 3.3** : İşlem gören kumaş örneklerinin pH, kütleli artışı, viskozite, temas açış, ya iticilik, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mahlık açış, ya iticilik değerleri ve yatkama mukavemeti, e ilme uzunluğu, LOI değerleri 1. 120
- 3.4** : İşlem gören kumaş örneklerinin pH, kütleli artışı, viskozite, temas açış, ya iticilik, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mahlık açış, ya iticilik değerleri ve yatkama mukavemeti, e ilme uzunluğu, LOI değerleri 2. 122
- 3.5** : Özel su iticilik işlemleri görmüş kumaş örneklerinin kütleli artışı, yatkamadan önce ve sonra temas açış, yatkama mukavemeti, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mahlık açış, ya iticilik değerleri ve e ilme uzunluğu değerleri 3.123
- 3.6** : Yatkamadan önce örneklerin (G1-G30) LOI değerlerinin One-way ANOVA'ya göre istatistiksel değerlendirilmesi..... 125

- 3.7** : Y²kamadan sonra örneklerin (G1-G30) LOI de²erlerinin One-way ANOVAya göre istatistiksel de²erlendirmesi..... 125
- 3.8** : Y²kamadan önce örneklerin (G1-G30) LOI de²erlerinin Duncan testine göre istatistiksel olarak gruplar²n kar²ıla t²r²lmas²..... 126
- 3.9** : Y²kamadan sonra örneklerin (G1-G30) LOI de²erlerinin Duncan testine göre istatistiksel olarak gruplar²n kar²ıla t²r²lmas²..... 127
- 3.10** : Seçilmi baz²su-ya iticilik ve/veya güç tutu ruluk i lem reçeteleri131
- 3.11** : Seçilmi baz²su-ya iticilik ve/veya güç tutu ruluk i lem reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin TG analizi sonucu a²r²lk kay²plar², LOI de²erleri ve alev yay²lma süreleri. 131
- 3.12** : Seçilmi kuma örneklerinin endo ve ekzotermik reaksiyon s²caklık aral²kları², aktivasyon enerjileri ve ekzotermik pik s²caklık². 135

EK L L STES

ekiller

- 1.1 : Sol-jel i leminde hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlar²..... 2
- 1.2 : Sol-jel i lemi ile tekstil yüzeyinde silika kserojel film tabakas²n²n olu umu²
- 1.3 : Nanosollerin kimyasal modifikasyonu (M: Al, Ti, Zr. vs; R: alkil, floralkil, epoksi alkil, boya, biyolojik bile en) 3
- 1.4 : Nanosollerin fiziksel modifikasyonu..... 4
- 1.5 : Modifiye edilen sol-jel kaplamalar ile tekstil materyaline kat²abilen fonksiyonel özellikler. 5
- 1.6 : Su iticilikte yüzey gerilim kuvvetlerinin denge durumu. 1- Su damlas², 2- Kuma 8
- 1.7 : Hidrofob silan monomerleri. 12
- 1.8 : Tekstil uygulamalar² için nanosollerin hidrofob modifikasyonlar² için çal² 2an polisiloksanlar. 12
- 1.9 : Bir epoksisilandan türetilen sol esasl² bir kaplamada suyun temas aç²s² üzerine hidrofob (floranm²) alkoksisilan aditifinin etkisi..... 13
- 1.10 : Farkl² altl²k malzemeler üzerinde artan zincir uzunlu u ile veya feniltrietoksisilan ile hidrofob alkiltrietoksisilan aditifleri ile (a 2rl²kça %4) modifiye edilen nanosol kaplamalar. 15
- 1.11 : Sprey testi (kare) veya dald²rma testinden (üçgen) sonra artan konsantrasyonlarda heksadesiltrietoksisilan içeren nanosoller ile bitim gören Co/PES kuma 2n su al²m² de erleri. 15
- 1.12 : Su ile dald²rma (dolu üçgen) veya sprej (kareler) testinden sonra feniltrietoksisilan (bo üçgen) ve alkil zincir uzunlu undaki art² ile alkiltrietoksisilan aditiflerini içeren nanosoller ile i lem gören Co/PES kar² 2m kuma 2n su al²m² de erleri. 17
- 1.13 : Sol-jel kaplanan kuma lar²n su al²m² için yukar²da tan²mlanan modelin ematik çizimi. 17
- 1.14 : Hidrofob organik/inorganik hibrid polimer sollar²in haz²rlanmas² için kullan²lan diürepiltrietoksisilan²n yap²sal formülü 18
- 1.15 : UV muamelesinden önce ve sonra vinil modifiye sollar ile i lem gören pamuklu örneklerin su al²m²ndaki farkl²2k. 19
- 1.16 : Viniltrimetoksisilan gibi (VTMS) vinil modifiye alkoksisilanlar ile modifiye edilen veya VTMS esasl² bir sol ile kaplanan tekstil malzemesi için vinil gruplar²n²n çapraz ba lanmas²n² gösteren ematik çizim. 20
- 1.17 : Flor karbon polimerinde etkili maddeler ve yerle im düzenleri..... 35
- 1.18 : Ya -itici kaplamalar² ba armak için nanosol modifikasyonu için kullan²lan floro-yüzey aktif maddelerinin seçimi 39
- 1.19 : Farkl² olarak modifiye edilen sollar ile muamele edilen pamuklu kuma lara damlat²lan farkl² kirler..... 40

1.20 :	Ameliyathanelerde giyilen k ² yafetlerde kullan ² an poliamid kuma larda florlanm ² nanosol kaplamalar ² . Kullan ² an nanosolün kat ² içeri ine göre kuma lar ² n su al ² m ² ve e ilme uzunlu u.....	41
1.21 :	Ameliyathanelerde giyilen k ² yafetlerde kullan ² an poliamid kuma larda florlanm ² nanosol kaplamalar ² . Kullan ² an nanosolün kat ² içeri ine göre kuma lar ² n hava geçirgenli i	42
1.22 :	Lotus yapra 2n ² n (Nelumbo nucifera) yüzeyinin SEM görüntüsü..	44
1.23 :	Düzgün bir dü ük enerjili yüzeyin davran ² ve hiyerar ik olarak yap ² land ² m ² ve hidrofob kendi kendini temizleyen yüzeyden suyla kirin uzakla mas ² n ² gösteren tasar ² m.	44
1.24 :	Farkl ² topografi ile hidrofob kat ² yüzeyler ve su damlas ² aras ² nda efektif temas alan ² n üzerinde topografinin etkisi.....	46
1.25 :	Cam yüzeylerde nanosol kaplamalar ² n ² n SEM görüntüleri. Üstteki foto: Bir epoksisilan modifiye silika solden türetilen kaplama; Alttaki foto: Epoksi- ve hegzadesilsilan bile ikleri ile modifiye edilen silika solden türetilen kaplama.	47
1.26 :	Pamuk, poliester ve nomex kuma lar ² n yanma a amalar ²	49
1.27 :	Piroliz sonucu aç ² a ç ² kan ürünler	50
1.28 :	Fosfatosilan bile i ine örnek (diethylfosfatetilrietoksisilan).	53
2.1 :	Su-ya iticilik bitim uygulamas ² için sol-jel i lem ak ² 2.....	62
2.2 :	Özel su iticilik denemeleri 1 için i lem ak ² 2	67
2.3 :	Özel su iticilik denemeleri 2 için i lem ak ² 2.	72
2.4 :	Su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim uygulamas ² için sol-jel i lem ak ² 2.75	
2.5 :	Polimer katk ² su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim uygulamas ² için sol-jel i lem ak ² 2 1.....	80
2.6 :	Polimer katk ² su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim uygulamas ² için sol-jel i lem ak ² 2 2.....	82
2.7 :	(a) G49, (b) G50 ve (c) G51 reçeteleri uygulanan kuma lar ² n görüntüleri	84
2.8 :	Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile nanosol katk ² ve katk ² s ² z vinil asetat polimeri üretimi için i lem ak ² 2.....	85
3.1 :	Nanosol reçetelerini, konvansiyonel su-ya iticilik ve güç tutu urluk reçeteleri ve konvansiyonel polimer reçetelerinin viskozite grafikleri	103
3.2 :	(a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Vinil asetat esasl ² ve Akrilat ve Florkarbon esasl ² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin kütlesele art ² de erleri	106
3.3 :	S6 reçetesine göre i lem gören kuma lar ² n temas aç ² s ²	109
3.4 :	Su için (W) ve n-hegzadekan (C16) için PFOTES (1H, 1H, 2H, 2H-perflorooktilrietoksi silan), FAS (floroalkil fonksiyonel su esasl ² siloksan (FAS) (Dynasylan F 8815, Evonic Industries, Germany)), AP ₂ PF ₂ IO ₄ POSS (POSS esasl ² silan ba lat ² c ² maddesi: aminopropilperfloroisooktil polihedral oligomerik silsesquioksan) ve AP ₂ IO ₆ POSS (POSS esasl ² silan ba lat ² c ² maddesi: aminopropilisooktil polihedral oligomerik silsesquioksan) solleri ile i lem gören kuma 2n temas aç ² s ² de erleri.....	110
3.5 :	Ya itici kaplamalar ² ba armak için nanosol modifikasyonlar ² için uygulanan flor esasl ² yüzey aktif maddelerin seçimi.....	112
3.6 :	Organo fonksiyonel trietoksisilanlar ² n kimyasal yap ² s ² : hegzadesil trietoksi silan (ATES), 1H, 1H, 2H, 2H- perflorooktil trietoksisilan (PFOTES).	113

- 3.7** : Selüloz liflerinde PFOTES ba lat²c² maddesi kullanıd² ına hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonlar²..... 113
- 3.8** : Reaktif binder olarak DICH (diisosiyanotoheksil) varı² ında AP₂PF₂IO₄POSS ba lat²c² maddesinin selüloz liflerine kimyasal ba lanmas². 114
- 3.9** : (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Akrilat ve Florkarbon esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra temas aç²s² de erleri.. 118
- 3.10** : lem görmeyen kuma ve seçilmi su-ya iticilik i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra su buhar² geçirgenlik indeksi de erleri grafi i..... 120
- 3.11** : lem görmeyen kuma ve (a) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra LOI de erleri.129
- 3.12** : Seçilmi baz² su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lem reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra dikey yakma testi sonucu görüntüleri. 134
- 3.13** : lem görmeyen kuma ve (a) Konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b, c) Polimer içermeyen seçilmi su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d, e, f, g) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Akrilat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin TG grafikleri..... 139
- 3.14** : lem görmeyen kuma ve (a) Konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b, c) Polimer içermeyen seçilmi su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d, e, f, g) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Akrilat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin DTA grafikleri..... 143
- 3.15** : lem görmeyen kuma ve seçilmi su-ya iticilik i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin kopma mukavemeti (a) ve uzama (b) grafikleri.. 145
- 3.16** : lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²rt²ma mukavemeti de erleri..... 150
- 3.17** : lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin Stensby göre beyazlık de erleri..... 154

- 3.18** : lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin E313 ϕ göre sarı²k de erleri. 156
- 3.19** : lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu u de erleri. 161
- 3.20** : lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin buru mazlı²k aç²s² de erleri. 167
- 3.21** : lem görmeyen kuma ve çe itli su-ya iticilik i lemleri görmü kuma örneklerinin SEM görüntüleri..... 173
- 3.22** : lem görmeyen kuma ve polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin SEM görüntüleri..... 177
- 3.23** : lem görmeyen kuma ve akrilat ve florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin SEM görüntüleri..... 180
- 3.24** : lem görmeyen kuma ve vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin SEM görüntüleri. 184
- 3.25** : lem görmemi kuma , (a) konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk reçetelerine göre i lem gören kuma örnekleri, (b, c, d, e) nanosoller ile su-ya iticilik i lemi görmü kuma örneklerinin FTIR-ATR grafikleri. 187
- 3.26** : lem görmeyen kuma ve (a, b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Akrilat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (e) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin FTIR-ATR grafikleri..... 189
- 3.27** : lem görmeyen kuma ve seçilmi polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri le i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri..... 193
- 3.28** : lem görmeyen kuma ve ticari vinil asetat esaslı polimerleri içeren seçilmi su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri.195
- 3.29** : lem görmeyen kuma ve emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen vinil asetat esaslı polimerleri içeren seçilmi su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri..... 196

3.30 : İ le m görmeyen kuma ve (a) konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri, (b, c, d) nanosoller ile su-ya iticilik i le mi reçeteleri, (e) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri, (c) Akrilat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri ile i le m gören kuma örneklerinin XRD spektralar². 201

ÖZET

Sol-Jel Yöntemi Kullanarak Su İtici ve Güç Tutucu Çok Fonksiyonlu Organik-inorganik Hibrid Tekstil Kaplamalarının Üretilmesi

Tekstil materyallerinin yüzey modifikasyonunda sol-jel teknolojisinin kullanılması malzeme bilimlerindeki gelişmelerle son 10 yılda büyük önem kazanmıştır. Tekstil bitim süreçlerinde sol-jel teknolojisinin kullanılması ile tekstil materyallerine fotokromik, elektrokromik ve termokromik, aşınma dayanıklı, filtrasyon, adsorpsiyon ve seçici-geçirgenlik özellikleri, UV-koruyucu özellik, antistatik özellik, antimikrobiyal özellik, kendi-kendini temizleme, buru mazlak, süperhidrofob özellik, güç tutuculuk ve su, kir-yağ itici özellikler gibi çok çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılabilir. Konvansiyonel tekstillere göre, katma değeri yüksek, farklı ve cazip özellikler kazandırılan multifonksiyonel tekstillerin Pazar payı giderek artmaktadır. Günümüzde multifonksiyonel tekstiller, tekstil endüstrisindeki gelişmelerle birlikte önem kazanmaktadır. Tekstil işletmesine de kolaylıkla uygulanabilen ve basit bir uygulama yöntemine sahip olan sol-jel teknolojisi ile nanoboyutta kaplanan filmler ile tekstil materyaline pek çok özellik tek bir proses ile kazandırılabilmekte ve böylece ilave fonksiyonel özellikler verilerek çok yönlü bir tekstil materyalinin üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Bu proje çalışmasında sol-jel teknolojisini kullanarak tekstil materyallerine su, yağ itici ve güç tutucu özellik kazandırılması ve bu özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu proje kapsamında konvansiyonel yöntemler ile ve sol-jel yöntemi ile elde edilen iticilik ve güç tutuculuk performansları, tekstil malzemesinin fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki gelişmeler ve bu bitim süreçleri için kullanılan kimyasal madde sarfiyatı ve uygulanan bitim sürecinin kalite ve maliyetleri araştırılmıştır. Bu proje çalışmasında bu amaçla kumaşların üretiminde çeşitli alkil modifiye silanlar veya hidrofob organik maddelerle modifiye edilmiş alkoksi silanlar kullanarak kumaşlara su itici özellik kazandırılırken fosfor katkı organik modifiye silanlar ile güç tutucu özellik eş zamanlı olarak veya ayrı ayrı kazandırılmaya çalışılmıştır. Ayrıca silanlar ile birlikte aynı banyoda organik polimerlerin karıştırılması ile organik inorganik hibrid çözeltiler hazırlanmıştır. Bu sayede üretilen organik inorganik hibrid malzemeler ile organik ve inorganik kimyaların avantajları kombine

edilmi tir. Ayrca bu sayede kaplanan kuma n kullan m performans özellikleri geli tirilmi tir. Özellikle güç tutu urluk bitim i leminden beklenen y kama dayan m organik polimerin ba lay c etkisi ile hibrid malzemelerin kullan m sayesinde geli tirilmeye çal m t r. Haz rlanan organik-inorganik hibrid polimerlerin viskozitesi incelenmi ve rakle ile s y rma yöntemi ile kaplamalar gerçekte tirilmi tir. Kaplanan kuma lar n DTA-TG, XRD, FTIR-ATR ve SEM cihazlar ile ayr nt l analizleri gerçekte tirilmi tir. Ayrca su iticilik de erleri temas aç s ölçümü ve püskürtme test yöntemi ile, güç tutu urluk özellikleri LOI ölçüm cihaz ve dikey güç tutu urluk cihaz ile belirlenmi tir. Ayrca bu özelliklerin çoklu evsel y kamalar sonundaki dayan mlar tespit edilmi tir. Farkl organik inorganik malzeme kombinasyonlar ile yapılan çal malar sonucunda en iyi su iticilik ve güç tutu urluk de erlerine sahip kuma belirlenmi tir. Sonuç olarak sol-jel yöntemi, tekstil malzemelerine su, ya itici ve güç tutu urluk bitim i lemleri için konvansiyonel yöntemlere alternatif bir yöntem olarak sunulmu tur.

Anahtar Kelimeler: Sol-jel teknolojisi, nanoteknoloji, su-ya iticilik, güç tutu urluk, organik-inorganik hibridler, pamuklu kuma

SUMMARY

PRODUCTION OF SUPERHYDROPHOBIC AND FLAME RETARDANT MULTIFUNCTIONAL ORGANIC-INORGANIC HYBRID TEXTILE COATINGS BY SOL-GEL PROCESS

Using sol-gel technology in surface modification of textile materials with developments in material science attracted interests in decade. The production of textile materials with great variety of functional properties such as photochromic, electrochromic and thermochromic, abrasion strength, filtration, adsorption and selectively permeability, UV- protectivity, antistatic properties, antimicrobial properties, self-cleaning properties, durable press, superhydrophobicity, flame retardancy and water, soil-oil repellency properties can be carried out by sol-gel technology. The demand in market for multifunctional textiles exhibiting different and appealing properties and being high value added products compared with conventional textiles. Recently multifunctional textile have great importance with industrial changing. The production of multifunctional textile materials can be possible by one step simple sol-gel process with coating nanofilm, which can be easily applied in textile plant. In this project, the production of textile materials with water, soil-oil repellency, flame retardancy properties and improvement of their properties is aimed. Moreover the repellency and flame retardant performance of the cotton fabric samples obtained with using sol-gel process, the difference of physical and chemical properties of the samples and the chemical saving and the durability of the sol-gel process was compared with conventional process in the project.

In the project, it was studied to obtain simultaneously and separately the water repellent textile materials using alkyl modified silanes or alkoxy silanes modified with hydrophobic organic materials and flame retardant textiles using phosphorous doped

silanes modified with organic materials for this aim. Moreover organic-inorganic hybrid solutions mixing organic polymers together with silanes in the same bath were prepared. Thus the advantages of organic and inorganic parts of produced organic and inorganic hybrid materials were combined. Hence the wearing performance of coated fabrics has been increased. The washing durability properties expected for especially flame retardancy process were carried out by means of using hybrid materials by the binding effect of organic polymer. The viscosity of prepared organic and inorganic polymers was studied and the polymers were coated by knife over roll method. The analysis of the coated fabrics was carried out by DTA-TG, FTIR-ATR, XRD and SEM. It was determined the water repellency properties of the fabrics by contact angle measurements and spray testing and their flame retardancy properties by LOI testing and vertical flammability testing. The washing durability of these properties was tested. The best water repellent and flame retardant fabric sample were found in the result of studies with different organic and inorganic hybrid materials combinations. In conclusion, it was presented that sol-gel process is an alternatively process to produce water and oil repellent and flame retardant fabric compared with conventional process.

Key Words: Sol-gel technology, nanotechnology, water-oil repellency, flame retardancy, organic-inorganic hybrids, cotton fabric

BÖLÜM 1

G R

1.1 Sol-jel Teknolojisi Hakkında Genel Bilgiler

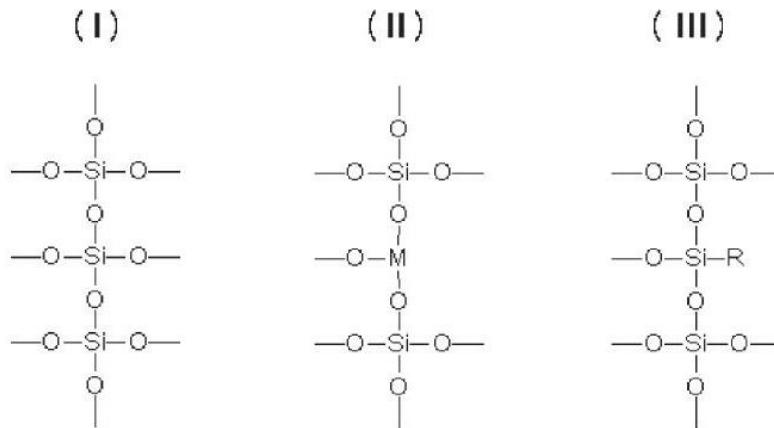
Sol-jel reaksiyonlar² için ba lat²c² madde olarak bir metal alkoksit veya metal tuzu kullanılır. Bu ba lat²c² madde uygun bir organik çözügen ve/veya su içerisinde çözülür ve hidroliz reaksiyonlar² gerçekleşir. Hidroliz reaksiyonlar² asit veya alkali katalizli olarak gerçekleşir (ekil 1.1). Hidroliz sırasında alkoksi gruplar² (-OR), hidroksi (-OH) veya (-O-) ile yer değiştirir. Hidroliz ürünleri çözelti içinde düşük-orta derecede çapraz bağlanan metal partikülleridir. Bu şekilde hazırlanan çözeltiler; saydam, stabil ve 50 nm'den daha küçük partikül çapına ve % 4-20 katı içeriğine sahip nano büyüklükte dispersiyonlardır. Normalde, bu şekilde hazırlanan nanosoller hidrolize uğramaz ba lat²c² maddelerin alkollerini içerir. Alkol içeren nanosoller yüksek depolama stabilitesine (uzun jelleme süresi), herhangi bir tekstil materyaline iyi yapışma özelliğine, düşük sıcaklıklarda hızlı kuruma sürelerine sahip olma avantajına sahiptir.

Daha sonra metal alkoksitler ile oluşan metal hidroksitler arasında kondenzasyon reaksiyonlar² gerçekleşir. Kondenzasyon reaksiyonlar² sonucunda polimerizasyon derecesi kritik bir değere ulaştığında jelleme meydana gelir. Metal partikülleri kaplama ve süsleme boyunca tekstil yüzeyinde polikondenzasyon ile metal kserojel film tabakasının oluşması mümkündür. ekil 1.2'de ba langıç madde olarak silisyum alkoksidi kullanarak tekstil materyali yüzeyinde silika kserojel film tabakasının üretim amaçları gösterilmektedir.

u rayan nanosoller ise, daha büyük gözenekler ile partikül agregatlar² olu turur. Kaplama sonras² ²s² muamele, iyi yap² ma ve tekstil materyali üzerinde dayan²kl² kaplama elde edilmesini sa lar. Y²kamaya dayan²m ve mekanik özellikler tavlama s²cakl² ²n²n ve süresinin art²r²lmas² ile geli tirilir. Bununla birlikte, ço u tekstil materyalleri için ²s² i lem s²cakl² ² 180 °C²den daha yüksek olamaz, yoksa ²s² parçalanma gerçekte ir.

Tekstil materyallerine fonksiyonel özellikler kat²lmas²nda, sol-jel yönteminin kullan²lmas² büyük ilgi görmektedir. Çünkü sol-jel kaplamalar² tekstil materyallerine çok farklı özellikler ilave edilmesini sa layarak kimyasal ve fiziksel olarak kolayl²kla modifiye edilebilmektedir.

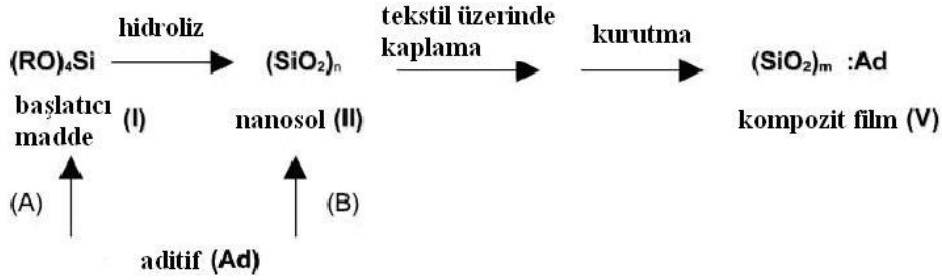
Kimyasal modifikasyon aditifler ile ko-kondenzasyon ile gerçekte tirilebilir. Aditifler, metal oksit matriksine kovalent ba lar olu turmak için ko-reaktant olarak i lev görebilir (ekil 1.3). Kimyasal modifikasyon, farklı tipte metal alkoksitlerin birbirleriyle reaksiyonuyla veya organik substitüent olarak . R grubu içeren bir trialkoksisilan (R-Si(OR)₃) kullanarak olu abilir. İlk yöntemde örne in, tetraetoksisilan (Si(OC₂H₅)₄) di er bir metal alkoksiti ile M(OR)_n (M=Al, Ti, Zr, Zn, etc.) reaksiyon verebilir. Kar² t²r²lan nanosollerin ba lat²c² maddeleri oldukça farklı hidroliz h²zlar²na sahip oldu unda, daha reaktif olan bile enin seçimli kompleksasyonu ile h²z koordinasyonu gereklidir. Di er yöntemde ise, trialkoksi silan silika matriksine hidroliz ve ko-kondenzasyon ile kovalent olarak ba lan²r ve dolay²s²yla . R substituenti silika matrikse kimyasal olarak ba lan²r (ekil 1.3).



ekil 1.3: Nanosollerin kimyasal modifikasyonu (M: Al, Ti, Zr. vs; R: alkil, floralkil, epoksi alkil, boya, biyolojik bile en)

Birle tirilen . R substitüenti sayesinde, nanosol kaplama geni bir aral2kta modifiye edilebilir. Örne in, su itici veya ya itici özellikler alkil veya perfloralkil içeren trialkoksi silanlar ile sa lanabilir. R=epoksialkil veya akrilat ile modifiye edilen nanosoller, tekstil materyali yüzeyine ba lanmay2 ve kaplama tabakas2n2n 2s2 veya fotokimyasal çapraz ba lanmas2n2 mümkün k2lar. Bu modifikasyon kaplaman2n mekanik özelliklerini ve tekstil lifine olan yap2 mas2n2 büyük ölçüde art2r2r.

Oksit matriksinin fiziksel modifikasyonu; inorganik koloidal metaller, oksitler, pigmentler, boyarmaddeler, organik polimerler veya biyomoleküller gibi immobilize edilen aditifler (Ad) ile kaplamalar2n haz2rland2 2 yayg2n bir metottur. Kaplama içerisinde canl2 hücreleri bile immobilize etmek mümkündür. Ba lat2c2 maddelerin hidrolizinden önce (varyant A) veya sonra (varyant B) aditiflerin ilavesiyle immobilizasyon gerçekleştirilebilir (ekil 1.4).



ekil 1.4: Nanosollerin fiziksel modifikasyonu

Her iki varyant, kompozit içinde benzer strüktüre ve immobilizasyon davran2 2na sahiptir. Çünkü esas2nda enkapsülasyon i lemi, kondenzasyon ad2m2nda gerçekleştirilmektedir. Aditifleri, inorganik matriks içerisinde immobilize etmek çok verimli bir yöntemdir ve oksit matriksinin bile enleri ve strüktürü, Ad:oksit oran2 ve gözenek olu turucu maddelerin ilavesi gibi parametrelere ba l2 olarak kontrol edilebilir. Dolay2s2yla kimyasal ve fiziksel modifikasyonun kombinasyonu, inorganik nanosol kaplamalar2na s2n2rs2z uygulama ve geli im potansiyeli ve tekstil materyallerine çok çe itli fonksiyonel özellikler kazandı2rma olana 2 sa lar (ekil 1.5).

Genel olarak malzeme alan2nda korozif, ferroelektrik, dielektrik, piezoelektrik, optik ve elektrooptik malzemelerin üretilmesini sa layan sol-jel teknolojisi; yüksek safl2kta, dü ük i lem s2cakl2 2nda, seyreltik ko ullarda ve kontrol edilebilir kolloidal partikül ekli, büyüklü ü ve büyüklük da 22m2 ile malzemeler eldesinde ve atomik düzeyde kar2 2m sa lanmas2nda kullanılmaktadır [PIERRE, 1998; MAHLTIG ve ark. 2005].

Özellikle tekstil ürünlerinin yüzeylerinin sol-jel yöntemi kullanılarak modifiye edilmesi çok yeni konular arasında olup, literatürde çok bol bulunmaktadır.

Genel olarak basit bir inorganik nanosol; su-itici tekstiller için tekstil endüstrisinin taleplerini karşılayamayacaktır. Epoksisilanlar gibi çeşitli organik veya organik olarak modifiye edilen aditifler ise inorganik nanosol kaplamaların hidrofob özelliklerini artırabilir [SONG ve ark. (2003), TEXTOR ve ark. (1999)]. Sol-jel ile üretilen amfifilik ve polar grupların girişi beklenildiği gibi kaplamanın yüzey enerjisini artırır.



ekil 1.5: Modifiye edilen sol-jel kaplamalar ile tekstil materyaline katılabilen fonksiyonel özellikler

Son yıllarda tekstil materyallerine fonksiyonel özellikler kazandırmak için inorganik sol kaplamasına olan ilginin artmasının pek çok nedeni vardır:

- Çünkü 50 nm'den daha küçük partikül çapları ile sol esaslı metal oksitler tekstil materyali yüzeyinde iyi yapılaşma özelliği gösteren saydam bir oksit tabakası oluşturmaktadır.
- Bu oksit tabakaların yüksek ve düşük etkisine, kimyasal ve mikrobiyal saldırılara karşı dayanıklıdır.
- Bu tabakalar çeşitli yüzey özellikleri katarken; yüksek mekanik mukavemet, dayanma ve kullanma dayanımı gibi özellikleri geliştirmektedir.
- Oksit kaplamalar, organik ve biyolojik bileşikler, inorganik partiküller ve polimerler gibi fonksiyonel aditiflerin hapsedildiği bir taşıyıcı tabaka olarak görev yapar. Oksit kaplamalar ile hapsedilen bileşiklerin immobilizasyon derecesini ve tabaka gözenekliliğini kontrol etmek mümkündür.

- o Tekstil bitim i lemlerinde emdirme ve çektirme yöntemlerinde kullanılan konvansiyonel kaplama cihazlarında oda sıcaklığı ve normal atmosfer basıncında bu kaplamalar hazırlanabilir. Ayrıca daldırma-kaplama veya püskürtme gibi yöntemler ile bu çözeltiler uygulanabilir.

1.2 Su iticilik Bitim i lemi

Tekstil materyallerinin ilk uygulamalarından biri insanlar havaya, ya mura ve kara karışık korumasıdır. Dolayısıyla su itici tekstillerin hazırlanması için yapılan tekstil bitim i lemleri hala tekstil endüstrisinde önemlidir. Sadece ya murluk ve emsiyelerde değil halılar, perdeler, döşemelikler veya masa örtüleri gibi diğer pek çok tekstil malzemesinde su itici özellik istenmektedir.

Evde kullanılan yukarıda bahsedilen malzemelerin yanında aynı zamanda pek çok teknik tekstil materyali için su itici özellik önem taşımaktadır. Örneğin gıda ve tütün endüstrisinde kullanılan konveyör kayışları pek çok kriteri karşılamak zorundadır. Taahhüt edilen ürün konveyör kayış yüzeyine yapışmamalıdır. Özellikle gıda endüstrisinde ürünler genellikle su ve yağ içerikli ürünlerin bir karışımıdır. Ayrıca hijyen standartlarını karşılamak için kayışlardaki kalıntıların temizlemek kolay olmalıdır. Diğer bir örnek malzeme filtre malzemeleri olabilir: Filtrelerin temizlenmesi için gereken süre önemli miktarda su itici özelliklerine bağlıdır. Eğer filtre malzemesinin temizleme aralıkları azaltılabilirse, bir yandan ürünün ömrü arttırılabilir ve diğer yandan imalat i lemi daha az sıklıkla kesilmek zorunda kalır. Otomotiv uygulamalarında dizel yakıtın filtrasyonu için sol-jel i lemi ile modifiye edilen filtre malzemeleri hali hazırda ticari olarak mevcuttur [CHABRECEK ve ark., 2005].

İtici yüzeylerin üretimi aynı zamanda tıbbi uygulamalarda kullanılan tekstiller için oldukça önemlidir. Ameliyathanelerde kullanılan diğer tüm malzemeler gibi tekstil malzemeleri de sterilize edilebilir olmalı ve olası kontamisyona karşı mümkün olduğu kadar korunmalıdır. Bir ameliyat sırasında cerrah yüksek miktarda sıvı itici ve aynı zamanda temiz kalabilen kuyafetlere ihtiyaç duyar. Ayrıca ilginç olan bir alan da yaraların tedavisinde iyileşen yaraya daha az yapışkan olan bandaj ve plasterlerin gelişimidir. Çoklukla yara örtüsünün uzaklaştırılması yenilenen derinin zayıflamasına neden olduğu için yaranın iyileşme süresini uzatır.

Ya ve su iticili i kombine eden ürünlerin yanında hidrofily özellikleri ile birlikte ya iticilik özelli i gösteren ürünler de baz uygulamalar için istenebilir. Polar ve hidrofily maddeleri, polar olmayan veya oleofobik maddelerden ayrabilen filtre malzemeleri ke fedilmi tir.

Genellikle Goretex veya Sympatex firmaların yapt gibi üretilen membranların kuma üzerine laminasyonu ile veya yo un bir polimer tabakası ile tekstilin açk yapısını tamamıyla örterek bir su bariyeri üretilebilir. Sol-jel teknolojisinde ise çok ince kaplama yapısı ile kuma n açk yapısını örtmeden yüzey enerjisinin dü ürlmesi prensibine dayanarak su itici kaplamalar üretilebilmektedir [MAHLTIG ve Textor, 2008].

Su iticilik i leminin esas uzun zincirli su itici bir gruba sahip olan kimyasal maddelerle kuma n yüzeyinde suyu sevmeyen, suyu iten bir zar olu turmaktadır. Kesacası su iticilik i leminin prensibi kuma n üst yüzey gerilimini suya karşı yükseltmektir. Doğal liflerin hepsi az veya çok oranda suyu seven (hidrofily) bir yapıya sahiptirler. Hele ki bu, yalın ve yün ve ya , mum pektinden arındırılm pamuk söz konusu ise çok daha fazla su sever hale gelmektedir. Su iticilik i lemi ile kuma larda yaratılmak istenen etki ham pamuklu kuma n su itici yapısına benzeyen bir etkidir.

Su iticilik i lemi ile yalnızca kuma yüzeyinde su itici bir zar olu turuldu u için kuma n iç yapısı ve gözenek yapısı hiçbir şekilde olumsuz yönde etkilenmez ve aynı kalır. Bu husus su iticili in en karakteristik belirgin özelli idir. Kuma n gözenekleri kapanmadı için giyimde deri solunumu ve ter nakli olumsuz yönde etkilenmez. Hatta vücuttan çıkan su buharı hiç yo unla madan tümüyle uzakla tma için su iticilik i lemi görmü kuma lar di erlerine göre daha kuru ve daha fazla hava geçirgen özelliktedirler. Yine su iticilik i leminde etkinin yüzeyde kalması en iyi şekilde kuma n yapısına aldıkları su miktarı ile yapısında tutabildi i su (i me de eri) miktarı arasındaki fark ile açıklanabilir.

Bir kuma n yapısına su alma de eri denildi inde onun kısa süreli emdirme veya ya murlama i lemi sırasında yapısına, bünyesine alabilece i su miktarı anlaşılmaktadır. Su iticilik i lemi görmü olan bir kuma emdirme sırasında lemi sonunda yapısına daha az su almaktadır (Aynen ham pamuklu kuma ta oldu u gibi).

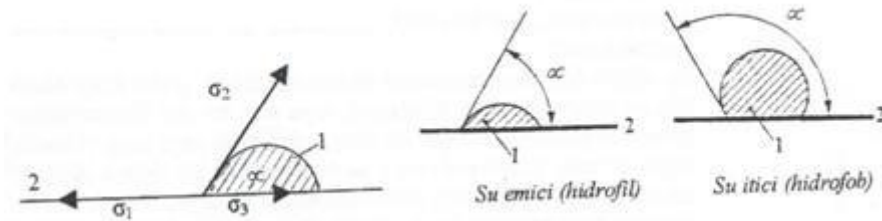
İme de eri ise yine o kuma ın veya liflerin belli bir standarda göre iki saat süre ile 2slatıdktan sonra santrifüjlenmesi sonunda yap2sında tutabildi i su miktarıdır.

Tablo 1.1: Bazı kuma ların k2sa süreli ya murlama i lemi sonucu yap2sına aldıkları veya DIN 53814φ göre yap2sında tutabildikleri (i me) su miktarları

	Yap2sına su alma de erleri (%)		Yap2sında su tutma de erleri (%)	
	İlem görmemi	İlem görmü	İlem görmemi	İlem görmü
Pamuklu	100-120	17	52	49
Yünlü	80-100	22	42	32
Viskon	135-170	22	78	74

Su iticilikte etki yalnızca kuma ın ve liflerin yüzeyinde oldu u için su iticilik i lemi görmü ve görmemi kuma lara ait i me de erleri arasında çok fazla bir fark yoktur. Ancak yap2sına ald2 2 su miktarları arasında epeyce bir fark oldu u Tablo 1.1φlen de aç2kca görülmektedir. O nedenle su iticilik i lemi görmü bir kuma emdirme s2kma i lemi s2rasında yap2sına su almamak için direnmekte ve do al olarak i lem görmemi formuna göre daha az su almaktadır. Yani su iticilik i lemi ile kuma ın yap2sına su alma de eri azalırken, yap2sında su tutma de eri pek de i memektedir.

Su iticilik i lemi kuma ın, liflerin üst yüzey gerilimi suya kar 2 yükseltildi i için bu durumda yüzeye gelen su kuma tarafından emilmemekte ve su damlacıkları kürecikler halinde kuma yüzeyinde kalmay2 tercih etmektedirler.



ekil 1. 6: Su iticilikte yüzey gerilim kuvvetlerinin denge durumu. 1- Su damlası, 2- Kuma

Su iticilik ve su emicilik etkileri s2n2r yüzey gerilim kuvvetleri ile ilgili olan bir durumdur. Örne in bir su damlasının kuma yüzeyindeki konumu ekil 1.6φda oldu u gibi

dondurularak buna etki eden kuvvetler incelendi inde a a 2daki durumlar ortaya çkmaktadır. ekil 1.6daki denge hali için su damlası ba lca u üç kuvvetin etkisi altındadır.

F_1 = Kuma ın havaya kar ı üst yüzey gerilimi

F_2 = Suyu havaya kar ı üst yüzey gerilimi

F_3 = Kuma ın suya kar ı üst yüzey gerilimi

θ = Islanma açısı

Burada F_1 kuvveti suyu kuma yüzeyine yaymak isterken F_2 ve F_3 kuvvetleri su damlasının küresel ekilde yüzeyde tutmaya çal maktadır.

Denge durumu için: $F_1 - F_3 = F_2 \cdot \cos \theta$ e itli i söz konusudur.

$\cos \theta = (F_1 - F_3) / F_2$ ve e er $F_1 - F_3 > 0$

$\theta > 0$ olmasında $\theta < 90^\circ$ dir. Kuma su emici yani hidrofildir.

$\theta < 0$ ise, $\theta > 90^\circ$ dir. Bu durumda kuma su itici yani hidrofobtur.

yi su iticilik etkisi için en az $\theta > 90^\circ$ olmasında gerekmektedir. Sonuç olarak $\theta < 0$ olmasında demek, kuma ın suya kar ı üst yüzey gerilim kuvvetinin (F_3) arttırılması olmasında demektir. te bu etkiyi kuma yüzeyini ince bir zar ekinde kaplayan su itici tabaka sa lamaktadır.

Di er yandan bir sıvının kuma tarafından emilmesi veya itilmesinde yine o sıvının üst yüzey gerilim kuvveti de erleri önemli rol oynamaktadır. Sıvının üst yüzey gerilim de eri ne kadar dü ük ise ıslatma yetene i de o derecede yüksektir. Bazı sıvılara ait üst yüzey gerilim de erleri unlardır: Civa: 500 dyne/cm, su: 72 dyne/cm, benzin: 29 dyne/cmdir. Üst yüzey gerilim de erinin birimi olarak günümüzde mN/m kullanılmaktadır.

Bu ekilde elde edilen su iticilik etkisinde asıl amaç ilk anda ve belli bir sürede yüzeydeki suyu kuma ın içine göndermemektir. Bu süre ya murdan kaçıp bir yere sıkmama veya gece boyunca çadırın altına suyu geçirmemesi gibi bir süre olabilir.

Su iticilik etkisi yüzeyde oldu u için önemli olan suyun yüzeyden içeriye girmesini engellemektir. O nedenle su iticilik i lemi görmü kuma ların hiçbir ekilde hidrofily bir iplikle dikilmemeleri gerekir. Hidrofil yapıdaki iplik su kanal görevi yaparak yüzeydeki suyun kuma n içerisine ta ıyabilmektedir.

yi su iticilik etkisi ba lıca u faktörlere ba lıdır

* Öncelikle ince kapıllı, düz yüzeyli, sık dokulu bir kuma yapı (bezaya ı gibi) gerekmektedir. Padesü, emsiye, para üt vb. örneklerinde oldu u gibi.

* Kuma ı olu turan liflerin i me yetene inin dü ük olmasının önemli bir avantajdır. Örne in sentetik lifler

* Yüzeyde olu turulan su itici filmin düzgün, elastik olmasının liflerin yüzeyine mümkün oldu unca sa lam tutunmasını gerekmektedir. lemin dayanıklı olmasının bakımından önemlidir.

* Su itici filmin yapı kan özelli inin dü ük olmasının gerekmektedir.

* Gerek kuma tan gerekse flotteden gelebilecek baz, yüzey gerilimini dü ürücü tensidler veya hidrofil madde artıklarının olmamasıdır.

* Kullanılan su iticilik maddesinin mümkün oldu u kadar yüksek ıslanma açısı () de erine sahip olmasının gerekmektedir [ÇOBAN, 1999].

1.3 Su iticilik Bitim lemi için Sol-jel Teknolojisinin Kullanımı

Silika sol gibi basit inorganik nanosoller, pamuk ve di er selülozik malzemeler gibi do al lif malzemelerinin bazlarından çok daha hidrofobtur. Bu sollar böyle malzemelerin iticilik ve absorpsiyonunu etkiler. Poliester, polietilen veya polipropilen gibi sentetik liflerin ço u nispeten hidrofobtur, poliamid ve poliakrilik lifleri ise nispeten hidrofildir. Bazlarının yüzey enerjisinin listesi Tablo 1.2de verilmiştir. yi bilindi i gibi, su iticili inin artması yalnızca e er kaplamanın yüzey enerjisi altındaki yüzey enerjisinden dü ük ise ba rılabılır. Dolayısıyla modifiye edilmemiş inorganik sollar ile bir poliester ve poliolefinin hidrofob özelliklerinin geli tirilmesi mümkün de ildir. Bir

kuma 2n absorpsiyonundaki de i im tek ba 2na hidrofobluk özelli i ile e de er de ildir.

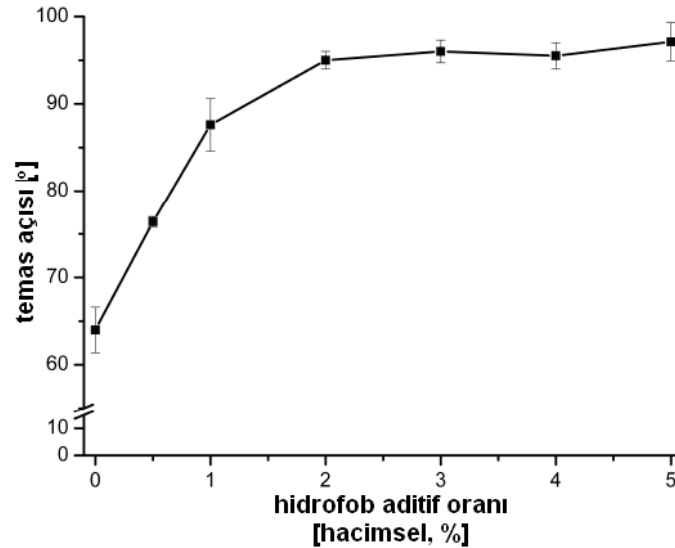
Tablo 1.2: Seçilmi polimerlerin ve inorganik oksitlerin yüzey enerjileri [ARKLES, 1977]

Malzeme	Kritik Yüzey Gerilimi [mN/m]
Politetrafloretlen	18,5
Polipropilen	31,0
Polietilen	33,0
Polistiren	34
Polivinilklorür	39
Poliester	43
Poliamid 6.6	46
Cam, soda-kireç (kuru)	47
Silika, (fused)	78
TiO ₂ (anatase)	91

Hidrofob bile ikler kullanarak uygun modifikasyonlar ile nanosoller kullanarak dü ük yüzey enerjili yüzeyler ve belirli düzeyde iticilik sa lanabilir. Hidrofob bile enler ve inorganik yap2 bloklar2 aras2nda kovalent ba lanmayla veya a a hidrofob maddelerin fiziksel olarak tutunmas2 ile bu modifikasyonlar geçekle tirilebilir. Ço unlukla alkil veya floralkil yan zincirleri ile alkoksisilan bile ikleri kullan2r. Ba lat2c2 maddenin hidroliz ve jelasyon i lemi boyunca hidrofob bile ikler inorganik nanosole kimyasal olarak ba lanaca 2 için bu bile ikler avantajl2d2r [MAHLTIG ve ark. (2003), DAOUD ve ark. (2004 ve 2006a, 2006b), BRAMBILLA ve ark. (2007)]. Uygun alkoksisilanlar ekil 1.7da gösterilmi tir.

çözünürlük sağlayan hidrofil yan zincirleri içeren polisiloksanların kullanılması ile kaçınılmazdır. Hidrofil aminosilan yan zincirleri ile modifiye edilen florlanmış polisiloksanlara dayanan Dynasylan™ grubunun (Evonik) bazı ürünleri arasında uygun bileşimler bulunabilir.

Hidroforb alkiltrialkoksisisilanların az miktarda bile (genellikle %0,5'ten daha az) bir silika solüsyonuna ilavesi yüksek hidroforobluk etkisi verebilir. Araştırmacılar bu yaklaşımları izleyerek yüksek miktarda itici tekstillerin hazırlanmasıyla başlamışlardır [MAHLTIG ve ark., 2003, DAOUD ve ark., 2004 ve 2006a, 2006b)]. Islanma davranışında önemli değişimler için hidroforb aditiflerin az miktarlarının gerekmesi, jelleşme işlemi boyunca aşırı su tutma farkları bileşimlerin yüzey gerilimindeki değişimle açıklanabilir. Bu değişim nedeniyle daha çok hidroforb bileşimler de i en filmin yüzeyinde birikir [FABBRI ve ark., 2006a, 2006b]. Dolayısıyla işlem görmemiş malzeme ile karşılaştırıldığında sonuçlanan malzemenin yüzeyi hidroforb bileşimlerle zenginleşir. Şekil 1.9 sol-jel kaplanan yüzeyin ıslanma davranışında hidroforb bir aditifin etkisini göstermektedir. Poliester folyeye uygulanan modifiye edilmiş sol-jel kaplamanın 76° temas açısında erişilemez poliesterden daha düşük temas açısına sahip olduğunu göstermektedir. Bu sonuç yalnızca genellikle %1-2 hidroforb bileşimin ilavesi yaklaşık 100° temas açısında artışa neden olmuştur.



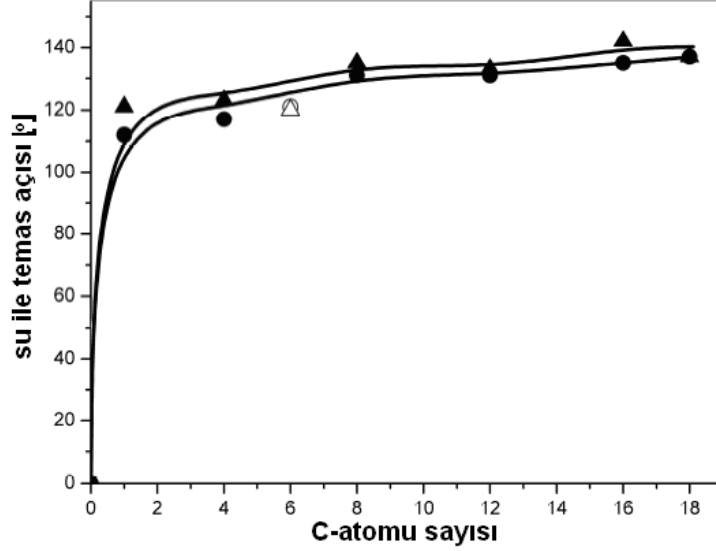
Şekil 1.9: Bir epoksisilandan türetilen sol esaslı bir kaplamada suyun temas açısında üzerine hidroforb (florlanmış) alkoksisisilan aditifinin etkisi. Bu kaplama tekstil malzemesinin yüzey yapısının temas açısında değişimleri üzerine etkisini göz ardı etmek için poliester folye üzerine uygulanmıştır.

Kullanılan trialkoksisilan aditifinin alkil zincirinin uzunluğunun bileşiminin kullanım miktarından daha önemli olduğunu bulunmuştur. Kaplanan yüzeyler üzerinde suyun temas açış ölçülerek belirlenen su iticilik, alkil zincirinin uzunluğunun artması ile önemli miktarda artmıştır. Kaplanan cam üzerinde yaklaşık 100° temas açış ile en yüksek değerler en azından 12 karbon atomu uzunluğunda yan zincirler kullanarak başarılabilmektedir. Bu deneylerin sonucu ekil 1.10'da gösterilmektedir. Daha uzun alkil zincirleri sulu sollardeki çözünürlüğüdür ve dolayısıyla diğer çözümlerin belirli bir oranının veya yeterli yüzey aktif maddenin kullanımının gerekli olduğunu bulunmuştur. Benzer feniltrialkoksisilan aynı zamanda alkil modifiye silanlara alternatif olarak hidrofob aditif olarak kullanılabilir. Fenil silanlar ile kazanılan hidrofob etkinin, alkil zincirinde 6 karbon atomu bulunan benzer alkil silanlar için beklenenden az miktarda olduğu bulunmuştur (ekil 1.10).

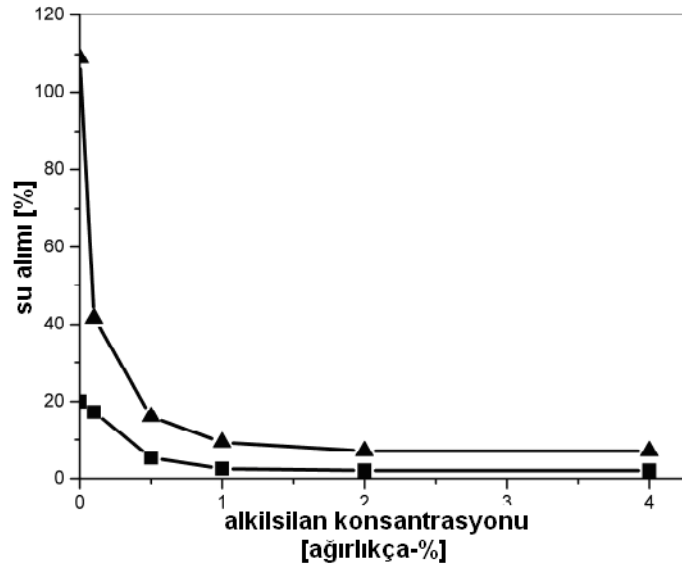
Nispeten yüksek miktarda su içeren sulu sollarin hazırlanması için daha kısa alkil zincirleri ile daha az hidrofob silanların kullanımının solün stabilitesi bakımından gerekebilir. Böyle durumlarda istenen iticilik ve stabilite arasında bir uyum bulunmalıdır. Örneğin tanımlanan yaklaşık göre tekstillerin hidrofob bitimi oktil-modifiye [MAHLTIG ve ark., 2005b] ve propil-modifiye [TEXTOR ve ark., 2002b] alkilsilanlar ile modifikasyon ile gerçekleştirilmiştir. Bazı yaklaşımlara göre, hidrofob bitimler aynı zamanda yalnızca hidrofob silan esaslı sollar hazırlanarak uygulanmıştır. Fakat bu bitim özelliklerinin genellikle daha düşük dayanıma sahip olduğunu ve çoğunlukla diğer bileşenlerle karşılaştırıldığında daha pahalı olduğunu bulunmuştur.

Su için temas açış veya yüzey enerjisi tekstil malzemelerinin su iticilik özelliklerini de erlendirmek için tek parametre olarak alınmaz. Kumaşın konstrüksiyonu, inceliği, tüylülüğü ve kumaşın kapilaritesi ve topografisi gibi yapısal etkiler de önemlidir. Bu nedenle daha çok tekstillerle ilgili de erlendirme yöntemleri, iticilik ve silanma karakterleri hakkında bilgi edinmek için kullanılmalıdır. Örneğin, bu amaç için daha önemli bir test yöntemi, sprey testinin gerçekleştirilmesinden sonra veya tam daldırma testinden sonra; su ve sıvı almasının ölçülmesi yöntemidir. Bu testler genellikle temas açış ölçümüyle elde edilen sonuçları destekler. Nanosole uygun alkoksilanın yaklaşık %0,1 gibi düşük konsantrasyonlarda ilavesiyle bile kaplanan kumaşın su almasını azaltılabilir. Burada verilen örnekte görüldüğü gibi, yalnızca

a 2rl2kça %1 alkilsilan aditifi ile çal2 mak su al2m2 bak2m2ndan iticili in bir plato de ere ula mas2 için yeterli olmu tur. Aditif miktar2n2n ilave art2 2 su al2m2 de erlerini daha fazla azaltmam2 t2r (ekil 1.11).



ekil 1.10: Farklı altlık malzemeler üzerinde (üçgen:Co/PES, daire:poliamid, içi bo semboller: feniltrietoksisilan ile modifiye edilen solların sonuçları gösterir) artan zincir uzunluğu ile veya feniltrietoksisilan ile hidrofob alkiltrietoksisilan aditifleri ile (a 2rl2kça %4) modifiye edilen nanosol kaplamalar [MAHLTIG ve ark., 2005c]

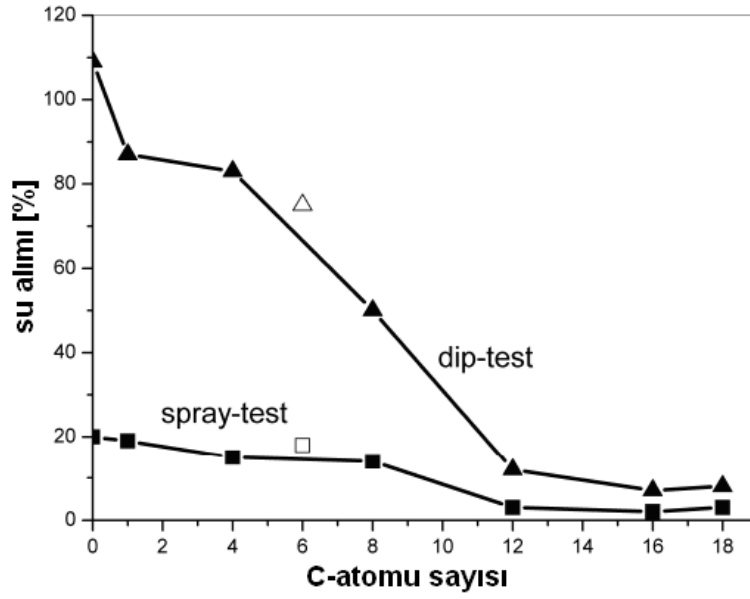


ekil 1.11: Sprey testi (kare) veya daldırma testinden (üçgen) sonra artan konsantrasyonlarda hekzadesiltrietoksisilan içeren nanosoller ile bitim gören Co/PES kumaşın su alımı de erleri [MAHLTIG ve ark., 2005c]

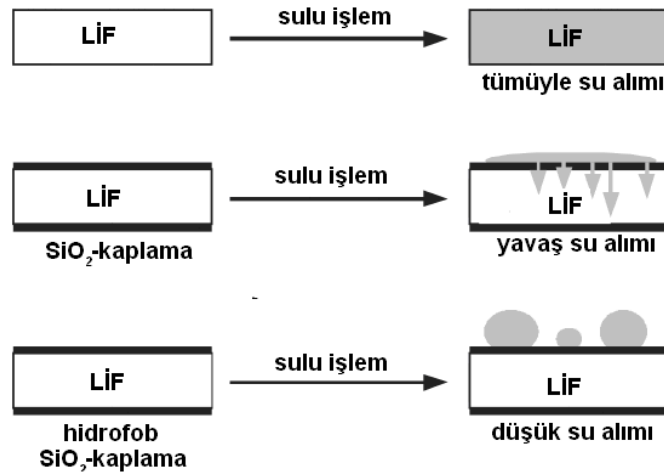
ekil 1.12 uygulanan nanosolün modifikasyonu için kullanılan aditifin alkil zincir uzunluğuna bağlı olarak kaplanan poliestер/pamuk karışım kumaşların su almındaki değişimi göstermektedir. ekil 1.12'den de görüldüğü gibi temas açışsı üzerinde farklı aditif alkil zincir uzunluğunun etkisi bakımından artan zincir uzunluğu 12 karbon atomuna kadar zincir uzunluğu için su alımının azalmasına neden olur. Daha uzun alkil zincirleri ile aditiflerin kullanımı daha fazla su alımını azaltmamıştır.

Kumaş tarafından emilen su miktarı, esasında kapilar kuvvetlerle veya yüzey enerjisi ile belirlenen yüzeyde adsorbe edilen su miktarına ve kendi kendine lif içerisinde absorbe edilen su miktarına göre belirlenir. Yukarıda gösterilen ekiller yalnızca statik su alımını gösterir. Sol-jel ile üretilen kaplamalar bir miktar gözenekli olduğu için bu kaplamaların liflerin su alım hızlarının yavaşlatılması beklenir [AMBERG-SCHWAB ve ark., 1998]. Dolayısıyla nispeten düşük hidrofob özelliği ile basit bir nanosol kaplaması bile lif ve su arasında bir bariyer oluşturularak lifi suya karşı korur. Dolayısıyla life suyun yavaşlatılan migrasyonu (sol-jel matriksinin gözeneklilik ve yüzey enerjisine bağlı olarak) su alım hızını belirler. Yüksek miktarda hidrofob kaplamalar bu bariyer ile su migrasyonunu önleyecektir (veya en az indirecektir). Suyun life migrasyonu ekil 1.13'de gösterilmiştir.

Düşük su alımı özelliği ile poliestер gibi (suyun yaklaşık %0,2'den daha çoğunu absorbe etme yeteneği olmayan) sentetik lifler için bu etki ihmal edilebilir (eğer ince sol-jel tabakalar içerisinde depo edilen suyun miktarı aynı zamanda ihmal edilebilirse). Fakat özellikle doğal ve selüloz esaslı lif malzemeleri nispeten yüksek miktarda suyu absorbe etme yeteneğine sahiptir ve dolayısıyla suyun migrasyonu önemlidir. Uzun süre maruziyet durumunda ise inorganik nanosol ile düşük su alımını garanti etmek için yüksek hidrofob aditifler ile sollerin uygulanması tercih edilmelidir [YEH ve ark., 2007a, OGOSHI ve ark., 2005].



ekil 1.12: Su ile daldırma (dolu üçgen) veya sprey (kareler) testinden sonra feniltrietoksisilan (boğucu üçgen) ve alkil zincir uzunluğundaki art^2 ile alkiltrietoksisilan aditiflerini içeren nanosoller ile işlem gören Co/PES karışım kumaşın su almamalarıdır.

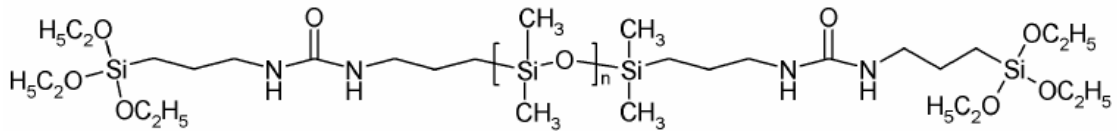


ekil 1.13: Sol-jel kaplanan kumaşların su almamaları için yukarıda tanımlanan modelinematik çizimi

Nanosol kaplamalar ile hidrofob tekstillerin hazırlanması için kaplamadan sonra yeterince süblim fiksaj uygulanması önemlidir. Kaplamanın altı a adhezyonunu geliştirmek için fiksaj gereklidir. Fiksaj veya süblim alkil zincirlerinin tekrar düzenlenmesine izin vermek için özellikle uzun alkil grupları için önemlidir [POPPENWIMMER ve ark., 1999]. Benzer şekilde yıkama boyunca hidrofob özelliğin kaybedilmesi, ütölme gibi süblim işlemlerle geri kazanılabilmelidir [NASSL ve ark., 2002;

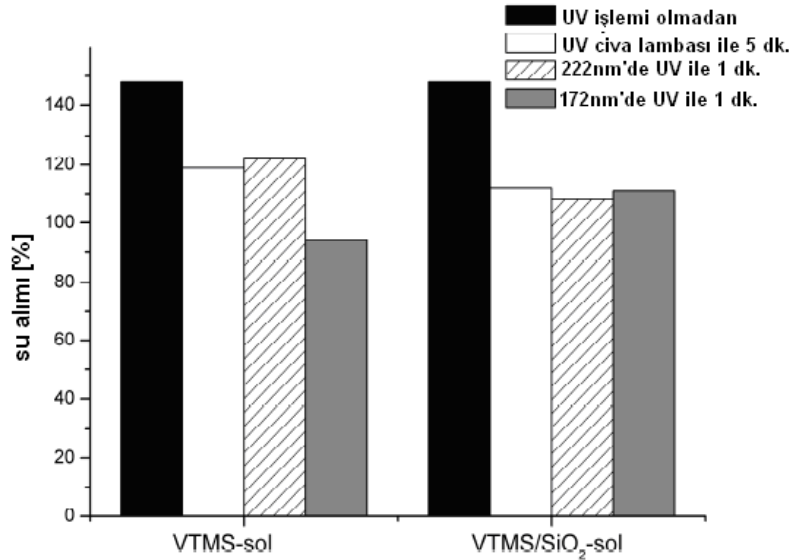
MAHLTIG ve ark., 2003]. Yıkama sırasında hidrofobluk kaybı çok yıkama suyunda alkil zincir oryantasyonundaki değişimle açıklanabilir. Kuru durumda sırasıyla muamele sırasında hidrofob gruplar hidrofob etkinin geri kazanılmasına neden olabileceklerdir. Bu etkiler aynı zamanda tekstil endüstrisinde konvansiyonel olarak kullanılan flor karbon bitimimleri için de bilinmektedir [DUSCKEK, 2001].

Yukarıda tanımlandığı gibi yalnızca monomer hidrofob aditifler değil, aynı zamanda hidrofob polimerler de nanosollerini modifiye etmek için kullanılmaktadır. Nanosoller ile kombinasyon ile hidrofob polimerleri kullanmak için temel sorunlama nanosoldeki polimerlerin düşük çözünübilirliktir. Özellikle su esaslı çözümler sistemler kullanıldığında bu durum geçerlidir. Polimerik aditiflerin çözünübilirliğini artırmak için THF, aseton veya toluen gibi çözücüler aynı zamanda nanosol sentezi için kullanılmaktadır [YEH ve ark., 2007a]. Hidrofob polimerlerin çok sayıda farklı tipleri nanosol modifikasyonu için kullanılabilir. Esasında hem hidrofob hem hidrofob fonksiyonel grupları bulunan polisiloksanlar avantajlıdır. Hidrofob gruplar soldeki çözünübilirliği artıracaktır, hidrofob fonksiyonallikler ise jelleşme sırasında ürünün yüzeyinde birikecektir ve dolayısıyla yeterli su iticiliği garanti edeceklerdir. Hidrofob polimerler hem sol-jelden türetilen malzemeler hem de uygun fonksiyonel özellikler ile polimerlere basitçe fiziksel olarak tutuklanabilirler [VINCE ve ark., 2006]. Uygun bir siloksan örneği ekil 1.14'de verilmiştir. Hidrofob polimer zinciri hidrofob üre grupları ile modifiye edilirken, aynı zamanda polimer inorganik sol ile kondenzasyon reaksiyonlarına izin vererek alkoksisilan grupları ile sonlandırılmaktadır. Böylece üre/polidimetilsiloksanlar yüksek sol stabilitesi sağlayarak organik/inorganik hibrid polimer sollar hazırlamak için kullanılmaktadır. Pamuk üzerine kaplanan hibrid polimerlerin yıkama hasırları literatürde ümit verici olarak bildirilmiştir [FIR ve ark., 2007].



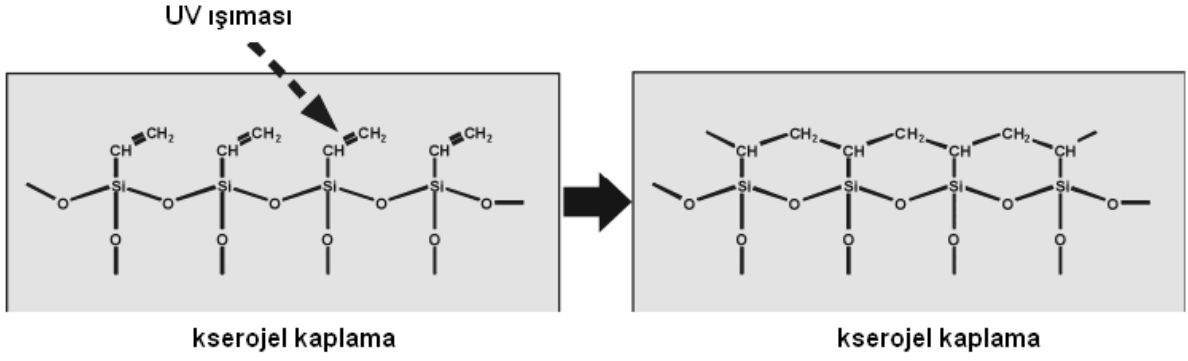
ekil 1.14: Hidrofob organik/inorganik hibrid polimer solların hazırlanması için kullanılan diürepropiltrioksosilanın yapısal formülü. Hidrofob üre grupları çözünürlüğü artırırken, aynı zamanda alkoksisilan inorganik matrise kovalent bağlanmaya izin verir [VINCE ve ark., 2006; FIR ve ark., 2007].

Viniltrioksosilan (VTEOS) ile modifiye edilen veya VTEOS esaslı nanosoller ile kaplanan altlıklar yüksek miktarda hidrofob yüzeyler verirlerdir. Saf VTEOS ile muamele edilen cam yüzeylerinin kritik yüzey geriliminin 25 mN/cm gibi çok düşük olduğu bulunmuştur [ARKLES, 1977]. Saf vinilalkoksosilan solleri ile kaplanan polimer folyeler 100°den daha yüksek temas açısında yerleri göstermektedir [TEXTOR, 2002a]. Benzer vinil modifiye nanosol kaplamalar tekstillere uygulanabilir. Böyle denemeler tekstil altlıkları ile gerçekleştirilmemiştir ve viniltrimetoksosilan (VTMS) esaslı bir sol ile ve VTMS ve TEOS karışımından türetilen bir nanosol ile kaplanmıştır. Sol uygulamasında sonra kumaşlar önceki sıfırdan sonra kaplanan alanın vinil fonksiyonlarının çapraz bağlanmasıyla birlikte UV ışığı ile (çeyrekli ışık kaynakları kullanarak) muamele edilmiştir. UV muamelesinin su alımına etkisi (inert atmosferde) ekil 1.15de gösterilmiştir. Işıktan sonra su alımı, ilave UV-muamelesi olmadan kaplanan kumaşlar ile karşılaştırıldığında belirli bir azalma göstermiştir.



ekil 1.15: UV muamelesinden önce ve sonra vinil modifiye soler ile işlem gören pamuklu örneklerin su alımındaki farklılık

UV ışığı ile ışınım nedeniyle azalan su alımı, vinil gruplarının çapraz bağlanması ile açıklanabilir [SANCHEZ ve ark., 2005]. Ekil 1.16de gösterilen foto-polimerizasyon işlemleri hidrofob kaplamaların artan alanyüzey ve dolayısıyla su geçirgenliğinin azalmasına neden olmuştur.



ekil 1.16: Viniltrimetoksisilan gibi (VTMS) vinil modifiye alkoksisisilanlar ile modifiye edilen veya VTMS esaslı bir sol ile kaplanan tekstil malzemesi için vinil grupların çapraz bağlanmasını gösterenematik çizim

UV-ilemi sırasında oksijenin varlığı yüzey enerjisini artıracağı ve dolayısıyla su iticiliğini azaltacağı ve hidrokarbonların çapraz bağlanmasını engelleyeceği ve istenmeyen foto-oksidasyon ilemlerinin ilerlemesine neden olabileceği bulunmuştur [MAHLTIG ve TEXTOR, 2008].

Textor ve Mahltig tekstil bitim işlemi için SiO₂-sol ile kaplama yaparak eş zamanlı olarak tekstil malzemesine hidrofob ve antistatik özellik kazandırmaya çalışmışlardır. Üretilen kaplamanın su itici özelliğe sahip olduğunu ve kaplamanın daha iç bölgelerinde nispeten yüksek miktarda su/su buharı absorbe ettiği bulunmuştur. SiO₂ solları hidrofob ve hidrofob aditiflerin karışımı ile hazırlanmasında kat/hava hidrofob bir arayüz ve daha çok hidrofob kat materyal (bulk) varlığı gösterilmiştir. Bu hidrofob kat madde yeterli miktarda su/su buharı absorpsiyonunu sağlayarak antistatik özellik sağlamıştır. Hidrofob ve hidrofob aditiflerin kombinasyonu düşük enerjili yüzey ve hidrofob bir kat malzeme ile sonuçlanmıştır. Hidrofob bileşen kaplamanın kat-hava arayüzünde toplanır ve kurutma sonrasında düşük enerjili bir yüzey ile sonuçlanmıştır, kaplamanın kat malzemesi (bulk) ise daha az hidrofobtur [TEXTOR ve Mahltig, 2010a, 2010b]. Bunun yanında, Xue ve ark. epoksi-fonksiyonel mikroyutta pamuk lifleri üzerine fonksiyonel gruplarla silika nanopartiküllerinin kompleks kaplamasına dayanan hiyerarşik yapı ile pamuklu tekstiller üzerinde süperhidrofob yüzeyler üretmişlerdir. Hazırlanan çözümlü süperhidrofob örneklerin temas açısında 5µl damla için 170° gibi yüksek değerlere ulaşmıştır [XUE ve ark, 2009].

Nadargi ve ark. cam altıflıklar üzerinde silikanın saydam ve hidrofob kaplamalar tek adın sol-jel i lemleri ile sililasyon maddesi olarak trimetilklorosilan (TMCS) ve ba latıc madde olarak tetrametoksisilan (TMOS) kullanarak daldırma-kaplama ile üretilmi tir. Çe itli sentez parametrelerinin filmin kalitesi ve hidrofob özellikleri üzerindeki etkisi ara tırılmı tır. Homojen, güçlü yapı ma özelli i ile ve yüksek oranda saydam kaplamalar bazik hidroliz reaksiyonlar için 4 M amonyak çözeltisi ile TMOS:MeOH:TMCS:H₂O için molar oranı 1:14,8:1,4:3,3 iken elde edilmi tir. SEM görüntüleri kaplanan silika materyalinin makroporöz yapısnı göstermi tir. 120° temas açıs de erleri ölçülmü tür. FTIR analizi Si(CH₃)₃ fonksiyonel grupların varlı nı göstermi tir [NADARGI ve ark., 2010].

Dhere ve ark. oda sıcaklı nda iso-butyl-trimetoksisilan (iso-BTMS) ve tetraetoksi silan (TEOS) ba latıc madde olarak kullanarak cam altık üzerinde sol-jel yöntemi ile optik olarak saydam, su itici silika filmleri sentezlemi lerdir. 140° kadar yüksek temas açıs de erleri elde etmi lerdir. Modifiye edilen silika filmlerin yapı kan, sı olarak stabil ve neme kar ı dayanıklı oldu u bulunmu tur. iso-BTMS ile silika sollarin modifikasyonu ile sol-jel kaplamaların flor içeren bile iklerin ilavesi olmaksızın mükemmel su iticilik de erine sahip oldu u bulunmu tur [DHERE ve ark., 2010]. Ayrıca, Taurino ve ark. sol-jel yöntemini ve metal alkoksitleri kullanarak süperhidrofob yüzeyler hazırlamı lardır. Florlanmı organik-inorganik üst yüzey ile çok tabakalı örnekler (TiO₂-ZrO₂-SiO₂ ve silan uçlu perfloropolieter esaslı kaplamalar) yakla ık 157° temas açıs de eri vermi tir [TAURINO ve ark., 2008].

Lakshmi ve Basu sol-jel matriksinde hidrofob olarak modifiye edilen kolloidal çinko hidroksit (CZH) giri i ile süperhidrofob sol-jel kompozit film üretmi lerdir. CZH, kontrollü çöktürme ile hazırlanmı ve stearik asit ile muamele ile modifiye edilmi tir. Modifiye edilen CZH 165° gibi çok yüksek temas açıs de erine sahiptir. Modifiye edilen CZH süspansiyonu daha sonra tetraetoksisilan ve metiltrietoksisilan için asit katalizli sol içinde disperse edilmi tir ve sol-jel kaplamalar hazırlamak için cam üzerine spreylen kaplama ile kaplanmı tır. Sol-jel matriksi modifiye kaplamada CZH partiküllerini tutmak ve filmin adhezyonunu geli tirmek için bir binder olarak davranır [LAKSHMI ve Basu, 2009].

Yu ve ark. perflorooktilenmi kuarterner amonyum silan maddesi (PFSC) ve silika nanopartiküllerine dayanan pamuklu kuma üzerinde süperhidrofob kompleks kaplamalar üretmişlerdir. Silika nanopartikülleri tekstil yüzeyini çok daha pürüzlü yapmış ve perflorooktilenmi kuarterner amonyum silan bileşiği ise yüzeyin üst tabakasının serbest yüzey enerjisini düşürmüştür. Bu kaplama ile kaplanan tekstiller mükemmel su iticilik özellikleri ve silika ile ön muamele edilmeksizin PFSC ile işlem gören pamuklu kuma üzerinde 133°C'den 145°C'ye artan temas açışında değerleri göstermişlerdir. Aynı zamanda yağ iticilik geliştirilmiş ve kuma yüzeyinde CH₂I₂ damlasının temas açışında 131°C'ye ulaşmış ve 1 m² tır. Sadece PFSC ile işlem gören kuma ların yüzeyinde ise CH₂I₂ için temas açışında yalnızca 125° olarak bulunmuştur [YU ve ark., 2007].

Bae ve ark. süperhidrofob su itici pamuklu kuma lar üretmek için silika nanopartikülleri ve ticari bir su iticilik maddesi ile pamuklu kuma muamele etmişlerdir. Sol-jel yöntemi ile iki farklı silika nanopartikülleri sentezlenmiştir, bu partiküllerin şekli, büyüklüğü ve bileşimleri karakterize edilmiştir. Silika nanopartiküllerinin küresel ve 143 ve 378 nm çapında oldukları tespit edilmiştir. Tek başına ticari su iticilik maddesi ile muamele edilen kuma lar için yaklaşık %0,3 ve daha az konsantrasyonlarda 20°C'den daha düşük temas açışında değerleri elde edilmiştir. Tek başına silika partikülleri ile muamele kuma ın hidrofob özelliklerini de i tirmemiştir. Pamuk ve silika partikülleri yüzeyindeki hidroksil grupları nedeniyle su damlası kuma tarafından adsorbe edilmiştir. Kuma silika ve ticari su iticilik maddesi ile birlikte muamele edildiğinde yaklaşık % 0,1 gibi düşük ticari su iticilik maddesi kullanarak dahi 130°C'den yüksek temas açışında değerleri elde edilmiştir. Dolayısıyla ticari su iticilik maddesi ve silika nanopartikülleri ile işlem kombine edildiğinde florlanmış silan ile yapılan işlemlere göre daha tasarruflu süperhidrofob kuma üretmek için alternatif bir yöntem uygulanabileceği bulunmuştur [BAE ve ark, 2009].

Ameduri ve ark. trialkoksisilanlar veya triklorosilanlar ile allil ve vinil türevlerinin hidrosililasyonu ile perfloroalkiltrialkoksisilanlar hazırlanmışlardır. Bu başlatıcı maddelerin hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları katalizör olarak tetrabutylamonyumflorür varlığında gerçekleştirilmiştir ve bir seri yeni polisilsesquioxan üretmişlerdir. Malzeme yüzeyinde floralkil gruplarına sahip

hibridler hidrokarbon gruplarına sahip benzerlerine göre daha iyi termostabilite ve daha yüksek hidrofob ve oleofob özellik göstermektedir [AMEDURI ve ark., 2000].

Tragoonwichian ve ark. yüzey aktif madde olarak dodesilbensülfonikasinin sodyum tuzunu kullanarak tekrarlı admicellar polimerizasyon ile çift kaplama ile bifonksiyonel pamuklu kuma üretmişlerdir. 2-hidroksi-4-akriloloksibenzofenon ilk olarak ultraviyole koruyucu olarak geliştirilmek için pamuklu kuma üzerine kaplanmıştır ve daha sonra metakriloksimetiltrimetoksisilan su itici yüzeyler oluşturmak için uygulanmıştır. Çift kaplanan kuma lar 40 derecede mükemmel UV koruyucu özellik ve maksimum 115,4° temas açısıyla çok iyi su iticilik özellikleri göstermektedir [TRAGOONWICHIAN ve ark., 2009].

Cerne ve ark. cam plaka ve pamuklu kuma üzerine yapılan bitim işlemlerinin yüzey enerjileri üzerine etkisini incelemiştir. Bu amaçla pamuklu kuma ve cam plakalar florokarbon polimerler (FCP), zirkonyum tuzları ile parafin vakslar (PWZ), metilolmelamin türevleri (MMD), alkildimetilamonyum yan grupları ile polisiloksanlar (PSAAC) ve aminofonksiyonel polisiloksanlar (AFPS) ile kaplanmıştır. Sonuçlar göstermektedir ki, tüm kaplamalar altlıkların serbest yüzey enerjisini azaltmıştır. FCP, PWZ ve MMD kaplamaları varlığında cam ve pamuk fonksiyonel gruplarının maskeleyerek yüzey polardan apolar dönüşümü olur. PSAAC ve AFPS ilk üç kaplamaya göre monopolar karakterleri nedeniyle serbest yüzey enerjisinde önemli miktarda düşüştür [CERNE ve ark., 2008].

Li ve ark. başlangıç maddesi olarak su camı kullanarak sol-jel metodu ile süperhidrofob yüzeyleri başarıyla üretmişlerdir. Böyle yüzeyler pamuklu kuma üzerinde su camının hidroliz ve kondenzasyonu ile hazırlanan silika hidrozolunun daldırma kaplaması ile elde edilmiştir. Silikanın yüzeyi daha sonra kendi kendine toplanma yöntemi ile (self-assembly) ince film elde edebilmek için flor içermeyen bileşikleri (hekzadesiltrimetoksisilan) ile modifiye edilmiştir. 151°den daha yüksek temas açısıyla süperhidrofob kuma üretilmiştir. Kaplanan kuma ların yüzey pürüzlülüğü ve morfolojisi AFM ve SEM kullanarak belirlenmiştir [LI ve ark., 2008].

Yang ve Deng polidialildimetilamonyum klorür (polyDADMAC) ve silik partiküllerinin çok tabakalı biriktirilmesi ve ardından 1H,1H,2H,2H-perflorooktiltrioksilan (POTS) florlama yüzey muamelesi ile süperhidrofob kağıt yüzeyler üretmek için çok yönlü bir yöntem geliştirmişlerdir. Bu uygulama ile 150°'den daha yüksek temas açısı elde edilmiştir. Bu kaplamalar aynı zamanda nispeten yüksek nem koşullarının yüksek kopma mukavemeti ve bakteriyel kirliliğe yüksek dayanım göstermiştir [YANG ve Deng, 2008].

Yagi ve ark. metiltrimetoksilan (MTMS) oligomerlerinin 2-propanol içerisindeki çözeltisi ile filtre kağıt örneklerini muamele etmişler ve su iticilik ve mukavemet özelliklerinde gelişme gözlemiştir. Bu çözeltiye titanyum bütoksit katalizör olarak ilave edildiğinde MTMS oligomerleri ile titanyum bütoksit reaksiyona girer ve Si-O-Ti bağları kağıt içerisinde oluşturulmuştur. Kağıdın mukavemet özellikleri MTMS oligomerinin empregnasyon ve polimerizasyon reaksiyonları ile belirgin şekilde geliştirilmiştir. MTMS oligomerindeki metoksi grupları 3-boyutlu ağ oluşturmasına yeteneğine sahiptir ve aynı zamanda oligomerdeki metil grupları mükemmel su itici özellik göstermiştir. Sonuç olarak iletken gören kağıt örneği ya koşullarda bile iyi mukavemet özelliklerine sahip olmuştur [YAGI ve ark., 2005].

Xu ve Cai ZnO nanoçubuk dizisi (nanorod array) filmleri pamuklu kumaş üzerine kaplamışlardır ve ardından n-dodesiltrimetoksilan (DMTS) ile modifikasyon gerçekleştirmişlerdir. Modifiye edilen pamuklu kumaşlar 161° gibi yüksek temas açısında özellikleri göstermiştir [XU ve Cai, 2008].

Xu ve ark. bir başka çalışmada SiO₂ nanopartikülleri ile pamuklu kumaş üzerinde pürüzlü bir yüzey yarattıktan sonra ZnO nanoçubuk dizisi ve DMTS ile kaplamışlardır. 150°'den daha yüksek temas açısında özellikleri elde etmişlerdir [XU ve ark., 2010].

Silika sol ile iletken gören kumaşlar için su buharı transportunun iyi sonuçlar verdiği bildirilmiştir [RISCHE ve ark., 2003]. Dolayısıyla hava geçirgenliği ve nefes alabilirliğinin korunması ve gelişimi iticilik bitiminin uygulanmasından sonra dahi beklenmektedir.

Süperhidrofob yüzeyler üretmek için plazma aşındırma, litografik patterning, elektrokimyasal biriktirme, sol-jel, tabaka tabaka biriktirme (layer-by-layer assembly)

ve kimyasal buhar biriktirme gibi pek çok yöntem önerilmiştir. Fakat bu yöntemler sert çalınmalar, çok adımlı çalınmalar, pahalı malzemeler kullanılması, düşük dayanım gibi bazı dezavantajlara sahiptir. Dolayısıyla kolay, pahalı olmayan ve uygun bir strateji ile çalınmaya ihtiyaç duyulmaktadır.

Hong ve ark. bakır altınlar üzerinde kolay bir tek adım daldırma yöntemi ile stabil süperhidrofob yüzeyler üretmişlerdir. Üretilen yüzeyler lotus yaprağına benzer pürüzlü bir morfolojiye sahiptir. Bu pürüzlü yapı su damlalarına karşı $>150^\circ$ temas açısıyla süperhidrofob bir özellik kazandırmaktadır [HONG ve ark., 2008].

Nakagawa ve ark. sol-jel yöntemini kullanarak yüksek sıcaklığa dayanıklı saydam su itici filmler üretmek için yeni bir yöntem önermişlerdir. Bu yöntemde germanyum ve silikon altınlar üzerine tetraetoksisilan (TEOS) ve (2-perflorooktil)etiltrimetoksisilan (FAS) içeren bir solüsyon ile kaplanıp ve ardından amonyak muamelesi yapılmış ve 300°C de 24 saat süreyle (annealing) yapılmıştır. Mutfak aletlerinde özellikle 300°C civarında yüksek sıcaklıklara dayanıklı saydam su itici filmlerin geliştirilmesi önem taşımaktadır. Amonyak ile muamele edilen örnek 300°C de 250 saat süreyle 24 saat süreyle sonra ilk temas açısında erimeyen 110° yi korumuştur, amonyak ile muamele edilmeyen örnek ise 70°C temas açısında erimeye başlamıştır. Amonyak muamelesinin FAS ve TEOS'un moleküllerinin hidroliz ve polimerizasyon reaksiyonunu hızlandırdığı ve dolayısıyla FAS ve silika cam arasında yüksek yoğunlukta siloksan bağlarına neden olduğu sonucuna varılmıştır. Bu bağlar 300°C süreyle muamele sırasında filmde FAS moleküllerinin buharla maslanması ve dolayısıyla yüksek sıcaklıklara dayanıklı film oluşumunu sağlar [NAKAGAWA ve ark., 2008].

Guo ve Liu do adaki bazı bitki yapraklarının süperhidrofob özelliklerini incelemiştir. Bu çalınma göstermiştir ki, do adaki süperhidrofob bitki yapraklarında iki tip yüzey yapısı mevcuttur. Bunlardan birisi mikro- ve nanoyapıdır (ikili (binary) yapı) ve diğeri ise mikro-çizgidir (bütün yapı). SEM görüntülerinde görülmüştür ki, nilüfer yaprağının yüzeyi hidrofob vaks-benzeri malzemelerin 70-100 nm büyüklükteki partiküllerinden oluşan 3-10 µm büyüklükteki çukurluklar ile homojen olarak düzenlenmiştir. Bitkilerin ayrıntılı incelemesine göre, bu çalınma mada

ara trmaclar almiyum ala m² ve bakr ala m² gibi e itli yzeylerde sperhidrofob yzeyleri taklit etmi lerdir [GUO ve Liu, 2007b].

Rao ve ark. oda scakl nda cam altlklar zerine dndrme-kaplama (spin-coating) yntemi ile optik olarak saydam silika su-itici filmler kaplam lardr. Silika filmlerinin slanma davran yzey sililasyon yntemi ile sililasyon maddesi olarak dimetilklorosilan (DMCS) kullanarak kontrol edilmi tir. Kaplama solnde metiltrimetoksisilan (MTMS) ba latc maddesi, metanol, su 1:8,8:2,64 molar oranlarnda sabit tutularak ve katalizr olarak 4 M NH₄OH kullanarak hazrlanm tr ve hekzan ierisinde DMCS miktar %0dan %12ye de i en oranlarda kullanlm tr. DMCS miktarnn hacimsel olarak artnn filmlerin temas as de erini 78^oden 136^oye artrd bulunmu tur. %12 DMCS miktarnn kullanm sonucu filmlerde 136^o kadar yksek temas as de eri ve 18^o kadar dk kayma as de eri elde edilmi tir. Hidrofob silika filmler 295 ^oCye kadar su iticiliklerini korurlar, fakat daha yksek scaklklarda bu filmler sperhidrofil zellik gsterirler. Bu sonular ara trmaclarn sililasyon maddesi olarak hekzametildisilazen (HMDZ) ve trimetilklorosilan (TMCS) kullandklar di er ara trmalarn sonular ile kar la trlm tr [RAO ve ark., 2010].

Hong ve ark. dayankl su itici kaplamalar sol-jel spre y kaplama yntemi ile otomobil camlarna uygulam tr. Kaplanan filmler silika alt tabakas ve florokarbon tabakasndan olu mu tur. Olu turulan silika tabakas yzey przll  gstermi tir ve kimyasal ve mekanik dayanm artrc etki gstermi tir. Kalck yzey przllk derecesi, yapsal incelik ve homojenitenin bir fonksiyonudur. Silika solnn iki adml ya landrmas geni bir blgede yzey przll n kontrol eder. ki adml ya landrmada ilk admda TEOS ve etanol NH₄OH gibi bazik bir katalizr ile, ikinci admda bir asit katalizr ile ya landrma gerekle tirilmi tir. Su iticilik etkisi; gn (ultraviyole), su ve anma etkilerinin kombinasyonu ile derece derece zarar grm tr [HONG ve ark., 1999].

Pek ok ara trmac sperhidrofob kuma lar retmek iin ok farkl yntemler kullanabilece ini gstermi tir. rne in Daoud ve ark. 151^o su ile temas as ile pamuklu kuma retmek iin fiziksel bir biriktirme yntemi (pulsed laser deposition)

ve politetrafloroetilen maddesini kullanılmaları [DAOUD ve ark., 2006b]. Zhang ve ark. pamuklu kumaş yüzeyine plazma işlemi ile florokarbon kimyasal maddesinin nanopartikül filmini kaplamaları ve 164° su ile temas açısında de i ile süperhidrofob kumaşlar üretmişlerdir [ZHANG ve ark., 2003b]. Yu ve ark. sol-jel tekniğini kullanarak silika nanopartiküller ve perflorooktilenmi kuaterner amonyum silan maddesi (coupling agent) kullanarak pamuklu kumaş üzerinde kompleks tabakalar üreterek süperhidrofob kumaşlar üretmişlerdir [YU ve ark., 2007]. Wang ve ark. çift boyutlu (dual-size) yüzey topolojisine neden olmak için pamuklu kumaşlara altın partiküllerinin girişi ile ve n-dodekantiol ile ard modifikasyonu ile beraber ile süperhidrofob kumaşlar üretmişlerdir [WANG ve ark., 2007]. Michielsen ve Lee naylon 66 dokuma kumaşların mekanik ve kimyasal yüzey modifikasyonunu kullanarak suni süperhidrofob yüzey geliştirmişlerdir [MICHIELSEN ve Lee, 2007]. Hoefnagels ve ark. pamuklu kumaşlar üzerinde çift-boyutlu (dual-size) yüzey pürüzlülüğünü oluşturmak için kumaşın yüzeyinde mikrobüyükte silika partiküllerin *in situ* büyümesi ile ve ardından hidrofobizasyon adımları ile süperhidrofob ve oleofob kumaşlar üretmişlerdir [HOEFNAGELS ve ark., 2007]. Liu ve ark. pamuk lifleri yüzeyinde karbon nanotüplerinin kontrollü bir şekilde (controlled assembly) pamuklu kumaş üzerinde yapay nilüfer yaprağı yüzeyi ürettiklerini bildirmişlerdir [LIU ve ark., 2007]. Ramaratnam ve ark. nilüfer yaprağının hidrofobluğunu ve minyatür çiçekleri taklit ederek florlanmamış hidrofob polimerin tek tabakası ve fonksiyonize edilen nanopartikülleri kullanarak süperhidrofob lifler üretmek için kalıcı bir nanokaplama yöntemi geliştirmişlerdir. Ayrıca kimyasal buhar biriktirme ve diğer teknikler farklı tekstil kumaşların yüzeyinde uygulanmıştır [RAMARATNAM ve ark., 2007; XU ve Cai, 2008].

Al₂O₃ kaplamalar [TADANAGA ve ark., 2000, 2003], floropolimer dop edilen SiO₂ kaplamalar [HOZUMI ve ark., 1997; CHEN ve ark., 2004], Zn nanoçubuk yönlendirilmiş yüzeyler [GUO ve ark., 2004; FENG ve ark., 2004] ve diğer nanoyapılı yüzeyler [FENG ve ark., 2002,2003; ZHANG ve ark., 2004; LI ve ark., 2002, 2003; CICALA ve ark., 2003; SASAKI ve ark., 2004; JIANG ve ark., 2004] su itici yüzeylerin üretilmesi için pek çok alanda uygulamaları nedeniyle geniş çaplı olarak araştırılmaktadır. Zhao ve ark. magnetron sputtering yöntemi ile N-dop edilen TiO₂ potansiyel su itici kaplamaları cam altınlar üzerinde çalışmışlardır [ZHAO ve

ark., 2008]. TiO_2 esaslı kaplamaların su itici özellikleri (temas açış 90°den daha küçük) ve 2 2kla neden olunan süper-hidrofil özellikleri literatürde geniş çaplı olarak araştırılmasına rağmen, TiO_2 esaslı su itici yüzeylerle ilgili araştırma bulunmamaktadır. Aynı zamanda N-dop edilen TiO_2 kaplamalarının tek başına TiO_2 kaplamasından daha yüksek fotokatalitik etkiye sahip olduğunu ve 2 2kla neden olunan süper hidrofil özelliği bildirilmiştir [ASAHI ve ark., 2001]. Dolayısıyla magnetron saçılması (sputtering) yöntemi ile üretilen TiO_2 esaslı su itici yüzeyler endüstriyel olarak düşük ücretli üretilebilmesi nedeniyle mimari ve diğer uygulamalarda ilgi görmektedir. İstem görmemiş cam yüzeyi 8° temas açışına sahipken, N-dop edilen TiO_2 ile kaplanan cam yüzeyinin 102° temas açışına sahip olduğunu bulunmuştur. N-dop edilen TiO_2 esaslı ince filmin temas açışındaki bitim ölçümlerini görmüş genellikle 130° dereceden daha büyük temas açışına sahip su itici yüzeylerinkinden daha küçüktür. Bu sonuç göstermiştir ki N-dop edilen TiO_2 kaplamalar morfolojisi ve kimyasal durumu kontrol edilerek su itici yüzeyler hazırlama potansiyeline sahiptir. Fakat bir diğer problem 2s2 i İstem ve 2 2 a maruziyet sonrasında su itici özelliklerinin kaybedilmesidir. 3 saat boyunca 550 °C hava atmosferinde 2s2 i İstemden veya 365 nm dalga uzunluğunda UV 2 2masından (15µW/cm²) sonra bu filmlerin temas açışına 2ras2yla 70° ve 75°ye düşmüştür [ZHAO ve ark., 2008].

Günümüzde süperhidrofob yüzeylerin üretimi için çinko oksit (ZnO) kullanımı üzerine pek çok araştırma gerçekleştirilmiştir [TANG ve ark., 2007; WU ve ark., 2005; SALEEMA ve Farzaneh, 2008; BADRE ve ark., 2007a ve 2007b; GUO ve ark., 2007a; LI ve ark., 2003]. ZnO filmlerinin hidrofob modifikasyonu uzun zincirli yağ asitleri ile ve onların sodyum tuzları ile gerçekleştirilmiştir [TANG ve ark., 2007; WU ve ark., 2005; SALEEMA ve Farzaneh, 2008; BADRE ve ark., 2007a ve 2007b]. Tang ve ark. başlama (capping) maddesi olarak sodyum oleat kullanarak ZnO nanoçubuklarının modifiye etmişlerdir ve 98° temas açış elde etmişlerdir [TANG ve ark., 2007]. ZnO nanoçubuklarının hidrofob özelliğinin sodyum oleat miktarının artması ile artması bulunmuştur. Wu ve ark. farklı alkanolik asitler ile (C8-C18) modifiye edilen mikroyapılı ZnO yüzeylerinin yüzey alanabilirliğini bildirmişlerdir ve 16°den daha yüksek zincir uzunluğunda yağ asitleri ile modifikasyondan sonra stabil süperhidrofob özellik elde edildiğini bulunmuştur [WU ve ark., 2005]. Süperhidrofob ZnO nanokuleleri (nanotower) kimyasal banyo biriktirme yöntemi kullanarak

hazırlanmış tır ve ardından stearik asit içerisine daldırılarak pasivasyon yapılmış tır [SALEEMA ve Farzaneh, 2008]. Badre ve ark. elektrokimyasal olarak biriktirilen ZnO filmlerinin süperhidrofob özelliği üzerine ZnO nanoçubuk (nanorod) yapılmış ve yağ asit tabakalarının konformasyonunun etkisini incelemiştirlerdir [BADRE ve ark., 2007a]. Bu araştırmacılar ZnO nanoçubuk filmlerinin stearik asit gibi lineer doymuş uzun zincir yağ asidi ile muamelesinden sonra aynı zincir uzunluğunda diğer doymamış yağ asitleri ile muamelesine göre daha yüksek temas açısında yüzeylerine sahip olduğunu bulmuşlardır. Yüksek miktarda su itici yüzeyler elektrokimyasal biriktirme yöntemi ile ZnO nanotel dizisi (nanowire array) filmlerinin stearik asit ile muamelesiyle üretilmiştir [BADRE ve ark., 2007b]. ZnO filmlerinin yağ asitlerinden başka bileşikler ile modifikasyonu aynı zamanda bildirilmiştir [GUO ve ark., 2007a; LI ve ark., 2003]. Guo ve ark. oktadekantiol ile yüzey modifikasyonundan sonra hidrotermal yöntem ile elde edilen süperhidrofob ZnO nanoçubuk dizisi filmlerinin hazırlanmasını bildirmiştirlerdir [GUO ve ark., 2007a]. Li ve ark. elektrokimyasal yöntem ile iletken hidrofob ZnO ince filmlerini hazırlamışlar ve bu filmleri (floro-alkil) silan modifikasyonu ile süperhidrofob yapmışlardır [LI ve ark., 2003]. ZnO inorganik antimikrobiyal bir maddedir ve aynı zamanda fotokatalitik, elektriksel iletkenlik, UV absorpsiyonu ve kimyasal ve biyolojik türler için fotooksidasyon özelliğine sahiptir. Ayrıca ZnO insanlar ve hayvanlar için güvenilir bir malzemedir. Günümüzde ultrasonik yöntemle kumaş yüzeyinde ZnO partiküllerinin immobilizasyonu ile antimikrobiyal özelliklerde pamuklu bandajlar hazırlanmıştır [PERELSHTEIN ve ark., 2009]. Aynı zamanda Lakshmi ve Basu, çinko hidroksit ve stearik asidin ucuz olması, toksik olmaması, tehlikeli etkiler göstermemesi ve kolay temin edilebilmesi nedeniyle stearik asit ile modifiye edilen koloidal çinko hidroksitin sol-jel kompozitlerinin spreysel yöntemi ile kaplanması su itici tekstiller ve sağlık bakım ürünlerinde kullanım potansiyeline sahip olduğunu bildirmiştirlerdir [LAKSHMI ve Basu, 2009].

Süperhidrofob pürüzlü filmler üretmek için çok çeşitli yöntemler geliştirilmiştir [HOZUMI ve ark., 1997; TEARE ve ark., 2002]. Floroalkilsilanların plazma ile güçlendirilmesi kimyasal buhar biriktirmesi, boehmitten alüminyum asetilasetonatın süblimasyonu, titania ve silika kaplama [NAKAJIMA ve ark., 1999 ve 2000a, 2000b], düşük yüzey enerjili kaplama ile izlenen alüminyumun anodik oksidasyonu [SHIBUICHI ve ark., 1998; POSPIECH ve ark., 2003], fotolitografik olarak araştırılan

yüzeyler [ONER ve McCarthy, 2000], politetrafloroetilen oligomer partiküllerinin nikel elektrodla hapsedilmesi (embedding) [KUNUGI ve ark., 1993], mikrometre alt² partiküllerin sıkıştırılması (compressing) [CHEN ve ark., 1999] ve plazma esaslı a²ndırma [BUSSCHER ve ark., 1992] ve biriktirme [YOUNGBLOOD ve McCarthy, 1999] teknikleri bunlara birer örnektir. Temas açışını artırmanın di er bir yolu ya kimyasal yöntemlerle bir yüzey üzerinde açık gözeneklili in (open porosity) yaratılmasıdır: s²otaktik polipropilen 160° temas açışıyla gözenekli bir film olu turmak için kullanılmı tır [ERBİL ve ark., 2003]. Bu yöntemlerin ço u çok pahalıdır ve bazı özel uygulamalar ile sınırlanmaktadır. Örne in plazma a²ndırması dü ük yüzey enerjili substrat olu turmakla sınırlanmaktadır. Mikrometre alt² (çapı 100 nm) silika partiküllerini esas alan öz-k² partikül birikintileri (assembly) ile süperhidrofob itici yüzeylerin tasarlanması için yeni ve deneysel olarak basit bir yaklaşı m bildirilmiştir [SYNSTSKA ve ark., 2004, 2005, 2006a ve 2006b]. Partiküller kimyasal olarak ba lanan (anchored) polistirenin ince tabakaları ile ve kimyasal olarak emilen (chemisorbed) (tridekafloro-1,1,2,2-tetrahidrooktil) dimetilklorosilan (FSI) ile modifiye edilmiştir. Bu ara tirmalar daha önceki çalı malarında silika ba latıcı maddesi olarak TEOS'u ve dü ük yüzey serbest enerjisine sahip materyal olarak perfloropolieter oligomeri kullanarak 110° temas açışında çok düzgün yüzey yapıları ile hidrofob yüzeyler elde etmişlerdir [FABBRI ve ark., 2006a, 2006b].

Feng ve ark. yüksek su itici alumina ince filmlerini, polietilen imin ile kaplanan gözenekli ve pürüzlü alumina filmleri üzerine stearik asit tabakasının kimyasal adsorpsiyonu ile üretmişlerdir. Olu um prosesi ve güçlü su itici alumina filminin yapışması temas açışını ölçülerek incelenmiştir. Sonuçlar göstermiştir ki, alumina filmlerinin temas açışını kaynar suya daldırma süreleri arttıkça artmaktadır ve alumina filmlerinin pürüzlülü ü kaynar suda boehmitin dissolüsyonu ile artmaktadır. Son olarak 139,1° gibi yüksek temas açışını ile yüksek su itici pürüzlü ve gözenekli alumina yüzeyler elde edilmiştir. Ayrıca stearik asitin pürüzlü ve hidrofob yapıları alumina filmlerine yüksek su itici özellik kazandırmıştır [FENG ve ark., 2010].

Tadanaga ve ark. 20- 50nm pürüzlülük de erlerinde alumina ince filmini sol-jel yöntemiyle hazırlanan alumina filmlerinin kaynar suya daldırılması ile üretmişlerdir. Hidrolize edilen floroalkiltrimetoksisilan, alumina filmleri üzerine kaplandı nda suyun

temas açış kaynar suya daldırma süresinin artışı ile artmış ve 30 sn daldırma süresinin yeterince yüksek su iticilik ve yüksek saydamlık elde etmek için yeterli oldu u bulunmu tur. Bu filmin temas açış 165° ve görünür ışık için transmitans değeri %95'den yüksek olarak bulunmu tur. Kaynar suya daldırılan alumina filminin yüzeyinin boehmit kristalleri içerdiği bulunmu tur. Yüzey üzerindeki hidrofob bölgelerde havanın varlığı süper su iticilik sağladığı gösterilmiştir [TADANAGA ve ark., 1997].

Fabbri ve ark. cam altlıklar perfloropolieter oligomeri esaslı organik-inorganik hibrid malzemeler ile döndürme (spin) kaplama yöntemi ile kaplamış ve bu hibrid malzemeler sol-jel yöntemi ile hazırlanmıştır. Tüm sistemlerin yüksek hidrofob ve oleofob özellikte olduğu gösterilmiştir. Florlanmış oligomerin adsorbabilite davranışını moleküler ağırlığı ve fonksiyonellik özelliklerinden bahsetmiş olduğu bulunmu tur. Temas açış ve yüzey gerilimi açışında elde edilen düşük değerler göstermiştir ki, perfloropolieter segmentlerinin yüzey segregasyonunun ağırlıkta bulunması muhtemeldir. Bu sonuçlar ve elde edilen kaplamaların yüksek kalitesi esas alındığında bu malzemeler cam ve diğer benzer altlık malzemelere su ve yağ iticilik özellik vermek için fonksiyonel kaplamalar olarak kullanılabilir [FABBRI ve ark., 2007].

Günümüzde su itici kumaşlar üretmek için parafin vaks ile kaplama, piridinyum bileşikleri, silikon reçineleri veya florokarbon ile lif yüzeyinin muamelesi gibi birkaç yöntem mevcuttur. Florokimyasallar su iticilik bakımından mükemmel olmaları nedeniyle günümüzde en çok tercih edilen kimyasal maddelerdir [LINEMANN ve ark., 1997; LEE ve ark., 1999; CASTELVETRO ve ark., 2001; CERNE ve Simoncic, 2004; SHAO ve ark., 2004a, 2004b; VUKUSIC ve ark., 2004; EASTER ve Ankenman, 2005]. Esas olarak 120-130° arasında temas açış florokimyasallar kullanarak muamele ile elde edilebilir. Fakat florokimyasal bileşiklerinin dezavantajı yüksek ücretleri ve insan cildine temas halinde insan sağlığı için yarattığı potansiyel tehlike ve çevresel kaygıdan kaynaklanmaktadır. Sol-jel yöntemi kullanarak yüzeye hidrofob özellik kazandırılması alternatif bir yöntem olarak sunulmu tur [MAHLTIG ve Böttcher, 2003; DAOUD ve ark., 2004; YU ve ark., 2007; YEH ve ark., 2007a ve 2007b]. Hidrofob özellikler ile düzenli hibrid malzemelerin oluşturulması sağlayan organosilan

moleküllerinin kendi kendine düzenlenmesi üzerine ara tırmalar artmı tır. Pamuklu kuma üzerinde dü ük sıcaklıklarda muamele edilmi saydam ve kalı c süperhidrofob silika kaplama filmler bildirilmi tir [DAOUD ve ark, 2004]. Hekzadesiltrimetoksi silan (HDTMS), tetraetoksiortosilikat (TEOS) ve 3-glisidiloksi propiltrimetoksisilan (GPTMS) karı mın hidroliz ve kondenzasyonu ile sol-jel reaksiyonları kullanarak hibrid organik-inorganik nanokompozit kaplamalar üretilmi tir. 141° temas açıs de eri elde edildi i bildirilmi tir. 140°nin üzerinde temas açıs ile tanımlanan süperhidrofobluk durumuna iki temel faktör neden olabilir: (a) düzgün bir yüzeyden pürüzlü bir yüzeye yüzey geometresinin de i imi, (b) pürüzlü yüzeylerin hidrofob özelli i. Önceden yapılan çalı malara göre [MAHLTIG ve Böttcher, 2003; DAOUD ve ark, 2004; YU ve ark., 2007], sol hazırlanmasın alkol ortamında yapılması ticari uygulamalar sınırlamı tır [PIPATCHANCHAI ve Srikulkit, 2007].

Perflorooktiltrietoksisilanın monomerinin ilavesi üzerine pek çok çalı ma bildirilmi tir [MAKITA ve ark., 1997; HONG ve ark., 1999; AKAMATSU ve ark., 2001; JEONG ve ark., 2001; MIYAFUJI ve Saka, 1999; NAKJIMA ve ark., 2000; KRON ve ark., 2001]. Aynı zamanda nasyon gibi polimerik florin bile iklerinin hakkında literatürde çalı malar bulunmaktadır [YOUNG ve Mauritz, 2001; DENG ve ark., 1998]. Böyle floroalkil bile iklerinin ba lıca dezavantajı çok pahalı olmalarıdır ve cilt ile temas halinde insan sa lı ı için ve ayrıca tekstil empregnasyonu sırasında ve sonrasında flor bile iklerinin emisyonu durumunda çevre için potansiyel risk olmaktadır. Dolayısıyla bazı üreticiler son birkaç yıldır flor içeren bile iklere dayanan su itici kuma ların üretimini durdurmu tur [MAHLTIG ve Bottecher, 2003].

Satoh ve ark. (2003) naylon 66 film materyalini polimetilmetakrilat (PMMA), poli(metakrilik asit), tetraetoksisilan (TEOS), 2-perflorooktiltrietoksisilan (17F) kullanarak sol-jel yöntemi ile kaplamışlardır. Kaplanan filmlerin temas açıs de eri 149° olarak bulunmu tur. Naylon üzerinde florlanmış PMMA içeren inorganik-organik film süper su itici özellik göstermi tir. TEOSun 1 molü başına 0,001 mol gibi dü ük oranlarda 17F içeren kaplamalar bile yüksek ultrasonik yıkama dayanım göstermi lerdir. Filmlerin yüzeyleri yüzey pürüzlülük de erleri de incelenerek XPS ve SEM ile karakterize edilmi tir [SATOG ve ark., 2003].

Bizim yaptığımız çalılmalarda pamuklu kuma üzerine yapılan gümü katkı titania film kaplamalarında 131° gibi yüksek temas açısında da erine sahip kuma lar üretilmi tir [ONAR ve ark., 2007].

1.4 Ya ve Kir iticilik Bitim ilemi

Kirin yapısında tekstil yüzeyini etkileme ve ona tutunma ekli çok farklı oldu u için kir iticilik konusunda tek bir i lemle tüm kirler için etkili sonuçlar elde etmek zordur. Ancak esas olarak başlıca kuru ve ya kirlenme ekillerinden söz edilebilir. Kuru kirlenmede her türlü toz ve kirletici partiküllerin tekstiller tarafından filtre edilerek tutulması (perde), üzerine çökmesi (dö eme) veya elektrostatik yüklenme (sentetikler) ile kirleticilerin birbirini çekmesi ekinde olabilmektedir.

Ya kirlenme ise sulur kirler veya yağlı sulu kirler do rudan üzerine dökülerek tekstili kirletmektedir. Di er önemli bir kirlenme ekli ise özellikle koltuk, divan vb. dö emeliklerin sürekli kullanılması sırasında eldeki yağ ve kirlerin kuma a sürülerek tabaka halinde kirlenmesidir. te bitim i lemlerinin bir konusu da kuma lara kir iticilik i lemleri uygulayarak bunların kullanılması sırasında hızlı kirlenmelerini önlemektedir.

Bugün için kir iticilikte geçen kavramlar şunlardır:

- * Do rudan kir iticilik etkisi (stain repellent)
- * Yıkama sırasında kirin kolay uzaklaşmasını sağlayan (soil-release) etki
- * Grilemeyi önleyici (antisoil-redeposition) etkidir.

Kir iticilik bitim i lemlerinde kullanılan bazı kimyasal maddelerin yıkama sırasında açığa çıkması, i me etkisi göstererek kirin kuma tan daha kolay çıkmasını, uzaklaşmasını sağladıkları gibi flottedeki kirin yeniden kuma a yapışıp yıkama sırasındaki grile me etkilerini de önlemeleri söz konusudur.

Ancak esas elde edilmek istenen etki do rudan kir iticilik etkisidir. Bu etki kirin kuma a tutunmasını, içine i lemesini önleyen veya azaltan bir etkidir. te bu amaçla en basitinden kuru kirlerin kuma a tutunup içersine i lememesi için kuma a önceden titandioksit, silisyumdioksit, alüminyumtrioksit vb. gibi renksiz pigmentler aktararak

kuma a kuru kir iticilik etkisi kazandırmak mümkündür. Hatta tutumda ni asta veya di er sentetik sertle tiricilerle birlikte doldu maddeleri kullanılarak yapılan bir i lem de ilk ykamaya kadar ayn² etkiyi sa lamaktadır. Ya kir iticilik bitim i lemlerinde ise, e er bir kuma su iticilik i lemi görmü ve bu kir sulu emülsiyon olarak kuma a gelmi ise, kuma n içine i lemeden yüzeyde iken emici bir bezle alınarak kirletme etkisi engellenebilir. Yok e er kir, ya l² emülsiyon veya ya ms² maddelerin kirletme etkisi söz konusu ise bu durumda o kuma a florkarbon bile ikleri ile bitim i lemi yapm² olmas² gerekmektedir.

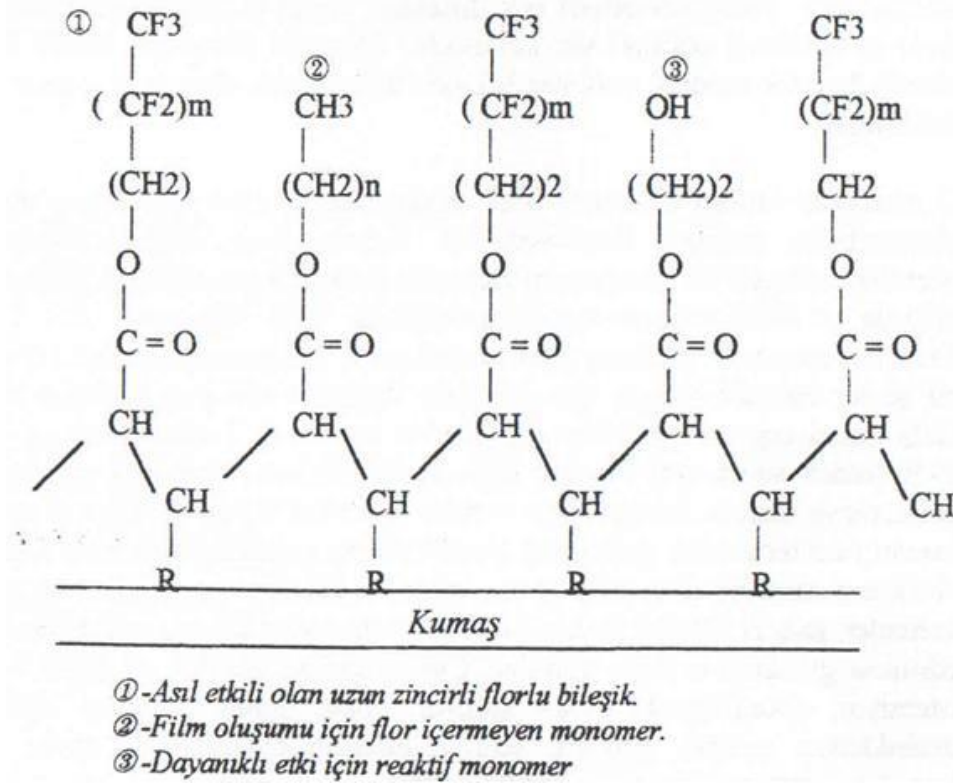
Bugün için ya , kir ve hatta su iticilik bitim i lemleri için kullanılan en önemli ve gündemde olan maddeler perfloralkil veya di er ad² ile florkarbon bile ikleridir. Ya l² emülsiyon halindeki veya di er ya ms² kirlenmelere kar ² en etkili maddeler bunlardır. Ya l² emülsiyonlar kuma a i lemeden yine emici bir madde ile yüzeyden alndıklarında herhangi bir kirlenme etkisi olmamaktadır.

Florkarbon bile iklerinin bu etkili ve çok yönlü itici özelli i flor atomunun karbonla yapt² ba n yapısından eiler gelmektedir. C-F ba nın uzunlu u (1,35), C-C ba na yapt² (1,54) göre daha ksa oldundan florlanm² alkil gruplarının hareketlili i dü üktür. Yani F atomu C atomu ile ksa ve sa lam bir ba yapmaktadır. Gerek C-F ba nın ksal², gerekse flor atomunun polarize olabilme yetene inin az olmas² nedeniyle C-F ba ların reaksiyona girme iste i ve yetene i dü üktür. Yani ba ka bir molekülle olan kar şıklı çekim ili kileri azdır. Bu durum perfloralkil bile iklerinin çok dü ük üst yüzey gerilimi de erlerine sahip olmalarında do urmaktadır. Dolayısıyla perfloralkil bile ikleri aktarım² olan kat² bir cismin kritik üst yüzey gerilimi iyice dü mektedir. Örne in üzerine . CF₃ grubu içeren bir madde sürüldü ünde camın kritik üst yüzey gerilimi 6mN/m²ye dü mektedir. Parafin ya nın üst yüzey gerilimi 30 mN/m oldu u için parafinin böyle bir yüzeyi slatmas² mümkün de ildir.

Su iticilik i leminde kuma a bir madde aktararak o kuma n suya kar ² üst yüzey gerilimi artırdıyordu. Perfloralkil grupların bir kuma a aktard² m²da ise o kuma n kritik üst yüzey gerilim de erini dü ürmü oluyoruz. Her iki etki de; s² bir maddenin kuma a i lemeden damla ekinde onun yüzeyinde kalabilmesine destek

vermektedir. Ancak su iticilikte kullanılan maddeler genelde ya esaslı oldukları için ya l² kirleri itici etkileri de yoktur. Florkarbon bile iklerinin ise her türlü s²v², emülsiyon ve kuru ya ²ms² kirlere kar ² itici etkileri söz konusudur.

Polimer florkarbon bile ikleri de i ik k²s²mlardan olmaktadır. Uzun zincirli, flor içeren ve aslı etkiden sorumlu yapıta ²n²n yan²nda flor içermeyen ancak film oluşumunu iyile tirici monomerler veya kopolimerlerin dayanıklı²² ²n² art²ran reaktif gruplar bulunmaktadır. Maddenin yapı²²nda flor içeren ve içermeyen gruplar de i imli olarak yer almaktadırlar. Yine reaktif gruplar istatistiksel da ²²ml² olarak bu yapı²da bulunmaktadır. Ancak bu ²ekilde oldu u takdirde optimum dayanıklı²²ta ve elastik yapı²da bir film tabakası liflerin etrafı²n² sarabilmektedir. Etkili bir sonuç elde etmek için maddenin itici grubunu oluşturan florkarbon zincirinin lif yüzeyinden d² ar²ya do ru yönelmesinin (oryantasyonu) iyi olması gerekmektedir (²ekil 1.17).



²ekil 1.17: Florkarbon polimerinde etkili maddeler ve yerle im düzenleri

Yine bu tür bir i lem sonucu kuma ²n gözenekleri, hava geçirgenlik de eri olumsuz yönde etkilenmeden kuma ve liflerin yüzeyinde sulu, ya l² veya kirlı maddelerin tutunması²n² engelleyen bir etki elde edilmektedir. Bu maddelerin görevlerini etkili bir

ekilde yapabilmeleri için yukarıda belirtilen özelliklerin yanında diğer bazı önemli hususlar ise şunlardır:

- * Perflorlanmış zincirde optimum etki için 8 karbon atomu bulunmalıdır.
- * Yine bu zincirde tüm hidrojenlerin yerine flor atomu geçmesi olmalıdır.
- * Etkili grubun polimerdeki düzgün dağılımının sağlanması gerekmektedir.
- * Bu grubun işlem sırasında (kurutmada) kuma yüzeyinden doğru oryantasyonu düzgün olmalıdır.

Bugün için florkarbon bileşikleri bir hayli geniş alanda kullanılmaktadır. En büyük kullanım alanı bugün için giyim sektörüdür. Özellikle dokuma veya örme olsun tüm fonksiyonel spor giysilerin üretiminde mutlaka kullanılan bir madde haline gelmiştir. Eskiden beri yer döşemeleri, koltuk, divan döşemelikleri, masa örtüleri ve takımlar, dekorasyon kumaşları, banyo perdeleri, güneşlik ve tenteler de kullanılmaktadır. Kısacası her türlü ev tekstilleri ile halılarda kullanılan bir maddedir. Yine mobilyalar, ayakkabı üstü, giysilik deriler ve yapay deriler en önemli kullanım alanlarından biridir. Her türlü teknik tekstiller aynı şekilde önemli kullanım yerlerinden biridir.

Florkarbon bileşiklerinin doğrudan kir ve yağ iticilik veya kirin yakılması sırasında kumaşta kolay uzaklaşması yönünde etkili olan tipleri vardır. Bu maddelerin yapıları gereği kir, yağ ve su iticilik etkilerinden birisi istenebileceğine göre çok iyi olurken diğer ikisi daha düşük derecelerde olabilmektedir.

Bu maddelerle yapılan çalınmalarda bazı hususlara dikkat etmek gerekmektedir:

- * Kumaşın özenli bir ön terbiye işlemi görmüş olması
- * Rahatsız edici artıklar maddeleri yapısında bulundurmaması gerekmektedir. Örneğin kumaş üzerinde preperasyon ve haşlama artıkları düzgün madde aktarmasını engellerken, alkali artıkları ile ilgili kalıcılığı, tensit artıkları su iticiliği olumsuz yönde etkilemekte, silikon artıkları ise yağ iticilik etkisinin azalmasına neden olmaktadır. İlgili görece kumaşın pH değeri 5-7 arasında ayarlanmalıdır.

Reçetede;

20-50 g/l Florkarbon bileşimi

0,5-1 ml/l Asetik asit (%60)

20-40 g/l Buru mazlak maddesi + 6-12 g/l MgCl₂ bulunur.

Bu çözelti ile kuma emdirilir ve kurutulur. 140-150 °C'de 3-5 dakikada kondenzasyona tabi tutulur. Örneğin böyle bir reçete de i ik liflerden yapılmış pek çok bluz, ceket vb. gibi ürünler için uygun bir reçetedir. Düzgün tekrar edilebilir etkiler elde edildiği müddetçe herhangi bir aplikasyon ile çalışabilmek mümkündür. Örneğin emdirme, vakum, püskürtme yöntemlerinden biri olabilir [ÇOBAN, 1999].

1.5 Ya ve Kir iticilik İlemi için Sol-jel Teknolojisinin Kullanımı

Ya ve kir itici kaplamalar yalnızca tekstiller için değil kolay-bakım ve kolay-temizleme uygulamalarında büyük bir ticari öneme sahiptir. İmdiye kadar ya ve ya benzeri kirlerin nanosol kaplamalar ile itilmesi yalnızca florlanmış bileşikler ile nanosollerin modifikasyonu ile gerçekleştirilmiştir [BÖHRINGER, 2002]. Bununla birlikte pek çok tedarikçi tekstil işletmeleri için florsuz ya itici nanosol bitimine sahip olmayış talep eder. İmdiye kadar böyle bir ürün pazara girmemiştir.

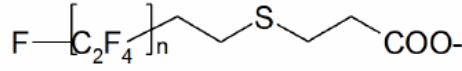
Fiziksel temelleri esas alındığında flor bileşiklerini kullanmadan ya itici bir yüzey yaratmak imkansız olmalıdır. Yüzey ile temas haline getirilen sıvı bir madde ile ıslanmayı önlemek için sıvı, sılatılacak numunenin yüzeyinden daha düşük yüzey enerjisine sahip olmalıdır. Tablo 1.3 pek çok moleküler yapı bloklarının kritik yüzey gerilimini göstermektedir. Bu yapı blokları ya esaslı kirlerde baskındırlar, ayrıca bu tabloda flor esaslı ya iticilerin blokları için de değerler verilmiştir. .CH₃den daha düşük yüzey enerjisine neden olan tek fonksiyonel gruplar .CF₂- ve .CF₃dür. Tekrar hatırlatmakta fayda vardır ki, sılatılan yüzey sılatıcı maddeden daha düşük yüzey enerjisine sahip ise ancak ıslanması önlenemez. Tüm hidrokarbonlara karşı yeterli iticilik yalnızca flor bileşikleriyle başarılabilir. Daha yüksek yüzey enerjisine sahip bazı yağlarla ıslanma aynı zamanda daha düşük yüzey enerjisine sahip florsuz yüzeylerle de belirli miktarda önlenemez, fakat bu iticilik sıvı sayısında kir maddesiyle sıvılanmaktadır. Hatta doada süper itici yüzeyler olarak isimlendirilen bazı örnekler olan su teresi ve nilüfer bitkisi ya itici yüzeyler yaratamayabilirler. Bu sebepten bu doğal ürünlerde .CF₃ grupları mevcut değildir. Bununla birlikte florsuz ya itici yüzeylere neden olan pek çok yaklaşımlar araştırmaktadır. Bir örnek önabsorbe edilen

polikasyonlar üzerinde yerle tirilen hareket edebilir silika partiküllerine dayanmaktadır [COUSIN ve ark., 2005].

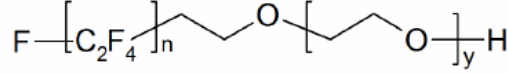
Tablo 1.3: Farkl² moleküler yap² bloklar²n²n kritik yüzey gerilimi de erleri [DUSCHEK, 2001]

Yüzey bile eni	Kritik yüzey gerilimi [mN/m]
-CF ₃	6
-CF ₂ - (politetrafloretillen, %60üz flor karbon zinciri)	18
-CH ₃ (oryante parafin)	24
Silikon	24
-CH ₂ - (polietilen)	31

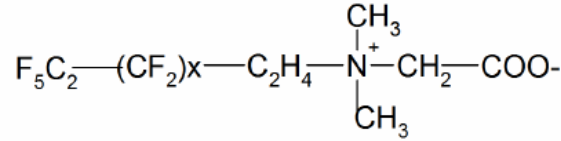
Ya itici nanosol esasl² kaplamalar² ba arabilmek için perfloralkilsilanlar (örne in triflorpropiltrimetoksisilan), florlanm² yan zincir ile veya florlanm² yüzey aktif madde ile polisiloksanlar gibi florlanm² aditifler kullan²m² t²r [SATO ve ark., 2004; TEXTOR ve ark., 2001a, 2001b]. Florlanm² alkil-alkoksi bile ikleri aditif olarak faydal²d²r, fakat ayn² zamanda kaplama maddesi olarak kullan²lan florlanm² polimerize partiküllere neden olan polikondenzasyon reaksiyonlar²nda da ba lat²c² madde olarak kullan²abilmi tir [AKAMATSU ve ark., 2001]. Genellikle florlanm² bile ikler ile kombinasyon nanosol içerisinde dü ük çözülebilirlikleri ile (özellikle sulu sistemlerde) s²n²rlan²r. Bu sebepten genellikle florlu bile iklerin çözülebilirli ini art²ran hidrofil gruplar² ile modifiye edilmi floro-yüzey aktif maddeleri veya aminoalkil yan zincirleri ve florlanm² zincirler içeren polisiloksanlar kullan²r. Nanosoller ile dü ük yüzey enerjisinde yüzeyler haz²rlamak için kullan²abilen flor içeren yüzey aktif maddenin seçimi gösterilmi tir (ekil 1.18).



DuPont™ Zonyl™ FSA



DuPont™ Zonyl™ FSN



Masur™ FS-300

ekil 1.18: Ya -itici kaplamalar² ba armak için nanosol modifikasyonu için kullanılan floro-yüzey aktif maddelerinin seçimi

Modifiye edilmi nanosoller durumunda kaplamanın kalıcılığı için önemli olan kaplamanın adhezyonunu sol modifikasyonunun etkilememesi dikkate alınmalıdır. Az miktarda aminopropiltrietoksilan ile kombine perfloralkilsilanlar ve metilalkoksilsilanlardan nanosollerin hazırlanmasının avantajı oldu u bildirilmi tir. Bu durumda aminopropil grupları ile tem gören tekstil malzemesine adhezyonu geli tirmi ve iyi yıkama sonuçları sağlanmıştır [ZHANG ve ark., 2006].

Flor modifiye solların uygulanması ile tekstiller yağ esaslı veya yağ içeren pek çok kir ve suya karşı mükemmel iticilik özellikleri ile donatılabilir. Konvansiyonel florokarbonun uygulanmasından önce bir silika sol ile bir tekstil materyalinin ön i leminin aynı zamanda mükemmel su ve yağ itici yüzeylere neden oldu u bildirilmi tir. Yıkama işleminden sonra iticilik özelliklerinin kalıcılığını silika sol ile ön i lem olmadan uygulamaya göre geli tirildi i bildirilmi tir [YEH ve ark., 2007a ve 2007b].

ekil 1.19'da farklı hidrofob ve/veya oleofob nanosoller ile bitim i lemi gören tekstillerin foto rafı gösterilmi tir. Hergün kullanılan yaygın olan farklı kirler ile tekstiller lekelenmi tir. lem görmeyen kuma su, kahve, arap ve yağ ile kirlenmi tir. Alkil modifiye yüzeyler su-esaslı kirlere karşı korunmu tur. Fakat yalnızca

flor modifiye örnekler hidrokarbon esaslı ya ları itir. ekilde görüldü ü gibi floro-yüzeyaktif maddeler ile modifiye edilen bir sol ile i lem gören örnekler mükemmel ya itici özelli e sahip iken, su esaslı maddelerle tamamen ıslanmı tır. Bu fenomen florlanmı alkil zincirleri ve hidrofil gruplardan olu turulan floro-yüzeyaktif maddelerin amfifilik yapıları ile açıklanabilir.

nanosol yok	alkil silan içeren sol	flor silan içeren sol	florlu yüzeyaktif madde içeren sol	pamukun sol muamelesi test sıvısı
				renkli su
				kahve
				kırmızı şarap
				renkli yağ

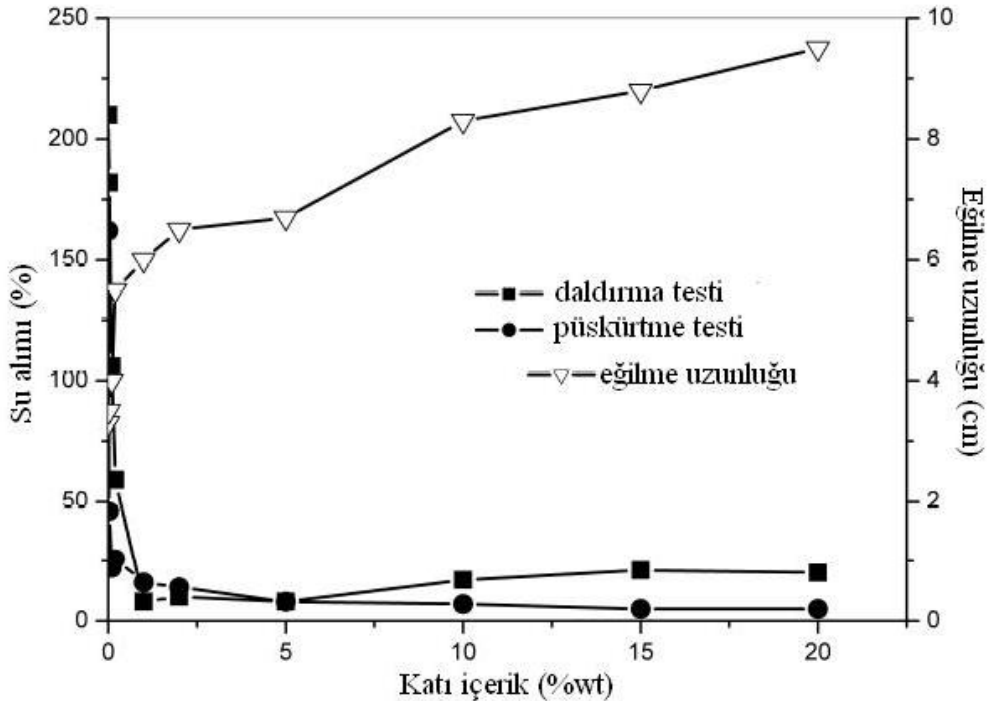
ekil 1.19: Farklı olarak modifiye edilen sollar ile muamele edilen pamuklu kuma lara damlatılan farklı kirler. Kuma üzerine damla uygulandıktan 2 dakika sonra foto rafları çekilmiştir.

Tekstiller için sol-jel esaslı bitimlerin uygulanması naylon halılar için [SATO ve ark., 2004] ve poliester perdeler için [MÜLLER ve ark., 2004] bildirilmiştir. Florlanmış nanosol uygulamaları konvansiyonel ticari olarak mevcut floro-karbon reçine dispersiyonları ile karşılaştırıldığında benzer veya hatta daha iyi kir itici özelliklere neden olduğu bulunmuştur [MÜLLER ve ark., 2004]. Sol-jel esaslı sistemlerin bir avantajı jelle me i lemi boyunca kaplama yüzeyi üzerinde çok unlukla pahalı düşük enerji bile iklerinin olu umu nedeniyle flor bile enin miktarını azaltılması ile sağlanabilir. Flor miktarını azaltmak veya florun başka bir alternatif ile yer de i tirmesi çevrede birikti i bilinen yüksek dirençli ve biyolojik olarak parçalanamayan böyle bile iklerin azaltılabilir olması nedeniyle ilgi çekmektedir [PRESCHE ve ark., 1985]. Bu gerçek nedeniyle pek çok üretici imdilerde tekstil endüstrisinde

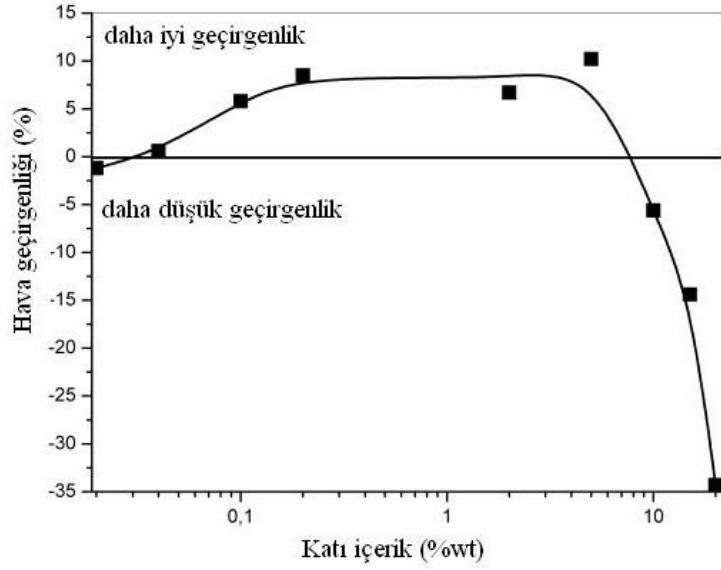
konvansiyonel olarak kullanılan bu sistemlerin yerde i tirmesi için yöntemler ara t²rmaktad²rlar.

Florlanm² nanosoller ayn² zamanda hastanede kullanılan tekstiller için poliamid kuma lar²n iticili ini geli tirmek için test edilmi tir. Ameliyat boyunca ameliyathanelerde giyilen tekstillerden istenen bir özellik koruyucu k²yafet olarak kan penetrasyonunu önlemektedir. Ayn² zamanda bu k²yafetlerden istenen özellikler oldukça çoktur. Bu k²yafetler cerrahlar saatlerce çok konsantre bir ekilde çal² mak zorunda oldu u için mükemmel giyim konforuna sahip olmal²d²r. Sol-jel esasl² bitimler mükemmel iticilik sa lama konusunda ümit vericidir, fakat kuma ²n sertli ini (stiffness) ve nefes alabilirli ini az miktarda etkileyebilirler.

Silika sol ile i lem gören kuma lar için su buhar² transportunun iyi sonuçlar verdi i bildirilmi tir [RISCHE ve ark., 2003]. Dolay²s²yla hava geçirgenli i ve nefes alabilirli inin korunmas² ve geli imi iticilik bitiminin uygulanmas²ndan sonra dahi beklenmektedir. Buna ait veriler ekil 1.20 ve 1.21de gösterilmi tir.



ekil 1.20: Ameliyathanelerde giyilen k²yafetlerde kullanılan poliamid kuma larda florlanm² nanosol kaplamalar². Kullan²lan nanosolün kat² içeri ine göre kuma lar²n su al²m² ve e ilme uzunlu u



ekil 1.21: Ameliyathanelerde giyilen k yafetlerde kullanılan poliamid kuma larda florlanm  nanosol kaplamalar . Kullanılan nanosol n katı ieri ine g re kuma ların hava geirgenli i

Test edilen kuma ların su alımlı florlanan nanosollerin ok d   k miktarlar  kullanarak bile minimum d zeye azaltılabılırken aynı zamanda e ilme sertli i (stiffness in bending) bir miktar artmı tır (ekil 1.20). Hava geirgenli i bakımdan bitim g ren tekstiller uygulanan nanosol yeterince seyreltike artan bir geirgenlik bile g stermi tir (ekil 1.21). Daha y ksek katı ierik ile nanosollerin kullanımı sertli i arttırırken ve hava geirgenli ini azaltırken iticili i  nemli miktarda arttırmayacaktır.

Hsieh ve ark. ilave d   k y zey enerji muamelelerine ihtiya duymaksızın s per su ve ya itici silika esaslı kaplamalar sentezlemek iin tek-adımlı bir kaplama tekni i geli tirmi lerdir. Kaplanan Si wafer iin y zey topografi alımlar g stermi tir ki, 20 nm apındaki k resel silika nanopartik lleri y  zımsı birincil y zey p r zl l   n  olu turmu tur. Silika kaplamasında florun silikaya atomik oranının su ve ya iticilik  zelli inde  nemli rol oynadı ve optimum oran olan F/Si: 2,13 de erinde en iyi su iticilik (168,1 ) ve ya iticilik de eri (165,2 ) elde edilmi tir. Sonu olarak bu tek adımlı proses ile  retilen multifonksiyonel nanokaplamaların polimerik ve esnek altlıklara s perhidrofob ve s peroleofob  zellikler kazandıma potansiyeline sahip oldu u bulunmu tur [HSIEH ve ark., 2009].

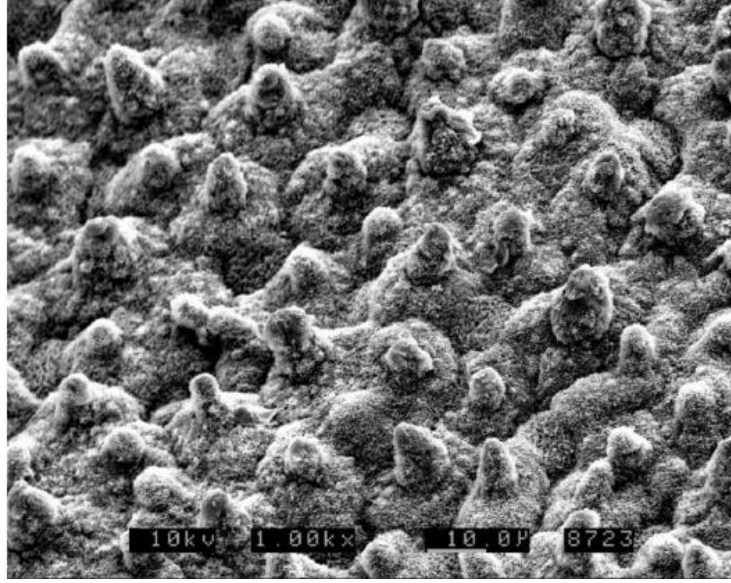
Yagi ve ark. metiltrimetoksisilan (MTMS) oligomerlerinin 2-propanol içerisindeki çözeltisi ile filtre kağıtlarını muamele etmişler ve su iticilik ve mukavemet özelliklerinde gelişme gözlemi yapmışlardır. Bu çözeltiye titanyum bütoksit katalizör olarak ilave edildiğinde MTMS oligomerleri ile titanyum bütoksit reaksiyona girmiş ve Si-O-Ti bağları kağıt içerisinde oluşturulmuştur. Kağıtların mukavemet özellikleri MTMS oligomerinin empregnasyon ve polimerizasyon reaksiyonları ile belirgin şekilde geliştirilmiştir. MTMS oligomerindeki metoksi grupları 3-boyutlu ağ oluşturma yeteneğine sahiptir ve aynı zamanda oligomerdeki metil grupları mükemmel su itici özellik göstermiştir. Sonuç olarak ilginç gören kağıt örneği ya kökullarda bile iyi mukavemet özelliklerine sahip olmuştur [YAGI ve ark., 2005].

1.6 Kendi Kendini Temizleme Özelliği

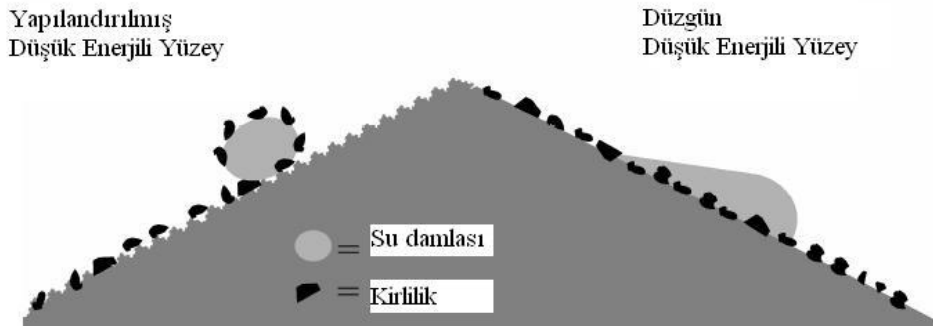
Esaslı olarak basit olarak düşük enerjili bir yüzey oluşturulduğunda tekstillerin kendi kendini temizleyen olarak etiketlenmesi bir yanılgıdır. Aslında bu özellik kolay temizlenme özelliğidir. Esaslı olarak kendi kendini temizleyen yüzeylerin 2 tipi literatürde ayrıştırılabilir: Fotokatalitik olarak aktif TiO₂ esaslı ürünler gibi fotoaktif veya fotokatalitik yüzeyler [BOZZI ve ark., 2005] ve genellikle Lotus (nilüfer) yüzeyler olarak isimlendirilen süperhidrofobik yüzeyler [BARTHLOTT ve ark., 1997; FÜRSTNER ve ark., 2000; LI ve ark., 2007e; ZHANG ve ark., 2008]. Tek bir kaplamada her iki tipin kombinasyonu aynı zamanda araştırılmaktadır [HSIEH ve ark., 2005]. Tüm bu durumlarda temizleme için çevre ile etkileşim gereklidir. Bu etkileşim, fotokatalitik kaplamalar için UV-254 ile ışıkla, süperhidrofobik yüzeyler için en azından belirli bir oryantasyon veya yağmur gibi bir su maruziyetidir. Fotoaktif kaplamalar ayrıca antimikrobiyal özellik gösterirler.

Yukarıda bahsedildiği gibi kendi kendini temizleyen yüzeyler genellikle lotus-benzeri yüzeyler olarak isimlendirilir [PATANKAR, 2004; HENNIGE ve ark., 2005]. Doğada kendi kendini temizleyen örnekler bulunmaktadır. Çeşitli hayvanların kanatları ve bazı yapraklar oldukça yüksek iticilik özelliğine sahiptir. Bu yapraklardan birisi de nilüfer (lotus) bitkisinin yaprağıdır. Lotus yaprağına biriken hemen hemen tüm kirlilikler yüzeyin su ile durulanması ile uzaklaştırılabilir [BARTHLOTT ve ark., 1997; FÜRSTNER ve ark., 2000]. Lotus yaprağına benzer şekilde kendi kendini temizleyen hidrofob yüzeyler,

yüzeylerden kirliliklerin saf su ile muameleyle tamamıyla uzakla tırabilen yüzeyler olarak tanımlanır.

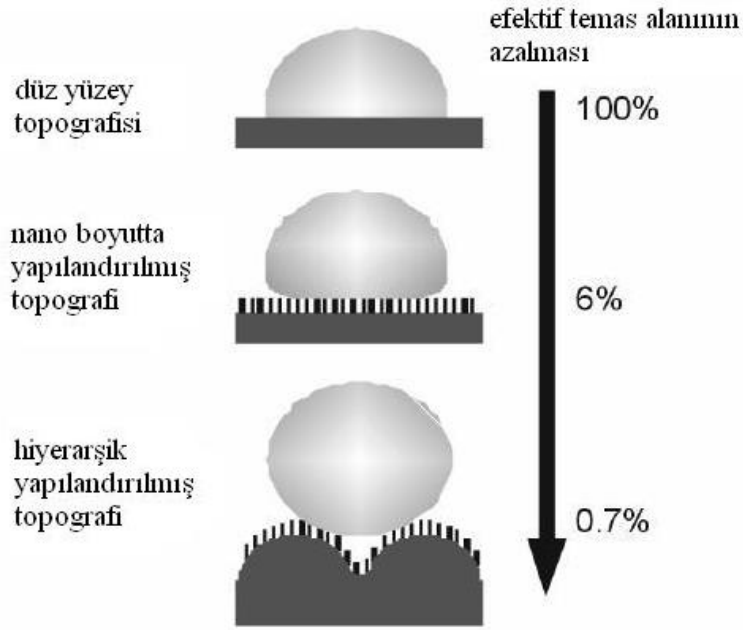


ekil 1.22: Lotus yapra ının (Nelumbo nucifera) yüzeyinin SEM görüntüsü. Hücre duvar ve kutikula katmanlarından oluşan mikroyapı üzerine bir nanoyapı olarak öz-toplanma (self-assembled) gösteren hidrofob vakımlarla lotus yapra ının yüzeyi kaplanmıştır. Ekil 1.22 lotus yapra ının yüzeyinin SEM görüntüsünü vermektedir. Mikroyapı üzerinde nanoyapının varlığı hiyerarşik topografi olarak isimlendirilir [NEINHUIS ve ark., 1997; LÖTHMAN ve ark., 2006]. Lotus yapra ının süper-ıticiliği bu hiyerarşik topografi ve aynı zamanda yüksek miktarda hidrofob yüzeyin kombinasyonu ile açıklanabilir. Lotus-Effect® olarak isimlendirilen etkinin tasarımı ekil 1.23'te gösterilmiştir [Lotus-Effect® teriminin patenti alınmıştır, BARTLOTT, 1999].



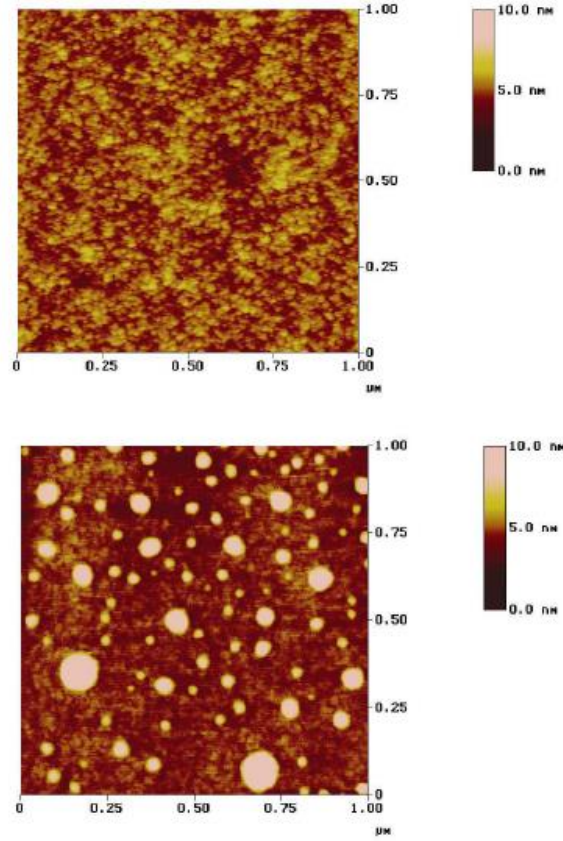
ekil 1.23: Düzgün bir düşük enerjili yüzeyin davranışı ve hiyerarşik olarak yapılandırılmış ve hidrofob kendi kendini temizleyen yüzeyden suyla kirin uzaklaştırma gösteren tasarımı [WONG ve ark., 2006].

Süperhidrofob yüzeylerin üretilmesini sağlayan hiyerarşik yüzey topografisi ve hidrofob özelliklerin kombinasyonu doğal yüzeyler ile sınırlanmamıştır. Metaller veya camlar gibi inorganik yüzeylere bu tasarımın transfer etmek için bu tasarımın taklidi (bio-mimetic) birkaç yıl önce yürütülmüştür [HERMINGHAUS, 2000; LÖTHMAN ve ark., 2006; LI ve ark., 2007e]. Hiyerarşik topografi belirli bir pürüzlülük gösteren bir yüzeye sebep olur. Düzgün bir hidrofob yüzey ile karşılaştığında damlatılan bir su damlası pürüzlü bir yüzey üzerinde azalan efektif temas alanı nedeniyle ($\cos^2 \theta$) gösterecektir (Şekil 1.24). Su damlası yalnızca yüzey profilinin pikleri üzerinde altlık ile temas eder ve dolayısıyla vadiler arasında hapsolan hava sızmaz [CASSIE, 1948; CASSIE ve Baxter, 1944]. Dolayısıyla tutuklanan hava ve katıdan oluşan kompozit arayüz tarafından temas açısı belirlenir. Damla ve hava arasındaki temas açısı damlanın altlık ile temas açısı ile karşılaştığında çok daha büyük olacaktır nedeniyle, esasında hava elde edilen temas açısı değerlerini etkileyecektir [HERMINGHAUS, 2000; PATANKAR, 2004]. Dolayısıyla pürüzlü hidrofob yüzeyler kimyasal olarak benzer fakat mükemmel düzgün yüzeyler ile karşılaştığında daha yüksek temas açısı değerlerine sahiptirler. Su ve ark. tarafından yapılan deneysel bir karşılaştırmaya göre düzgün bir yüzeyin temas açısı 105° iken kimyasal olarak benzer fakat pürüzlü bir yüzeyin temas açısı 168° olarak bulunmuştur [SU ve ark., 2006]. Böyle yapay süperhidrofob yüzeyden damlanın akması ile kirler sürüklenebilir ve yüzeyden kirlilikler uzaklaştırılabilir. Düzgün bir yüzeyde ise kirler en azından durulamayla yerden temizlenebilir (Şekil 1.23). Bu etki saf suyun yüksek yüzey gerilimine dayanmaması nedeniyle, yüzeyaktif madde içeren suda durulama yapıldığında kendi kendini temizleme etkisi gözlenmez.



ekil 1.24: Farklı topografi ile hidrofob kat yüzeyler ve su damlası arasında efektif temas alanının üzerinde topografinin etkisi [STEGMAIER ve ark., 2003].

Nanosoller kendi içlerinde nanometre mertebesinde partiküller içerirler ve nano- ve mikroyapılar kombine eden özel bir topografi ile kaplamalar oluşturmak ideal bir tavır sergilerler. Bununla birlikte nanosoller ile kaplama nanosol partiküllerinin düşük stabilitesi ve agregasyon ve ağırlaşmaya eğilimi nedeniyle düşük pürüzlülük ile düzgün yüzeylere neden olabilir. Dolayısıyla nanosol uygulamalarıyla nano-yapılandırılmış kaplamalar yaratmak için nanosol partiküllerinin stabilizasyonu avantaj sağlar. Stabilizasyon nanosol partiküllerinin yüzey modifikasyonu ile gerçekleştirilebilir (örneğin uzun zincirli alkiltrialkoksisilanlar ile kombinasyon ile) [SCHMIDT, 2006].



ekil 1.25: Cam yüzeylerde nanosol kaplamaların SEM görüntüleri. Üstteki foto: Bir epoksisilan modifiye silika solden türetilen kaplama; Altteki foto: Epoksi- ve hegzadesilsilan bile ikleri ile modifiye edilen silika solden türetilen kaplama

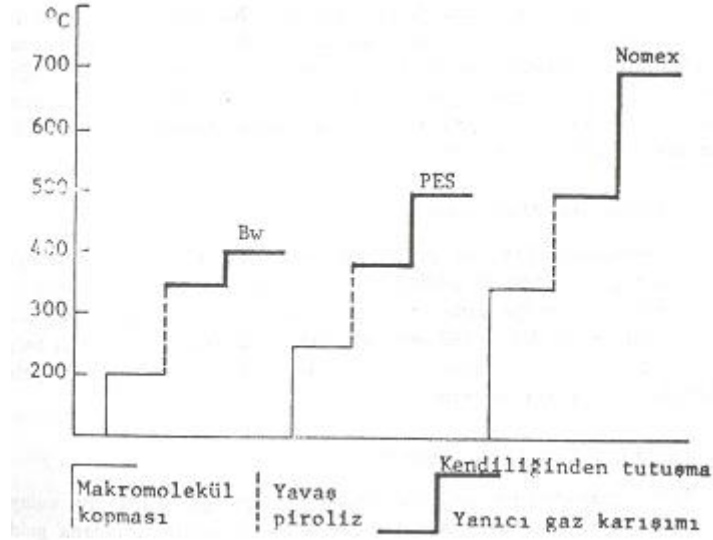
Aynı zamanda alkali hidrolizi ile birkaç yüz nanometre büyüklükte stabil ve daha büyük silika partiküller hazırlanmak mümkündür [STÖBER ve ark., 1968; COSTA ve ark., 2003]. Böyle solların tekstil yüzeyinin pürüzlülüğünü artırmada yararlı oldu u bulunmu tur. Literatürde bildirildi i gibi florlanmış silan (coupling agent) ile ikinci bir muamele sonunda süperhidrofob özelliklerinin kazanılmasını sağlayacaktır [YU ve ark., 2007]. İginç bir yaklaşımla sol-jel reaksiyonları ile tekstil yüzeyinde direk olarak silan bağlatıcı maddelerinden Stöber partiküllerini oluşturmak ve ardından hidrofob modifikasyonun ilavesidir [HOEFNAGELS ve ark., 2007]. Bu proses kumaşın hidrofob modifikasyonu için hidrofob alkiltrialkoksilanlar ile hazırlanmış olan SiO₂ partiküllerinin modifikasyonuna oldukça benzerdir (ekil 1.25) [PIPATCHANCHAI ve ve Srikulkit, 2007].

Nano ve mikro yap² kombinasyonunu kazanmak için daha büyük partiküller veya pigmentler ile nanosollerin kombinasyonu aynı zamanda uygun bir yaklaşımdır. Bu kombinasyon tekstil altlıklar² üzerinde kendi kendini temizleme özelliği kazandırmak için bildirilmiştir [TEXTOR ve ark., 2004; HENNIGE ve ark., 2005]. Bunun için epoksi modifiye silika soler keçeler üzerinde birincil kaplama olarak kullanılmaktadır. İkinci kaplama olarak Aerosil[®] partikülleri (alev pirolizi ile hazırlanan silika nanopartiküller) ile modifiye silika soler bir karışım uygulanmaktadır. Yüksek miktarda aglomerasyona uğramayan Aerosil[®] partiküllerinin kullanılması tekstil yüzeyi üzerinde gereken mikrobüyükte topografiyi sağlar. Bu hidrofob özellikler alkilsilanlar, fluoroalkilsilanlar veya disilazanlar ile bu partiküllerin ilave muamelesi ile başarılabilmektedir [TEXTOR ve ark., 2003; HENNIGE ve ark., 2005; PIPATCHANCHAI ve ark., 2007]. Bu şekilde işlem gören tekstillerin kendi kendini temizleme özellikleri kanıtlanmaktadır. Fakat günümüzde kendi kendini temizleyen tekstillerin kullanılması hiyerarşik yapıdaki kaplamaların düşük ağırlıkta dayanması nedeniyle sınırlanmaktadır [STEGMAIER ve ark., 2003].

1.7 Güç Tutucu Bitim İlemi

Yangınlarda evlerde dünya çapında her yıl binlerce insanın ölmesinden dolayı güç tutucu bitim işlemleri her zaman büyük bir öneme sahip olmuştur. Sofa veya paspası duvara sigaradan, mumla temas eden perdeden vs. evde çıkan yangınlar sık sık duyulmaktadır [MAHLTIG ve Textor, 2005]. İngilterede her yıl yangınlar sonucu 800-900 kişi hayatını yitirmekte ve 15000 kişi yaralanmaktadır. Ölümün çoğu duman ve karbonmonoksit gibi toksik gazların solunması ile, yaralanmaların çoğu ise yanma sonucu açığa çıkan ısı sonucu meydana gelmektedir [PRICE ve ark., 2001]. Günlük yaşamımızda tekstiller halılardan, döşemeliklere, yatak örtülerinden perdeler ve günlük kıyafetlerimize kadar pek çok kullanıma sahiptirler ve tekstil materyallerinin çoğu organik ve kolay tutucu özelliğe sahiptir. Tutucu maddelerin birincil kaynağı tekstillerdir. Tekstiller alevin hızla yayılmasına katkıda bulunur. Fakat tekstiller olmaksızın istenen estetik özelliklere ve konfora sahip bir oda yapmak mümkün değildir. Dolayısıyla tekstil materyallerine güç tutucu özellik kazandırmak önemlidir. Özellikle Amerika ve İngilterede alevde maruz kalabilen çalınan maddelerde kullanılan tekstiller için ağırlık güvenliği uygulamaları vardır ve yüksek güç tutucu özellikleri istenmektedir.

Tekstil mamullerinin yanması nasıl gerçekleşir? Tekstil mamulünün yanması 4 aşamada gerçekleşir: Mamulün ısınması, makromoleküllerin termik parçalanması (piroliz), tutulma, yanma ve yanmanın ilerlemesi. Ekil 1.26 farklı tekstil malzemelerinin yanma davranışlarını göstermektedir.



ekil 1.26. Pamuk, polyester ve nomex kumaşların yanma davranışları

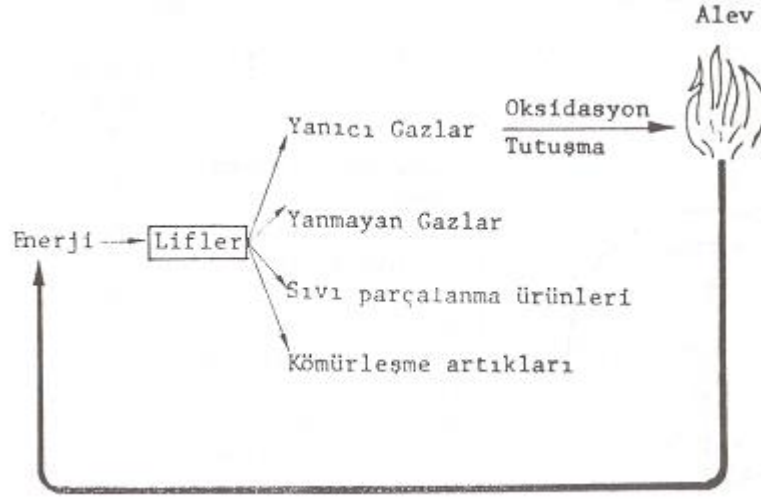
Piroliz sonucu açığa çıkan ürünler ekil 1.27'de gösterilmiştir. Piroliz ürünlerinin ve piroliz sonucu meydana gelen parçalanma ürünlerinin mamulün yanma özellikleri üzerindeki etkisi büyüktür.

Tekstil mamulünü güç tutur hale getirmek için; yanıcı piroliz ürünlerinin açığa çıkmasını azaltılabilir, halojen bileşikleri gibi yanmayı frenleyici ürünler yardımıyla yanma engellenebilir, yanıcı olmayan gazların mamulün etrafında sarması ve dolayısıyla oksijenle temasını azaltılması sağlanabilir [TARAKÇIO LU, I., 1979]. Güç tutur tekstil üretmek için; inorganik tekstiller (cam, asbest vs.) kullanılabilir, güç tutur kimyasal maddeleri ile tekstiller muamele edilebilir, rejenere veya sentetik liflerin üretiminde yapısal modifikasyonu sağlanabilir.

Klasik güç tutur sistemleri klor veya brom, fosfor, antimon ve bor içerikli kimyasal maddelerdir. (antimon oksit halojen sinerjizmi). Bu güç tutur malzemeleri arasında en yaygın kullanım alanı bulunan ürünler arasında brom ve fosfor içeren ürünlerdir. Selülozik materyaller için konvansiyonel güç tutur bitim

İlemlerinin dezavantajları; çoğunlukla fosfor-azot esaslı ve halojen içerikli bileşiklerin kullanılması, yakmaya dayanıklılık için sağlık riskleri taşıyan formaldehit (HCHO) kullanılması, ayrıca 300-500 g/l gibi çok yüksek oranlarda kimyasal madde kullanılmasıdır.

Sol-jel yöntemi ile selülozik materyaller için güç tutucu bitim işlemleri ile; halojen içermeyen kimyasal maddelerin kullanılması, yakmaya dayanıklılık için formaldehit-üre reçineleri ile ard işlemler veya kombinasyonu gerektirmemesi, daha az miktarda kimyasal madde kullanılması sağlanabilir.



ekil 1.27. Piroliz sonucu açığa çıkan ürünler.

1.8 Güç Tutucu İlemleri için Sol-jel Teknolojisinin Kullanımı

Aslında saf olarak inorganik soler yanıcıdır, dolayısıyla tekstil malzemelerinin güç tutucu unu artırması beklenilmez. inorganik nanosol kaplamalara kazandırılan bazı güç tutucu aktivitelerinin bariyer etkisinin bir sonucu olarak ortaya çıktığı düşünülebilir. Bu bariyerin parçalanma boyunca oluşan uçuculara oksijenin akması önler. Böylece malzemenin tutucu kapasitesi yükseltilmiş olur. Fakat sol-jel kaplamalar iki nedenle düşük ısı koruma etkisi gösterebilirler. Birinci neden nanosol kaplamanın tekstil malzemesi üzerine çok ince olarak uygulanıyor olmasıdır. İkinci neden ise inorganik kserojel matriksinin gözenekli yapısıdır. Dolayısıyla kaplanan

kuma yeterli bir oksijen bariyeri olarak davranamayacaktır. Bununla birlikte literatürde SiO₂-sol kaplamalar güç tutuurluk için bildirilmiştir [KASHIWAGI ve ark., 2000; HRIBERNIK ve ark., 2007]. Yapılan çalışmalarda kaplama kalınlığından daha fazla gözeneklilik kaplama özellikleri üzerine etkili olduğu bildirilmiştir. Düşük gözeneklilik ile 100 nm kalınlığında SiO₂ kaplamasının 400 nm kalınlığındaki fakat daha gözenekli bir yapıya sahip olan bir kaplamadan daha iyi güç tutuurluk özelliklere sahip olduğu bulunmuştur [HRIBERNIK ve ark., 2007].

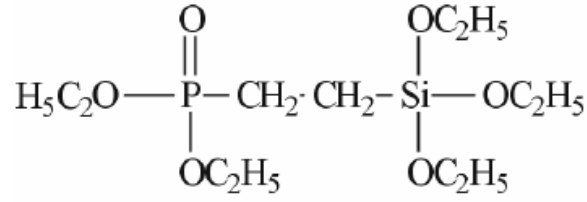
Sol-jel teknolojisinin pek çok farklı malzeme üzerinde uygulanmaya başlanması ile pek çok farklı mekanizma ile yapılan güç tutuurluk çalışmaları uygun şekilde modifiye edilen sollar ile tekstil materyallerinin kaplanması şeklinde gerçekleştirilmiştir. Endotermik olarak parçalanarak ve çevresinden süzülerek uzaklaştıran alumina veya magnezya hidroksitleri gibi güç tutuurluk maddeleri sol-jel matrisine ilave edilebilir. Fakat bu bileşenlerin toplam kütlesi çok düşük olduğu için kaplamalar çok incedir ve böylelikle belirli bir esnekliği garanti eder, fakat tek başına tekstil materyali ile karşılaştığında önemli bir etki oluşturmamaktadır. Daha ümit verici bir yaklaşımda klor ve brom gibi halojenleri içeren maddelerin sol-jel çözeltisine ilave edilmesidir. Böyle maddeler genellikle güç tutuurluk için kullanılan maddelerdir. Yangın sırasında halojen bileşenleri parçalanarak ve hidrojen klorür veya hidrojen bromür açığa çıkar. Bu maddeler yangın sırasında yüksek miktarda reaktif hidroksil ve hidrojen radikalleri ile reaksiyon verir ve daha az reaktif klor veya brom radikallerini oluşturacaktır. Yangında radikal bileşenler başlıca hidrojen ve hidroksil radikalleri tarafından iletilir ve dolayısıyla yangının yayılmasını başlıca sorumlusudur. Bu radikallerin azaltılması başlangıç yanma hızını azaltacaktır ve alev yayılma süresini arttıracaktır. Güç tutuurluk malzemesi olarak kullanılan brom içeren maddelere örnek olarak polibromlanmış difenil eter, polibromlanmış bifenil veya bromlanmış siklohidrokarbonlar verilebilir.

Fosfat esterleri gibi fosfor içeren maddeler koruyucu bariyer olarak davranan güç tutuurluk maddeleri olarak kullanılabilir. [SONG ve ark., 2005]. Kaplamaya ilave edilen fosfat esterler (veya kaplama içinde kendine oluşturan) ateş tarafından kömüre dönüşülecektir ve koruyucu bir tabaka oluşturacaktır. Bu bariyer tabakası polimere oksijenin geçişini engelleyecektir ve aynı zamanda yayılan süzülme kar-

koruyucu görev alacaktır. Amonyum polifosfat veya disiyan diamid esaslı kalıt (intumescent) bakan aditifler parçalanma sırasında geni leyecektir ve dolayısıyla aynı zamanda oksijen ve ısıya karşı koruyucu olarak kalın bir kömür tabakası olacaktır. organik nanosoller ile kombinasyonda böyle materyaller kullanarak önemli bir etki gösterecektir. Uygulanan tabakalar ve dolayısıyla geni leyen kömür tabakaları nispeten zayıf olacaktır.

Ah ap malzemelerin ısı ve alev dayanımını artırmak için nanosoller uygulanmıştır [SAKA ve Ueno, 1997; MAI ve Militz, 2004]. Bu uygulamalarda, silika siller dietilfosfit veya fenilfosfonikdiklorür gibi fosfor bileşikleri ile modifiye edilmiştir. Ah ap üzerine uygulamalar ile kumaşta tırnakta tekstil üzerine nanosoller ile güç tuturluk uygulamaları daha az sayıdadır. Bunun sebeplerinden biri ah ap üzerine nanosol uygulamalarında solün alın miktarı (uptake) nispeten çok daha yüksektir. Dolayısıyla güç tuturluk özelliği tekstil malzemelerine göre çok daha fazla artış göstermiştir. SiO₂, TiO₂, Al₂O₃ gibi metal oksit sillerinin veya bunların karışımlarının kullanımıyla 300°C'ye kadar tekstil filtrelerinin ısı dayanımını geliştirdiği bildirilmiştir [BENFER ve ark., 2002]. Nanosol uygulaması ile bu filtrelerin hava geçirgenliği az miktarda azaltılmış veya hiç azalmamıştır. Bununla birlikte tekstil filtrelerinin aşınma dayanımı geliştirilebilir. Florlanmış silan bileşikleri ile modifiye edilen basit silika sol kaplamaları naylon halıların güç tuturluğunu artırmak için kullanılmışlardır. [SATOH ve ark., 2004]. Fosfor içeren güç tuturluk bileşiklerinin nanosol kaplamalarına ilavesi ile ve bu nanosollerin tekstil malzemelerine uygulanması ile güç tuturluk ve ısı dayanım özelliklerinin gelişmesi beklenir. [HORROCKS ve ark., 2000]. Ortofosforik asit veya diamonyum hidrojen fosfat gibi fosfor bileşikleri ile farklı silika sillerinin kombinasyonu ile pamuklu kumaşa mükemmel güç tuturluk değerleri başarılabılır. [CHAPPLE ve ark., 2006]. Fakat güç tuturluk özelliklerinin durulama dayanımından üstündür ve bu nedenle uygulama alanları sınırlı kalabilir. Fosfor içeren güç tuturluk malzemelerinin çoğunluğu nanosol kaplamalarına kimyasal olarak bağlanmaz ve suda iyi çözülebilirlikleri nedeniyle su ile ilk temasta kumaştan ayrışarak uzaklaşır. Bu nedenle sol-jel ile hazırlanan ağırlıklı olarak kovalent olarak bağlanabilen fosfatalkiltrialkoksisilan gibi maddelerin kullanımı çok daha avantajlıdır. Bu bileşiklerin molekül formülü şekil 1.28'de gösterilmiştir. Ayrıca silikon ve fosfor hibrid

seramerleri içeren epoksi içinde böyle bileşimlerin güç tuturluk özellikleri literatürde bildirilmiştir. [CHIANG ve ark., 2002].



ekil 1.28. Fosfatosilan bileşimine örnek (dietilfosfatetiltrioksasilan)

Güç tuturluk muamelesi için modifiye edilmiş silika sollarından ayrı olarak antimon oksit partikülleri içeren sollar (Sb_2O_5) malzemelerin güç tuturluk özelliklerini geliştirmek için bildirilmiştir. [PETROW ve ark., 1974]. Antimon içeren sollar klor veya brom içeren bileşimlerle kombine edilerek uygulanabilir. Antimon oksit halojen bileşimleri alev yayılmasından sorumlu olan *in-situ* oksidasyon reaksiyonlarını durdurur ve dolayısıyla güç tuturluk maddesi olarak davranır. Antimon oksitin uygulanması Sb_2O_5 solları ile ve konvansiyonel nanosol kaplamalarına antimon oksit pigmentlerinin tutuklanması ile uygulanabilir. [HENNIGE ve ark., 2005]

Vroman ve ark. dihidrojen fosfat esaslı (DGHP) veya monoguanidin dihidrojen fosfat esaslı bir reçine (melamin) ile veya 3-amino propiletoksisilan (APS) ile kombinasyon ile ve tek başına farklı formülasyonlar kullanarak pamuklu kumaşları kaplamışlardır. En etkili güç tuturluk maddesinin pH4 koşullarında hazırlanan ve APS içeren (fosforik asit varlığında) çözelti ile elde edildiği bulunmuştur. Hacimsel %60'dan daha yüksek LOI değeri ve %10 (ağırlıkça) kömür verimi elde etmişlerdir [VROMAN ve ark., 2004]. Lecoeur ve ark. bir çalışmada monoguanidin dihidrojen fosfat (MGHP) ve 3-amino propiletoksisilan gibi azot ve fosfor içeren farklı formülasyonlar ile pamuklu kumaşları kaplamışlardır. Bu kumaşlardan bazıları (MGHP, APS ve melamin içeren, pH: 4) daldırma testine dayanıklı güç tuturluk sonuçları verdi ini tespit etmişlerdir [LECOEUR ve ark., 2006].

İmdiye kadar bizim yaptığımız çalışmalarda sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşları güç tuturluk özellik kazandırmak için fosfor katkı silika sol çözeltisi ile ve borik asit veya guanidin ilavesi ile fosfor katkı silika sol çözeltisi ile pamuklu kumaşları kaplanmışlardır. İlk olarak etanol, su, etilalkol, hidroklorik asit, tetraetoksisilan, fosforik asit ve guanidin

veya borik asit kullanarak saydam sol-jel çözeltisi hazırlanmıştır. Bu çözelti ile emdirilen kumaşlar 110 °C, 10 dk kurutulmuş ve bu işlem 3 defa tekrarlanmıştır. Bu çalışmalar sonucunda fosforik asit ilave edilen silika sol ile pamuklu kumaşın muamelesinin (borik asit veya guanidin ilave edilerek ve edilmeden) kumaşlara güç tutturma özelliği kazandırdığı bulunmuştur. Bununla birlikte fosforik asit ve guanidin ilave edilen silika sol ile işlem gören kumaşların LOI değerinin 40 gibi en yüksek LOI değerine sahip olduğu tespit edilmiştir [CIRELLI ve ark., 2007; ONAR ve ark., submitted].

1.9 Organik norganik Hibrid Malzemeler

Organik polimerler ve sol-jel yöntemi ile hibrid malzemeler üretilebilir. Diğer inorganik malzemelerin kimyasal reaksiyonları ile karşılaştığında sol-jel yöntemi kimyasal reaksiyon koşullarına ve geniş bir çözücü uyumluluğuna sahiptir. Bu iki özellik sol-jel işleminden önce, sırasıyla ve sonra organik polimeri üretmeyi veya ön işleme işlemi organik polimerin varlığında inorganik malzemenin işlemini gerçekleştirmeyi mümkün kılar. Üretilen hibrid malzemenin özelliği yalnızca organik ve inorganik bileşenlerin özellikleri ile sınırlanmaz aynı zamanda iki bileşen arasındaki arayüz bölgesine ve faz morfolojisine bağlıdır.

Bu malzemelerin üretilmesinde diğer önemli parametre çözücüdür. Organik polimerin çözülebildiği ve sol-jel yaklaşımları ile üretilen monomerler ile uyumlu bir çözücü olmalıdır. Polistiren ve polimetakrilatlar gibi yaygın olarak kullanılan polimerlerin çoğu sol-jel yönteminde çözücü olarak kullanılan ve sol-jel işlemlerinde serbest kalan alkolle karışmaz (immiscible). Bu durumda dolayısıyla faz ayrışması artar. Bu tür çözücülerden kaçınılmalıdır ve tetrahidrofuran (THF) gibi çözücülerde pek çok organik polimer çözülebilir ve bu çözücü pek çok reaksiyon için uygundur. Sol-jel reaksiyonları ile uyumlu fonksiyonel grupları bulunan polimerler veya hatta oluşturulan inorganik malzeme ile etkileşim oluşturan polimerler kullanarak faz ayrışmasından kaçınılabilir. Organik polimerlerin iyonik modifikasyonu ile veya sol-jel işlemi sırasında oluşturulan hidroksil grupları ile etkileşime giren -OH gruplarının girişi ile bağlanabilir.

Satoh ve ark. sol-jel yöntemi ile hazırlanan florlanmış inorganik-organik bitim maddelerini naylon 6 halılarına uygulamışlardır. Hibrid materyal eldesi için poli(metakrilik asid) (PMMA), tetraetoksi silan (TEOS) ve perfloroalkiltrietoksisilan kullanmışlardır. Florlanmış sol-jel bitim maddelerinin su iticilik, kir iticilik, leke dayanmış ve güç tutuurluk özelliklerinde çok yönlü gelişme sağlanmıştır [SATOH ve ark., 2004].

Mahlitig ve ark. tarafından tek başına silika sollar ve 3-glisidiloksipropil trietoksi silan ile kokondense edilen silika sollar; alkiltrialkoksi silan, polisiloksan ve flor içeren silanların ilavesi ile modifiye edilmiştir. Poliamid ve pamuk/poliester kumaşlara bu sollar uygulanmıştır. Sprey testi, yıkama dayanışmları ve temas açmaları ölçülmüştür. Yalnızca flor içeren veya heksadesilsilan aditifleri içeren silika solları ile yüksek yıkama hası elde edilebilmiştir. Dolayısıyla tekstillerin yüzey modifikasyonunda florlu bileşikler yerine uzun zincirli alkiltrialkoksisilan bileşiklerini kullanılabılır [MAHLTIG ve ark., 2003].

Bu amaçla pamuk ve poliester kumaş üzerine poliüretan/silika hibrid malzemeleri farklı uygulama yöntemleri kullanarak kaplanmıştır. Bu malzemelerin su iticilik ve UV-koruyuculuk özellikleri tespit edilmiştir. Kaplanan pamuklu kumaşların UPF (ultraviyole koruyuculuk faktörü) değerleri 5'ten 25'e yükselirken, poliester kumaşların 35'ten 50+ faktöre (mükemmel koruma) kadar yükselmiştir. Pamuklu kumaş için en yüksek 36,2 mbar ve poliester kumaşlar için 28,2 mbar hidrostatik basınç dayanışmı elde edilmiştir. Poliüretan/silika hibrid kaplamaları ile su geçirmez ve UV-koruyucu kumaşların üretilebileceği sonucuna varılmıştır [AKSIT ve ark., 2007].

Su itici kumaşlar üretmek için parafin vaks ile kaplama, piridinyum bileşikleri, silikon reçineleri veya florokarbon ile lif yüzeyinin muamelesi gibi birkaç yöntem mevcuttur. Florokimyasallar su iticilik bakımından mükemmel olmaları nedeniyle günümüzde en çok tercih edilen kimyasal maddelerdir [LINEMANN ve ark., 1997; LEE ve ark., 1999; CASTELVETRO ve ark., 2001; CERNE ve Simoncic, 2004; SHAO ve ark., 2004; VUKUSIC ve ark., 2004; EASTER ve Ankenman, 2005; SHAO ve ark., 2004]. Fakat florokimyasal bileşiklerinin dezavantajı yüksek ücretleri ve insan cildine temas halinde insan sağlığı için yarattığı potansiyel tehlike ve çevresel ılgiden kaynaklanmaktadır. Sol-jel yöntemi kullanarak yüzeye hidrofob özellik kazandırılması

alternatif bir yöntem olarak sunulmu tur [MAHLTIG ve Böttcher, 2003; DAOUD ve ark., 2004; Yu ve ark., 2007; YEH ve ark., 2007a ve 2007b]. Tekstil malzemelerine su itici özellik kazandırmak için sol-jel yöntemi ile pek çok çalışmaya yapılmıştır. Bu amaçla çeşitli tekstil materyalleri üzerinde metiltrimetoksisilan, bütütrimetoksisilan, oktiltrimetoksisilan, dodesiltrimetoksisilan, hegzadesiltrimetoksisilan ve oktadesiltrimetoksisilan gibi farklı alkiltrialkoksilanlar ilave edilen TEOS çözeltisi ile [TEXTOR ve Mahltig, 2010; CHAOXIA ve ark., 2008], alkil ve floroalkil trialkoksilanlar [TEXTOR ve Mahltig, 2010], floroalkil fonksiyonel siloksan [TOMSIC ve ark., 2008], aminopropil-uçlu polidimetil siloksan ve 3- isosiyanatotrietoksisilan'dan sentezlenen diürepropilrietoksisilan[bis(aminopropil)-uçlu-polidimetilsiloksan] (PDMSU) [VINCE ve ark., 2006], florokarbonkopolimer/TEOS [YEH ve ark., 2007], silika nanopartikülleri ve polimetiltrifloropropilhidrosiloksan [HAO ve ark., 2010], ticari su iticilik maddesi/TEOS [BAE ve ark., 2009], (aminopropil)-uçlu-polidimetilsiloksan] (PDMSU) ve perflorooktilrietoksisilan (PFOTES) [VILCNIK ve ark., 2009], polimetakrilik asit (PMAA), TEOS ve perfloroalkilrietoksisilan [SATOH ve ark., 2004], perflorooktilenmi kuaternar amonyum silan ve silika nanopartikülleri [YU ve ark., 2007] ile kaplamalar yapılmıştır. Fakat cam, alumina film, silikon veya germanyum altlıklar gibi farklı malzemeler üzerine akrilat [QIAN ve ark., 2008; CHEN ve ark., 2010; SIMIONESCU ve ark., 2009; GEORGI ve ark., 2010], vinil [SMITHA ve ark., 2007; CASTELVETRO ve ark., 2001 ve 1998] monomerleri veya polimerleri [WOJCIK ve ark., 1996; XINXIANG ve ark., 2010] ve silika solları, yüzey modifikasyon maddesi olarak alkilklorosilan ve hegzametildisilazen gibi sililasyon maddeleri [RAO ve ark., 2009; MAHADIK ve ark., 2011; LATTHE ve ark., 2010; MAI ve Militz, 2004] kullanarak su itici kaplamalar ile çalışılmasına karşın, bu tür organik-inorganik hibrid malzemelerin tekstil materyali üzerine kaplanması üzerine literatürde ayrıntılı bir çalışma bulunmamaktadır.

Oligomerik silsequioksanlar [DEVAUX ve ark., 2002;HORROCKS ve ark., 2007;PRICE ve ark.,2002], silika bileşikleri [Sequeira ve ark., 2007], halojen bileşikleri [WILSON ve ark., 1969], fosfor bileşikleri [CHAPPLE ve Ferg, 2006; Zhu ve ark., 2004; ROHRINGER ve ark., 1975; DAY ve ark., 1982;GOODMAN ve ark., 1990;GE ve ark., 2008;ASAR ve ark., 1999] ve sol-jel yöntemi ile silanlar, florlanmış silanlar ve fosfor içeren silan çözeltileri kullanarak [ALONGI ve ark., 2011a ve

2011b, CIRELI ve ark., 2007; SATOH ve ark., 2004; HORROCKS ve ark., 2000; CHAPPLE ve ark., 2006; VROMAN ve ark., 2004; LECOEUR ve ark., 2006] çözümlü tekstil materyallerine güç tutucu özellik kazandırmaya çalışılmaktadır. Fakat tekstil materyallerine güç tutucu özellik kazandırmak için literatürde akrilat, üretan, florokarbon ve vinil asetat esaslı polimerler ve silika solların organik-inorganik sol çözeltileri ile tekstil materyallerinin kaplanmasına dair literatürde ayrıntılı çalışmalar rastlanmamıştır.

Bu proje çalışmasında literatürdeki bu boşluk doldurulacaktır. Ayrıca bu çalışma akrilat, üretan ve vinil asetat polimerleri ve fosfor içeren güç tutucu aditifleri ile alkil, vinil ve fenil modifiye silika solların birlikte karıştırılması ile hazırlanan kaplama çözeltileri ile kumaş kaplanması ve bu uygulama ile kumaş su, kir-yakıt itici ve güç tutucu özellik birlikte kazandırmaya çalışılmaktadır. Ayrıca organik bileşenin varlığı sayesinde güç tutucu uygulamalarında çoklulukla karşılaşılan yıpranmaya dayanmazlık problemi çözülmeye çalışılmaktadır.

BÖLÜM 2

MATERYAL VE YÖNTEM

2.1 Materyal

Bu projede sol-jel kaplamaların uygulanması için 20x40 cm boyutunda her türlü şekli, kaba dokusu ve ağırlığı %100 pamuklu kumaş (gramaj: 110 gr/m², atk: 22 tel/cm, çözgü: 32 tel/cm) kullanılmıştır. Tüm deneyler 2 kez olarak yapılmıştır.

Nanosol çözeltilerinin hazırlanmasında çözücü olarak etanol (96%, C₂H₅OH, Merck, Germany) ve distile su kullanılmıştır. Asidik hidroliz için pH ayarlayıcı olarak 0,01 N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Germany), bazik hidroliz için pH ayarlayıcı olarak 0,1 N NaOH çözeltisi (pellets, puriss, Sigma-Aldrich, Germany) kullanılmıştır. Başlatıcı madde olarak tetraetoksisilan (TEOS, Dynasylan A, Evonik Degussa GmbH, Germany), tridekafloro oktiltrietoksisilane (TDFOES, Dynasylan 8261, Evonik Degussa GmbH, Germany), heksadesiltrimetoksisilan (HDMS, Dynasylan 9116, Evonik Degussa GmbH, Germany), viniltrimetoksi silane (Dynasylan VTEO, Evonik Degussa GmbH Germany), feniltrietoksisilan (Dynasylan 9265, FES Evonik Degussa GmbH Germany), zirkonyum (IV) asetilasetonat (ZrA) (Germany), titanyum (IV) izopropoksit (VERTEC/ TIPT, 97+%, Germany), 3-aminopropil trimetoksil silan (Dynasylan AMMO, Evonik Degussa GmbH Germany), glisidiloksi propil trietoksisilan (Dynasylane GLYEO, GLEYO, Evonik Degussa GmbH Germany), çinko asetat dehidrat, alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat, çinko sülfat, çinko nitrat heksahidrat ve güç tutucu malzemesi olarak guanidin fosfat, amonyum hidrojen fosfat, sodyum heksametafosfat, trifenil fosfat, disodyum hidrojen fosfat, üre, melamin, organik kaplama maddesi olarak Rudolf firmasının poliakrilat

esaslı dispersiyonu AC 105, kaplama patlarında kullanılan ve kendi kendine çapraz bağlanabilen sulu noniyonik polivinil asetat esaslı dispersiyonu Ruco-Coat VA 7110, sulu alifatik polieter poliüretan dispersiyonu Ruco-Coat PU 1110, kaplama patlarında kullanılan su, kir ve yağ itici apre maddesi anyonik florokarbon polimeri Ruco-Coat FC 9005 ve çapraz bağlanma maddesi olarak Ruco Coat FX8000 kullanılmaktadır. Lave konvansiyonel su-kir-yağ iticilik maddesi olarak Ruco Guard AFB Conc. kullanılmaktadır. Ruco Guard AFB Conc (Rudolf GmbH&Co., Germany) katyonik esaslı florokarbon bileşimidir. Ruco-Guard NET bloke edilmiş isosiyanat esaslı bir maddedir ve kalınlık ve film oluşumunu düzenleyen çapraz bağlayıcı görevi görmektedir. Bu amaçla Ruco Guard AFB Conc ile birlikte kullanılır. Özel su iticilik bitim işlemelerinde kullanılmak üzere çinko asetat dehidrat, alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat, titanyum izopropoksit ve zirkonyum asetilasetonat, çözücü olarak etanol (96%, C₂H₅OH, Merck, Germany), pH ayarlayıcı olarak 0,15 M NaOH çözeltisi, büyüme amaçlı için çinko nitrat hekza hidrat, alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat ve zirkonyum asetilasetonat, heksametilen tetramin, çözücü olarak distile su ve son adımda heksametilen dimetoksisilan (HDMS) ve çinko sülfat, stearik asit, TEOS, VTEOS, GPTS veya FTEOS, pH ayarlayıcı olarak Na₂CO₃, NaOH kullanılmaktadır.

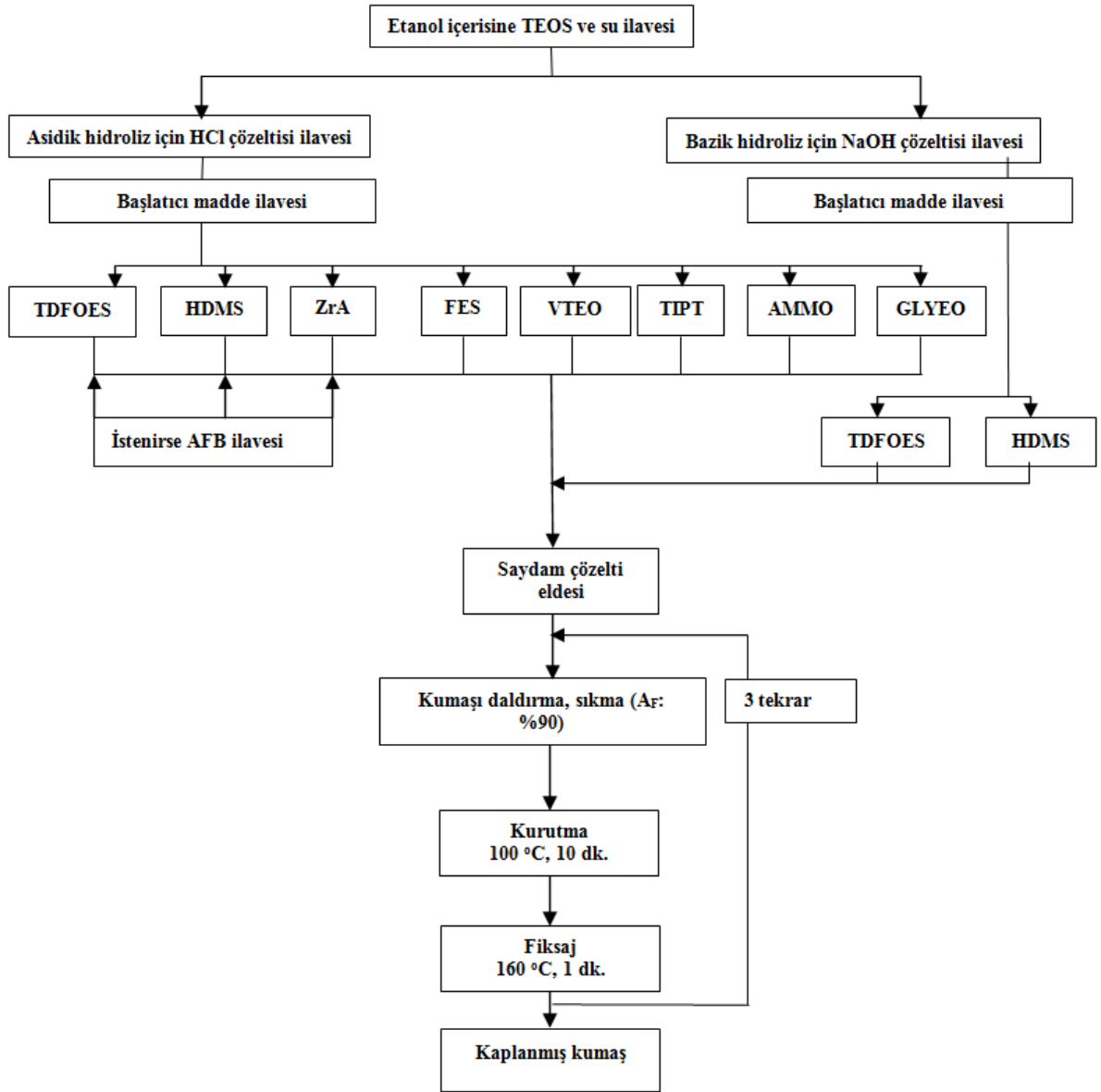
2.2 Yöntem

2.2.1 Nanosol hazırlanması

Etanol içerisine TEOS damlatarak ilave edilmiştir. Daha sonra bu çözelti içerisine su ve bir grup çözeltiye asidik hidroliz için 0,01 N HCl çözeltisi, diğer grup çözeltiye bazik hidroliz için 0,1 N NaOH ilave edilmiştir. Ardından flor ve uzun karbon zinciri içeren diğer grup bağlayıcı maddeler ayrı ayrı çözeltilere ilave edilmiştir. Çözeltilerin pH değeri pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanarak ölçülmüştür. Çözelti 30 dk. manyetik karıştırıcı (WiseStir, Daihan Scientific Co. Ltd., Korea) ile karıştırılmıştır. Saydam çözeltiler elde edilmiştir. Yağ iticilik deşerleri TDFOES, HDMS ve ZrA bağlayıcı maddelerinin ilave edildiği reçetelerle elde edildiği için bu reçetelere konvansiyonel miktarlarının 1/3'ü oranında Ruco Guard AFB ilavesi ile yağ iticilik özellik de kazandırmaya çalışılmıştır. Bu çalışmalarda izlenen işlem akışı şekil 2.1'de ve kullanılan reçeteler ve elde edilen çözeltilerin pH deşerleri ve bu çözeltiler ile kaplanan kumaların kütlelesel artışı deşerleri Tablo 2.1'de gösterilmiştir.

2.2.2 Nanosol Kaplama İlemi

Kaplama işleminden önce kumaşlar sabit ağırlığa getirilmi ve ağırlıklar ölçülmü tür. Pamuklu kuma örnekleri hazırlanan nanosol çözeltilerine daldırılmı tür. Emdirme işlemi yapılan kumaşlar bir fular (F-350 Model, Ataç Laboratory Machines and Control Panels, İstanbul, Türkiye) ile %90 A_F ile 1,6 bar fular basıncında sıkılmı tür. Emdirilen ve sıkılan kumaşlar Nüve dryheat Sterilizer (FN 120 model, Nüve Sanayi Malzemeleri Malat ve Ticaret A. Ş., Ankara, Turkey) kullanarak 100 °C'de 10 dk. kurutulmu ve ardından laboratuvar tipi buharlayıcıda (GK40 Model, Ataç Laboratory Machines and Control Panels, İstanbul, Türkiye) 160 °C'de 1 dk. fiks edilmi tir. Yapılan bu işlemler 3 kat kaplama işlemi için aynı şekilde tekrarlanmı tür. Sol-jel yöntemi için işlem akışı ekil 2.1'de gösterilmi tir.



ekil 2.1: Su-ya iticilik bitim uygulaması için sol-jel i lem ak² 2

Tablo 2.1: Su-ya itici kuma üretimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler, hazırlanan çözeltilerin pH değerleri ve bu çözeltiler ile kaplanan kumaların kütleli artı değerleri

	K0A	S1	S1m	S2	S3	S4	S5	K0B	S6	S7	S8	S9
TEOS	11 ml	11 ml	-	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml
TDFOES	-	4 ml	4 ml	4 ml	-	-	-	-	4 ml	-	8 ml	-
HDMS	-	-	-	-	4 ml	4 ml	4 ml	-	-	4 ml	-	8 ml
HCl (0,01N)*	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	-	-	-	15 ml	15 ml
NaOH (0,1 N)*	-	-	-	-	-	-	-	*	*	*	-	-
Ruco Guard AFB Conc (g/l)	-	-	-	1,15 gr (10 g/l)	-	1,15 gr (10 g/l)	0,575 gr (5 g/l)	-	-	-	-	-
pH	3,08	2,96	3,35	3,2	2,96	3,6	2,97	9,5	9,50	9,50	2,8	2,53
Kütleli artı (%)	26,62	7,85	1,02	12,03	14,37	12,11	13,36	9,7	0	0,39	4,95	17,28
Kimyasal maddeler	S10	S11	S12	S13	S14	S15	S16					
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml					
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml					
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml					
Ruco Guard AFB Conc (g/l)	-	-	-	1,15 gr (10 g/l)	-	-	-					
Ruco Guard NET(g/l)	-	-	-	-	-	-	-					-
VTEO	2 ml											
FES	-	2 ml	-	-	-	-	-					
ZrA	-	-	2,5 gr	2,5 gr	-	-	-					
TIPT	-	-	-	-	2,5 gr	-	-					
AMMO	-	-	-	-	-	2 ml	-					
GLYEO	-	-	-	-	-	-	2 ml					
HCl (0,01N)*	15ml	15 ml	15 ml	15 ml	15ml	-	15 ml					
pH	2,53	2,80	2,85	2,85	2,50	10,60	2,97					
Kütleli artı (%)	17,02	9,79	12,54	12,87	13,63	13,56	18,17					

*Bazik çözeltiler 0.1 N NaOH kullanarak 9,5-10 arasında ayarlanmıştır. K0A: Kötür Asidik, K0B: Kötür Bazik

2.2.3 Özel Su iticilik Bitim lemleri 1

Geni bant aralığı (3,37 eV) ve büyük uyarılma nükleon bağlanma enerjisi (large exciton binding energy) (60 meV) değerleri ile ZnO en önemli fonksiyonel malzemelerden biri olarak dünürlür. ZnO nanoyapılarının üretimi (nanoçubuk, nanotel, nanotüp, nanokay, vs.) literatürde çeşitli metotlarla (buhar-sıvı-katı katalitik büyüme, hidrotermal metot, plazma-moleküler epitaksi, ablona esaslı büyüme, vb.) gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemler arasında hidrotermal yöntem, basit, düşük

sıcaklık ve düşük ücret gibi avantajları nedeniyle en fazla kullanılmıştır. Farklı pürüzlülük yaratarak farklı nanoyapılar, süperhidrofob yüzeyler yapmak için faydalı bir yöntemdir. Wu ve ark. 2005'te bir sıcaklıkta Zn²⁺ çözeltisinde silikon altlığı üzerinde ZnO mikroyapı yüzeyin hazırlanmasını içeren basit bir metod geliştirmişlerdir [WU, ve ark. 2005]. Bu yöntem ile daha sonra süperhidrofob yüzey elde etmek için organik öz toplanmış tek tabakalar ile (SMA)s) hazırlanan pürüzlü yüzeylerin ard modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Fakat ZnO ve pamuk lifi arasında kristal yapının uyumsuzluğu nedeniyle ZnO mikroyapılı yüzeyler pamuk üzerinde elde edilemeyeceği için bu yöntem pamuklu malzemeler için uygun değildir. Xu ve Cai süperhidrofob yüzey yaratmak için pamuklu kuma üzerinde yeni bir hidrotermal yöntem uygulamışlardır. İlk olarak ZnO nanokristalleri lif üzerine kaplanmışlardır. Ardından oryante olmuş ZnO nanoçubuk dizileri lif üzerinde ya kimyasal yöntem ile nanoboyutta pürüzlülük yaratmak için üretilmiştir. Elde edilen kuma daha sonra süperhidrofob yüzey yaratmak için n-dodesiltrimetoksisilan ile modifiye edilmiştir [XU ve Cai, 2008]. Bu proje kapsamında ise, bu yöntemle çinko asetat yanında alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat ve zirkonyum asetil asetonat ile süperhidrofob yüzeyler üretilmeye çalışılmıştır. Özel su iticilik bitim isimleri için kullanılan reçeteler Tablo 2.2'de ve isimleri ekil 2.2'de gösterilmiştir.

2.2.3.1 Nanokristal Hazırlama Adımı (1. Adım)

Çinko asetat dehidrat, alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat, titanyum izopropoksit ve zirkonyum asetilasetonat (0,05 M) 60°C'de etanol içerisinde iddettli karıştırma ile çözülmüştür. Daha sonra etanol içerisindeki NaOH çözeltisi (0,15 M) ilk çözeltiliye yavaşça ilave edilmiştir ve daha sonra 60 °C'de 2 saat karıştırılarak Zn, Al, Ti ve Zr esaslı nanokristaller hazırlanmıştır.

Daha sonra nanokristal çözeltisi ile pamuklu kuma emdirme yöntemine göre kaplanmış, havada 20 dk. kurutulmuş, 170 °C'de 1 dk fikse edilmiştir. Bu kaplama 3 defa tekrarlanmıştır.

2.2.3.2 Nanoçubuk Büyüme Adımı (2. Adım)

Daha sonra nanoçubuk hidrotermal büyüme amaçları için çinko nitrat hekza hidrat, alüminyum izopropoksit, alüminyum sülfat ve zirkonyum asetilasetonat (0,03M) bazılarının ve hekza metilen tetramin (0,03 M) ile sulu çözeltisi hazırlanmıştır. ZnO, Al₂O₃ ve ZrO₂ için hidrotermal büyümesi için bu çözeltilerden 25 ml karıştırılmıştır. Daha sonra bu çözeltiler kuma daldırılmış 90°C'de 3 saat su banyosunda çalkalama etkisi ile bekletilmiştir. Bu çözeltilerden çıkarılan kumalar 70 °C'de 20 dk. kurutulmuştur.

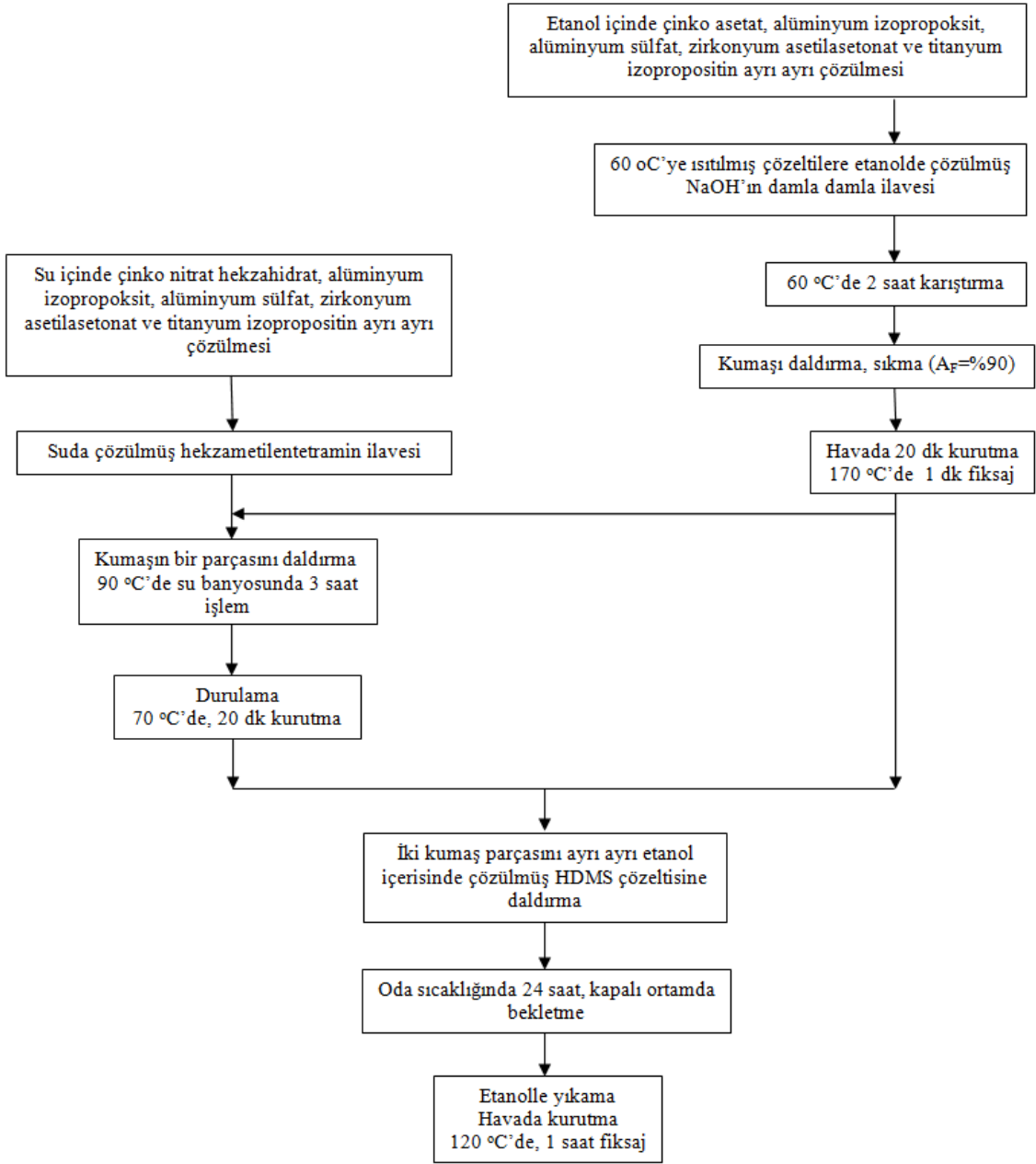
2.2.3.3 Nanoçubuklar Yüzeyinde Öztoplanma Tabaka Oluşumu (3. Adım)

Bazı örneklerde 2. nanoçubuk büyüme adımları atılarak denemeler yapılmıştır. Hazırlanan kuma 3. adımda ayrıksal olarak %3,5 HDMS içeren etanol çözeltisine daldırılmış , 24 saat oda sıcaklığında bekletilmiştir. Süperhidrofil yapıları nedeniyle pamuklu kuma ve metal oksit yapıları yüzeyinde pek çok adsorbe edilen su molekülleri bulunmaktadır. HDMS hidrolize olur ve Si-OH gruplarına dönüşür. Daha sonra hidrolize olmuş HDMS süperhidrofob yüzey üretmek için metal oksitler ile reaksiyon verir. Daha sonra kuma kimyasal kalıntıları uzaklaştırmak için etanol ile yıkanır ve oda sıcaklığında havada kurutulur ve 120 °C'de 1 saat etüvde fiks edilir.

Tablo 2.2: Özel su iticilik denemeleri 1 için reçeteler

	S17			S18			S19			S20			S21		
	Adđmlar			Adđmlar			Adđmlar			Adđmlar			Adđmlar		
		a	b		a	b		a	b		a	b		a	b
	1.	2.	3.	1.	2.	3.	1.	2.	3.	1.	2.	3.	1.	2.	3.
NaOH, gr	6	-	-	6			6			6			6		
Çinko Asetat, gr	10,97	-	-	-			-			-					
Etanol (lt)	1	-	0,1	1		0,1	1		0,1	1		0,1	1		0,1
Çinko Nitrat Hegzahidrat, gr	-	8,92	-			-			-			-			
Alüminyum izopropoksit				10,42	6,25										
Alüminyum sülfat							17,64	10,58							
Zirkonyum asetilasetonat										24,88	14,93				
Titanyum izopopoksit (0,05 M)													14,65	8,79	
Hegza metilentetramin, gr	-	4,20	-		4,20	-		4,20	-		4,20	-		4,2	
H ₂ O, lt	-	1	-		1	-		1	-		1	-		1	
HDMS, gr	-	-	3,5			3,5			3,5			3,5			3,5
Kütlesel Art ²		8,53	3,55		10,63	0,15		10,24	8,78		7,96	3,45		3,38	1,17

a: Yaln²zca 1. ve 3. adđm uygulanan örnek, b: 1,2, ve 3. adđm uygulanan örnek



ekil 2.2: Özel su iticilik denemeleri 1 için i lem ak² 2

2.2.4 Özel Su İttilik Bitim İlemleri 2

Günümüzde süperhidrofob yüzeylerin üretiminde ZnO kullanımı üzerine pek çok çalışma vardır [LAKSHMI ve Basu, 2009; TANG ve ark., 2007; WU ve ark., 2005; SALEEMA ve Farzaneh, 2008; BADRE ve ark., 2007a ve 2007b; GUO ve ark., 2007a; LI ve ark., 2003]. ZnO filmlerinin hidrofob modifikasyonu uzun zincirli yağ asitleri veya onların sodyum tuzları ile gerçekleştirilir [LAKSHMI ve Basu, 2009; TANG ve ark., 2007; WU ve ark., 2005; SALEEMA ve Farzaneh, 2008; BADRE ve ark., 2007a ve 2007b]. Tang ve ark. yüzey aktif madde olarak (capping agent) sodyum oleat kullanarak ZnO nanoçubukları modifiye etmişler ve 98° temas açısında elde etmişlerdir [LAKSHMI ve Basu, 2009; TANG ve ark., 2007]. ZnO nanoçubuklarının hidrofobluğunun sodyum oleat miktarının artması ile arttığı bulunmuştur. Wu ve ark. farklı alkanolik asitler ile (C8-C18) modifiye edilen mikro yapılandırılmış ZnO yüzeylerinin yüzey alanabilirliğini araştırmışlar ve 160°'den daha büyük zincir uzunluğunda yağ asitleri ile modifikasyondan sonra stabil süperhidrofob özelliği elde edildiği bulunmuştur [LAKSHMI ve Basu, 2009; WU ve ark., 2005]. Başka bir çalışmada süperhidrofob ZnO nanoküleler kimyasal banyo biriktirme ve ardından stearik asit ile daldırma ile pasivasyon işlemi ile hazırlanmıştır [LAKSHMI ve Basu, 2009; SALEEMA ve Farzaneh, 2008]. Badre ve ark. elektrokimyasal olarak biriktirilen ZnO filmleri üzerindeki ZnO nanoçubuk yapısı ve yağ asit tabakalarının konformasyonunu çalışmışlardır [LAKSHMI ve Basu, 2009; BADRE ve ark., 2007a]. Aynı zincir uzunluğunda diğer doymamış yağ asitleri ile karşılaştırıldığında stearik asitler gibi lineer doymuş uzun zincirli yağ asitleri ile ZnO nanoçubuk filmlerinin muamelesinden sonra daha yüksek temas açılarının elde edildiği bulunmuştur. Stearik asit ile muamele ile elektrobiriktirme ile ZnO nanotel dizisi filmlerden yüksek su iticilikte yüzeyler üretilmiştir. Yağ asitlerinden başka bileşikler ile ZnO filmlerinin modifikasyonu aynı zamanda bildirilmiştir [LAKSHMI ve Basu, 2009; GUO ve ark., 2007a; LI ve ark., 2003]. Oktadekantol kullanarak yüzey modifikasyonundan sonra hidrotermal bir muamele ile elde edilen süperhidrofob ZnO nanoçubuk dizisi filmlerin hazırlanması bildirilmiştir [LAKSHMI ve Basu, 2009; GUO ve ark., 2007a]. Li ve ark. elektrokimyasal biriktirme ile iletken hidrofob ZnO ince filmlerini üretmişler ve floro-alkil silan modifikasyonu ile onların süperhidrofob yapılarını hazırlamışlardır [LAKSHMI ve Basu, 2009; LI ve ark., 2003].

Lakshmi ve Basu süperhidrofob yüzeyler üretmek için sol-jel matriksinde dolgu malzemesi olarak stearik asit ile modifiye edilen ZnO nanopartiküllerini kullanmışlardır. Fakat sonuçlanan kompozit filmler sol içerisindeki düşük dispersiyonu ve ZnO partiküllerinin agregasyonu nedeniyle pürüzlüdür. ZnO partiküllerine benzemeyerek kolloidal çinko hidroksit (CZH) etanolde iyi disperse edilir ve sol-jel matriksine hidrofob olarak modifiye edilen CZH girişi ile hazırlanan sol-jel kompozit film nispeten daha düzgündür. Modifiye CZH ile süperhidrofob sol-jel kompozit kaplamanın üretimi daha önceki çalışmalarda bildirilmemiştir. CZH, daha önce bildirilen metoda [LAKSHMI ve Basu, 2009; ZHANG ve Li, 2003a] benzer modifiye çöktürme transformasyon metoduyla hazırlanmıştır ve ardından stearik asit ile muamele ile süperhidrofob yapılmıştır. Modifiye CZH ile hazırlanan filmlerin adhezyonu düşük olduğu için daha iyi adhezyon ile süperhidrofob yüzeyler yaratmak için sol-jel matriksinde dolgu malzemesi olarak ilave edilmiştir. Lakshmi ve Basu TEOS ile metiltrietoksi silan (MTEOS)ın 1:1 molar oranında karışımlarını kullanarak sol-jel matriksi hazırlamışlardır. TEOS'ün tek başına matriks malzemesi olarak kullanıldığında sonuçlanan kaplamanın cam slaytlar üzerinde düşük adhezyona sahip olduğu ve kolaylıkla kazınabildiğini bulmuşlardır. Bu proje çalışması kapsamında ise Lakshmi ve Basu'nun yöntemine göre CZH hazırlanmış ve modifiye edilmiş ve kumaşla TEOS ile birlikte VTEOS, GPTS ve FTEOS ilavesiyle adhezyonları ve su ve yağ iticilik özellikleri incelenmiştir. Özel su iticilik bitimimleri için kullanılan reçeteler Tablo 2.3'de ve bitimimlemeleri ekil 2.3'de gösterilmiştir.

2.2.4.1 CZH Kolloidal Süspansiyonunun Hazırlanması (1. Adım)

50 ml 0,1 M sulu çinko sülfat çözeltisi geri soğutucuya bağlanmış 250 ml'lik 2 boyunlu balona alınmıştır, sırtmal manyetik karıştırıcı üzerindeki su banyosu içerisinde 70 °C'de sırtılmıştır. 50 ml 0,1 M sodyum karbonat çözeltisi ve 50 ml 0,1 M NaOH çözeltisi damlatma hunisi aracılığıyla damlatarak, karıştırılarak ve 70 °C sabit sıcaklıkta ilave edilmiştir. Reaktantların ilavesinden sonra manyetik karıştırıcı aracılığıyla 30 dk. daha karıştırılmaya devam edilmiştir. Çöken çinko hidroksit santrifüjle ayrılmış ve aşırı reaktifleri ve yan ürünleri uzaklaştırmak için distile su ve etanol ile tekrarlı olarak yıkanmıştır. Elde edilen beyaz CZH kalıtınsız etanolde disperse

edilmi tir ve 20 ml dik koloidal süspansiyonu hazrlanm t r. Hazrlanan koloidal süspansiyonlar 50 ml mililitreye bölünmü ve oda sıcakl ında buharla t r m t r.

2.2.4.2 CZH'nin Hidrofob Modifikasyonu (2. Adım)

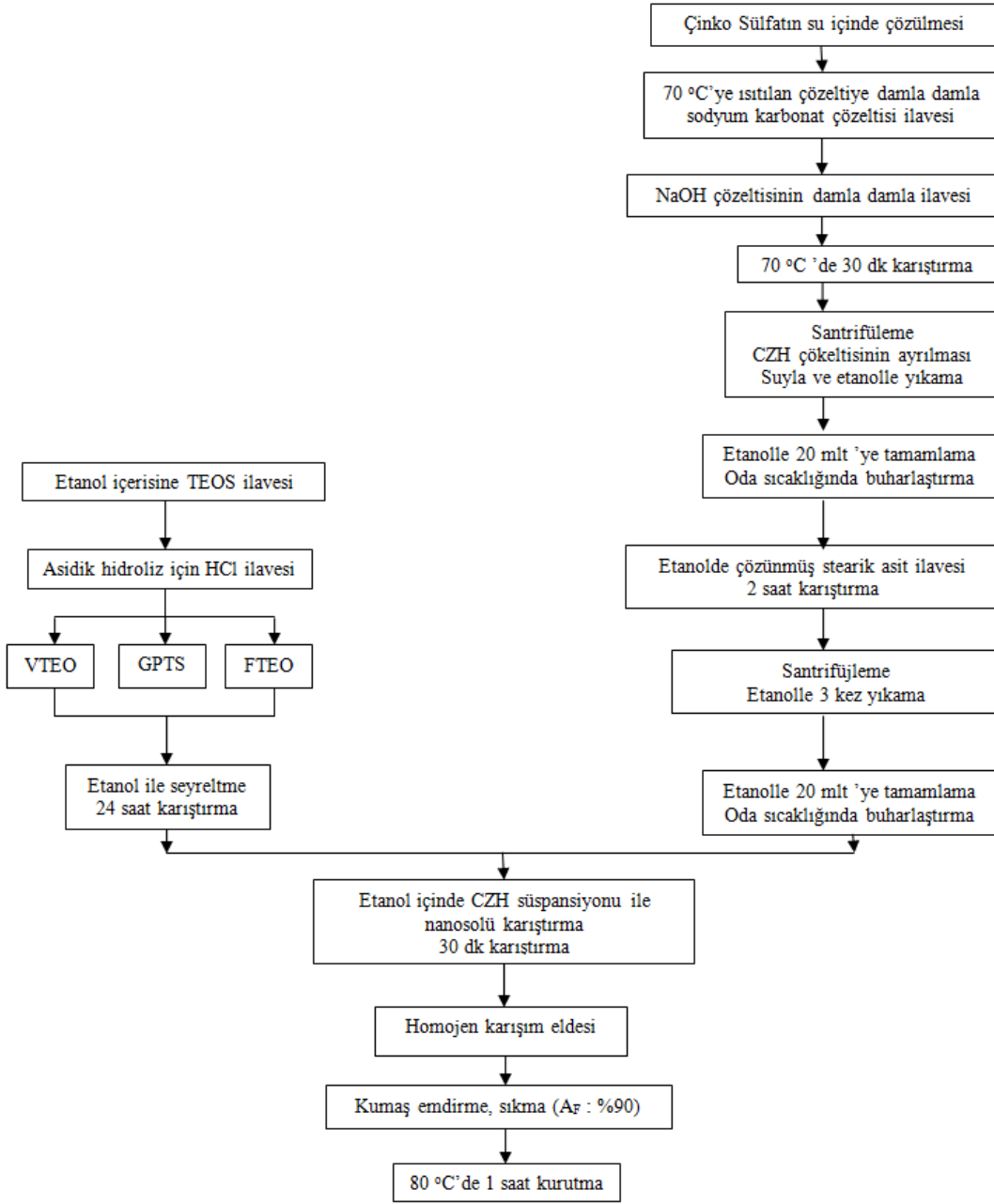
CZH tozlar n n hidrofob modifikasyonu 3 ml etanol ve 2 ml stearik asit çözeltisi (etanol içinde %3,5 w/v) ile 5 ml CZH koloidal süspansiyonun 2 saat kar t r m t r ile gerçekte tirilmi tir. Hidrofobla t r ma ad m nda CZH n i mesi hacimli stearat n yüzey hidroksil gruplar n n dönü ümü nedeniyle gerçekte ir. Hidrofob modifikasyondan sonra a r stearik asit modifiye edilen CZH süspansiyonundan tekrar edilen santrifüj ve etanolle y kama ad m lar ıyla uzakla t r t r. Modifiye edilen koloidal süspansiyon birkaç saat için oda sıcakl ında buharla t r t r.

2.2.4.3 Sol-jel A masi (3. Adım)

Asit katalizli solün hazrlanmas için 2,24 ml TEOS ve 2 ml VTEOS, GPTS veya FTEOS un 2,28 ml etanol içerisinde çözümü tür. 0,72 ml 0,01 M HCl çözeltisi ilave edilmi tir. Bu çözelti 24 saat kar t r m t r. Daha sonra 7,2 ml etanol ile seyreltilmi ve a z kapat m bir i ede saklanm t r. Belirli hacimlerde sole modifiye CZH süspansiyonu (5 ml etanol içinde) (hacimsel olarak %75 sol, %25 CHZ süspansiyonu) ilave edilmi ve 30 dk kar t r m t r. Bu çözelti ile kuma emdirilmi (A_F: %90) ve 80 °C de 1 saat kurutulmu tur.

Tablo 2.3: Özel su iticilik denemeleri 2 için reçeteler

			S22	S23	S24
	1. Adım CZH Süspansiyonu	2. Adım CZH Hidrofob Modifikasyon	3. Adım	3. Adım	3. Adım
Çinko Sülfat (0,1 M)	28,756 gr	-	-	-	-
Sodyum Karbonat (0,1 M)	10,599 gr	-	-	-	-
Sodyum Hidroksit (0,1 M)	4 gr	-	-	-	-
CZH	-	0,12 gr	0.17 gr (5 ml etanol içinde)	0.17 gr (5 ml etanol içinde)	0.17 gr (5 ml etanol içinde)
Stearik Asit	-	2 ml	-	-	-
Etanol	-	3 ml	7,2 ml	7,2 ml	7,2 ml
TEOS	-	-	2,24 ml	2,24 ml	2,24 ml
VTEOS (Dynasylan VTEO)	-	-	2 ml	-	-
GLYEO (Dynasylan GLYEO)	-	-	-	2 ml	-
FES (Dynasylan 9265)	-	-	-	-	2 ml
Etanol 1	-	-	2,28 ml	2,28 ml	2,28 ml
HCl Çözeltisi (0,01 M)	-	-	0,72 ml	0,72 ml	0,72 ml
Kütlesel art ² de erleri, %			11,11	7,56	12,61



ekil 2.3: Özel su iticilik denemeleri 2 için i lem ak^{2 2}

2.2.5 Su-Ya İttilik ve Güç tutu urluk İlemleri için Nanosol Hazırlanması

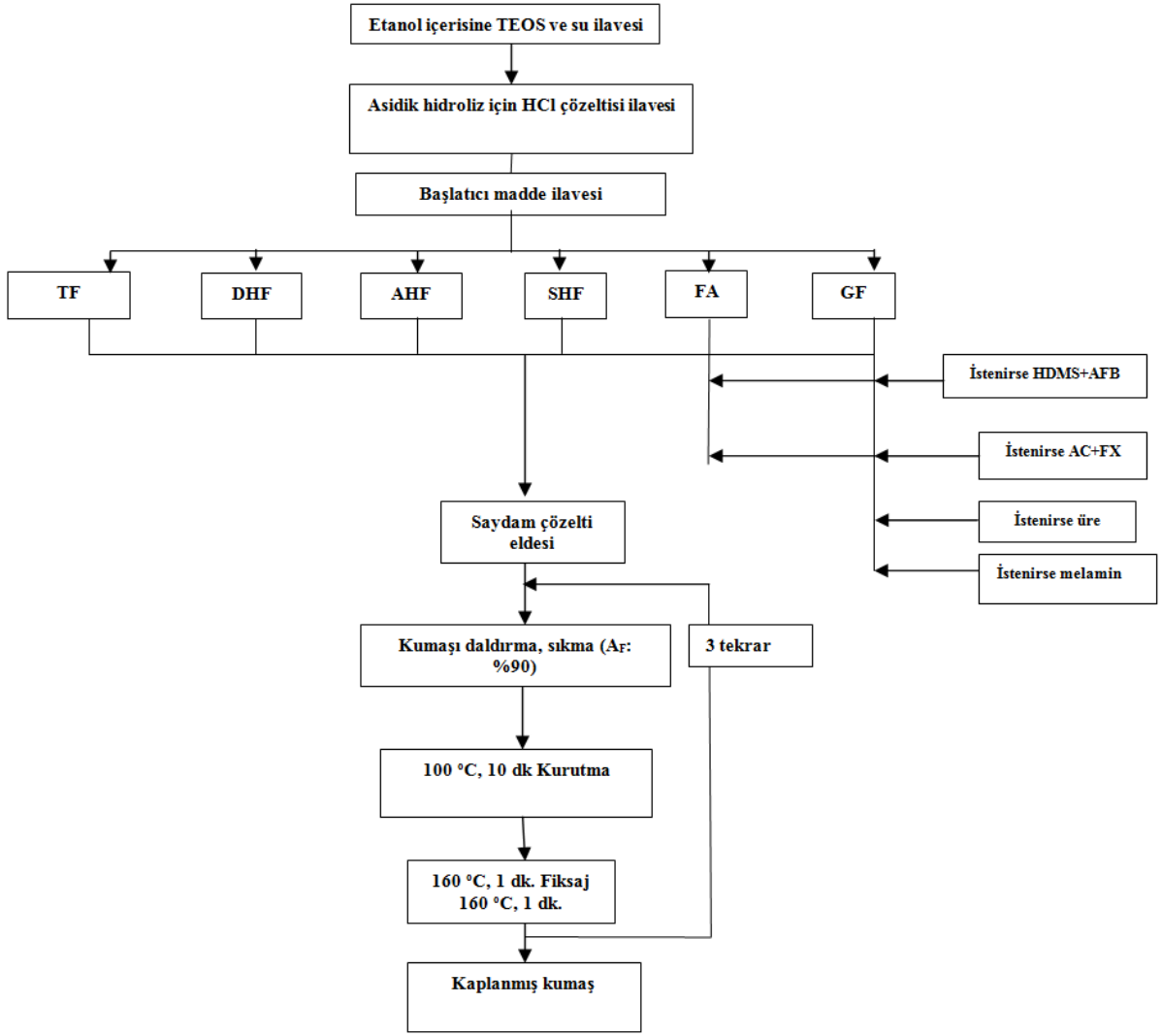
Sol-jel işlemi ile su-kir-ya ittilik ve güç tutu urluk özelliklerinin tek adımda pamuklu kumaşa kazandırılması ve bu kaplamaların dayanımlarının geliştirilmesi amacıyla uygulanan reçeteler Tablo 2.6'da gösterilmiştir. Bu işlemler amacıyla daha önce uygulanan tek başına su-kir-ya ittilik kimyasal maddelerine ilave olarak güç tutu urluk malzemesi olarak guanidin fosfat, amonyum hidrojen fosfat, sodyum hekzametafosfat, trifenil fosfat, disodyum hidrojen fosfat, organik kaplama maddesi olarak Rudolf firmasının poliakrilat esaslı dispersiyonu AC 105 ve çapraz bağlanma maddesi olarak Ruco Coat FX8000 kullanılmıştır.

Etanol içerisine TEOS damlatılarak ilave edilmiştir. Daha sonra bu çözelti içine su eklenmiş ve 0,01 N HCl damlatılarak çözeltilerin pH ayarlanmıştır. Ardından diğer güç tutu urluk etken maddeleri ayrı ayrı eklenmiştir. Şişeye göre tek başına fosforik asit, suda çözümlü olarak guanidin fosfat, amonyum hidrojen fosfat, sodyum hekzametafosfat, disodyum hidrojen fosfat, üre ve melamin ve etanolde çözümlü olarak trifenil fosfat (trifenil fosfat su içerisinde çözülmediği için bu reçetede su kullanılmamıştır) güç tutu urluk maddesi olarak, Dynasylan 9116 (HDMS) sol-jel için su ittilik bağlatıcı maddesi olarak, Ruco Guard AFB konvansiyonel reçetede konsantrasyonunun 1/3'ü oranında su ve ya ittilik maddesi olarak ilave edilmiştir. İlk amaçta optimize edilmiş su-ya ittilik özellikleri HDMS+AFB ilave edilen reçete ile sağlandığı için bu kimyasallar su-ya ittilik etkisi için tercih edilmiştir. Bu deneyler sadece asidik hidroliz ile yapılmıştır. Bu çözeltilerin pH pH metre kullanılarak ölçülmüştür. Çözelti manyetik karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Bu çalışmada izlenen işlem akışı Şekil 2.4'de gösterilmiştir.

Hazırlanan çözeltiler ile emdirilen ve 1,6 bar basınçla (%90 A_f) sıkılan kuma örnekleri ve 100 °C'deki etüvde 10 dakika kurutulmuş ve ardından 160 °C'de 1 dakika fiks edilmiştir. Bu işlemler 3 kez tekrar edilmiş ve 3 kat kaplama gerçekleştirilmiştir.

Diğer bir grup çalışmada organik-inorganik hibrid sol-jel uygulaması ile su-kir-ya ittilik ve güç tutu urlu pamuklu kuma üretmek için etanol ve su içerisinde çözülen TEOS

çözeltisine, iste e göre su iticilik için sol-jel ba lat²c² maddesi olarak Dynasylan 9116 ve ya iticilik için konvansiyonal su-kir-ya iticilik maddesi, güç tutu urluk için güç tutu urluk özellikleri bak²m²ndan daha iyi özellikler göstermesi nedeniyle suda çözülmü guanidin fosfat güç tutu urluk etkili ba lat²c² maddesi ile ve kolay temin edilebilirlik ve uygulanabilirlik özellikleri nedeniyle güç tutu urluk etken maddesi olarak fosforik asit ile kaplama dayan²m²n² art²rmak amac²yla kaplama maddesi AC 105 ve kaplama için çapraz ba lama maddesi olan Ruco Coat FX8000 kombine edilerek denemeler yap²m² t²r.



ekil 2.4 Su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim uygulaması için sol-jel işlem akışı

2.2.6 Konvansiyonel Kaplama İlemi

Konvansiyonel su ve ya itici kimyasal maddeler kullanarak firmanın önerdiği Tablo 2.4'te gösterilen, konvansiyonel reçeteye (Konv.) göre emdirme çözeltisi hazırlanmıştır. Ruco Guard AFB Conc (Rudolf GmbH&Co., Germany) katyonik esaslı florokarbon bileşimidir. Ruco-Guard NET bloke edilmiş isosiyanat esaslı bir maddedir ve kalınlık ve film oluşumunu düzenleyen çapraz bağlayıcı görevi görmektedir. Bu amaçla Ruco Guard AFB Conc ile birlikte kullanılır.

Konvansiyonel su-ya itici ve güç tutu urluk bitim prosesi, sol-jel prosesi ve konvansiyonel bitim prosesi ile ilgili örneklerinin su-ya iticilik ve güç

tutu ırluk  zelliklerinin kar  la t r lmas  amac yla firman n  nerdi i ko ullaarda (Tablo 2.4) ger ekle tirilmi tir. Bu ama  i in konvansiyonel proseslerde katyonik florokarbon bile i i olarak Ruco Guard AFB Conc. (Rudolf Gmbh&Co., Germany) ve  apraz ba lay c  ve film olu umunu d zenleyici, bloke izosiyanat esasl  malzeme olarak Ruco-Guard NET, reaktif organik fosfor bile i i esasl  pamuklu kuma lar i in g   tutu ırluk maddesi olarak Ruco Flam PCE-T,  apraz ba lay c  madde olarak Rucon DPO, yumu at c  olarak Perrustol HEY ve pH ayarlay c  olarak fosforik asit kullan lm  t r. Kuma  rnekleri konvansiyonel re etelere g re haz rlanan  z ltilere dald r lm  , emdirilmi , s k lm  ($A_F = \%90$) ve 100  C de 10 dk kurutulmu , 170  C de 3 dk fikse edilmi tir. **K1** re etesi konvansiyonel standart g   tutu ırluk re etesi, **K4** %100 pamuklu i k yafetleri i in g   tutu ırluk, su-kir-ya iticilik bitim i lemi re etesidir. **K2** re etesi ise 2 ad ml  olarak g   tutu ırluk, su-kir-ya iticilik bitim i lemi re etesini g stermektedir. **K3** re etesi su-kir-ya iticilik bitim i lemi re etesidir. **K3** re etesi ile su-kir-ya iticilik bitim i leminde haz rlanan  z ltiler ile emdirilen ve 1,6 bar bas n la (%90 A_F) s k lan kuma  rnekleri ve 100  C  deki 10 dakika et vde kurutulmu ve ard ndan 160  C  de 1 dakika fikse edilmi tir. Su-kir-ya iticilik konvansiyonel bitim i leminde sol-jel i lemleriyle kar  la t rabilmek amac yla sol-jel i lemlerinde kullan lan fiksaj s cakl   nda ve s resinde  al   lm  t r.

K1, K2 ve K4 re eteleri ile g   tutu ur ve/veya su-kir-ya iticilik bitim i leminde haz rlanan  z ltiler ile emdirilen ve 1,6 bar bas n la (%90 A_F) s k lan kuma  rnekleri ve 100  C  deki 10 dakika et vde kurutulmu ve ard ndan 170  C  de 3 dakika fikse edilmi tir. Bu fiksaj s cakl    ve s resi firman n  nerdi i ko ullaar dikkate al narak belirlenmi tir. Fikse edilen kuma lar n tralizasyon amac yla 15 gr/lt soda  z ltisi ile 60  C de 10 dk muamele edilmi tir. Ard ndan kuma lar,  zerlerinde kalabilecek kimyasal art klar n  uzakla t rmak i in 60  C de 10 dakika durulanm  t r. Kuma lar son olarak 100  C de 10 dakika kurutulmu tur.

Tablo 2.4 Konvansiyonel yöntemle su- ya itici ve/veya güç tutu urluk bitim i lemi için kullanılan reçeteler ve bu çözeltilerin pH de erleri ve bu çözeltiler ile kaplanan kuma ların kütlelesel artı de erleri

Kimyasal maddeler	K1	K2		K3	K4
		1. adım	2.adım		
Ruco Flam PCE-T	400 gr	400 gr	-	-	350 gr
Rucon DPO	20 gr	20 gr	-	-	20 gr
Ruco Guard AFB Conc	-	-	15 gr	15 gr	30 gr
Ruco Guard NET	-	-	15 gr	15 gr	-
Perrustol HEY	20 gr	20 gr	-	-	20 gr
Fosforik Asit	20 gr	20 gr	-	-	20 gr
pH	2,25	2,25	4,7	4,7	2,19
Kütlelesel artı (%)	10,81	12,42		0,28	11,98

2.2.7 Konvansiyonel Kaplama Patininin Hazırlanması

Kaplama patlarının hazırlanmasında Rudolf firmasının poliakrilat esaslı dispersiyonu AC 105, kendi kendine çapraz bağlanabilen sulu noniyonik polivinil asetat esaslı dispersiyonu Ruco-Coat VA 7110, kaplama patlarında kullanılan su, kir ve yağ itici apre maddesi anyonik florokarbon polimeri Ruco-Coat FC 9005 ve alifatik polieter polüretan esaslı Ruco-Coat PU 1110 ticari polimerik malzemeleri ile çalınmıdır. Kaplama patları, ayrı ayrı 1000 k²s²m AC 105, Ruco-Coat VA 7110, Ruco-Coat PU 1110 ve Ruco-Coat FC 9005 içerisine 200 k²s²m Ruco Coat FX800 ilavesiyle hazırlanmıştır. Kuma örnekleri tek başına polimerik malzemelerle hazırlanan çözeltilerle Mathis marka SV model masaüstü kaplama cihazı kullanarak, rakle ile sıvama kaplama yöntemi göre, silindir üzerinde rakle (dik açıda) ile kaplanmıştır. Ticari polimerik malzemeler kullanarak konvansiyonel uygulamalar, polimerik ticari kaplama malzemeleri ile nanosol karışımlarının sonuçlarının karşılaştırmak amacıyla kör deneme olarak yapılmıştır. Kuma örnekleri kaplama çözeltisi ile 0,5 mm film kalınlığında sıvanmış ve 100 °C'deki 10 dakika etüvde kurutulmuş ve ardından 160 °C'de 3 dakika fikse edilmiştir. Kaplama reçeteleri ve içerikleri Tablo 2.5'de gösterilmiştir.

Kör deneme olarak yalnızca organik kaplama malzemeleri ile K5, K6, K7 ve K8 reçetelerine göre kaplamalar yapılmıştır.

Tablo 2.5 Konvansiyonel kaplama reçeteleri

Kimyasal maddeler	K5	K6	K7	K8
AC 105 (AC)	100 gr	-	-	-
Ruco Coat FX 8000 (FX)	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr
Ruco Coat VA 7110	-	100 gr	-	-
Ruco Coat PU 1110	-	-	100 gr	-
Ruco Coat FC 9005	-	-	-	100 gr

2.2.8 Organik norganik Hibrid Kaplama Patininin Hazırlanması

2.2.8.1 Ticari Polimerler ile Nanosolden Organik norganik Hibrid Kaplama Patininin Hazırlanması

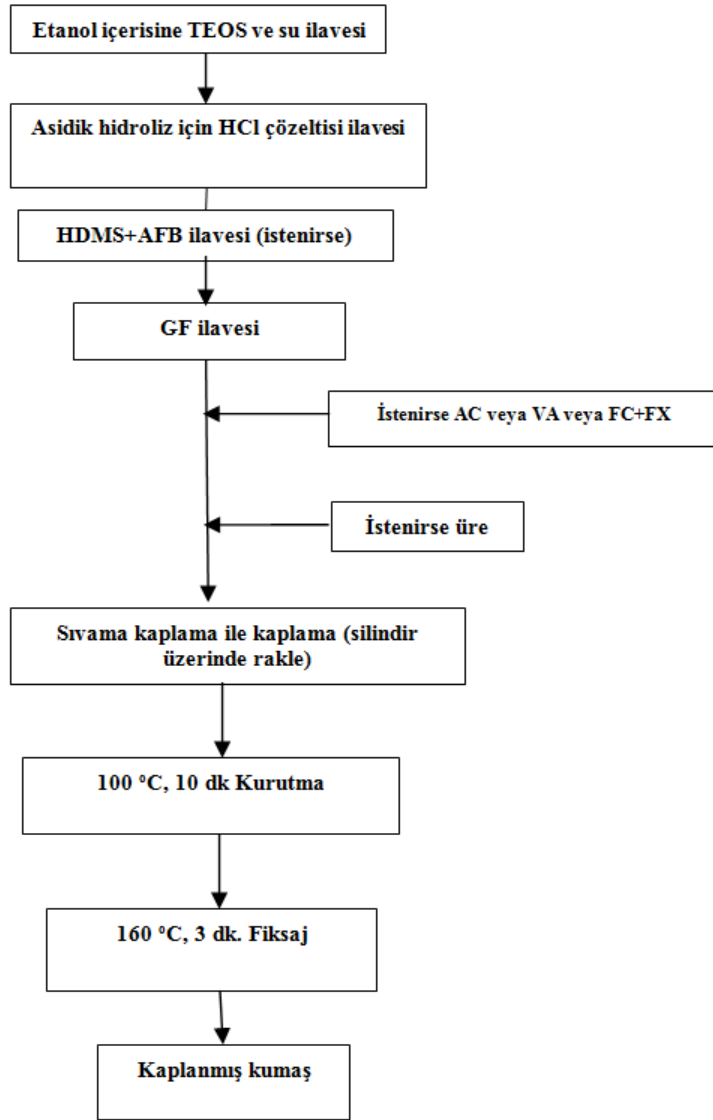
TEOS etanolle ve daha sonra su ile karıştırılır ve ardından asidik hidrolizi sağlamak için 0,01 N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Germany) ilave edilir. Sterilize, suda çözümlü olarak güç tutucu maddesi olarak guanidin fosfat, üre, sol-jel prosesi için su iticilik etkili bir madde olarak Dynasylan 9116 (HDMS), konvansiyonel su-ya iticilik maddesi olarak Ruco Guard AFB (konvansiyonel reçetede miktarının 1/3'ü miktarında) (önceki çalışmaların bir sonucu olarak) çözeltiye ilave edilmiştir. Çözeltilerin pH'si standart bir pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanarak ölçülmüştür. Çözeltiler manyetik karıştırıcı (WiseStir, Daihan Scientific Co. Ltd., Korea) kullanarak 25 °C'de 30 dk karıştırılmıştır. Kaplama patinleri, ayrı ayrı 1000 k²s²m AC 105, Ruco-Coat VA 7110, Ruco-Coat PU 1110 ve Ruco-Coat FC 9005 içerisine 200 k²s²m Ruco Coat FX800 ilavesiyle hazırlanmıştır. Kaplama patinleri yavaş ve karıştırılarak nanosollere ilave edilmiştir. Bu çalışmada izlenen işlem akışı ekil 2.5'de ve kullanılan reçeteler ve elde edilen çözeltilerin pH değerleri Tablo 2.7'de gösterilmiştir. Tüm denemeler 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir.

Nanosol ile polimerik kaplama malzemesi karışımları ile hazırlanan çözeltilerle Mathis marka SV model masaüstü kaplama cihazı kullanılarak, rakle ile sıvama

kaplama yöntemi göre, silindir üzerinde rakle (dik açda) ile kaplanmıtır. Kuma örnekleri kaplama çözeltisi ile 0,5 mm film kalınlıkta ayar ile sıvanmı ve 100 °C'deki 10 dakika etüvde kurutulmu ve ardından 160 °C'de 3 dakika fikse edilmiştir.

Flokarbon polimeri içeren organik inorganik nanosol reçetelerinin Dynasylan 9116 ve Ruco Guard AFB ile uyumsuzluğu, hızlı bir şekilde jelleşmesi ve çökme göstermesi nedeniyle bu reçetelere Dynasylan ve AFB ilave edilmemiştir.

Poliüretan polimeri içeren organik inorganik nanosol çözeltilerinde poliüretan polimeri ile nanosol çözeltisinin uyumsuzluk göstermesi nedeniyle poliüretan ile nanosol kombinasyonları gerçekleştirilememiştir.



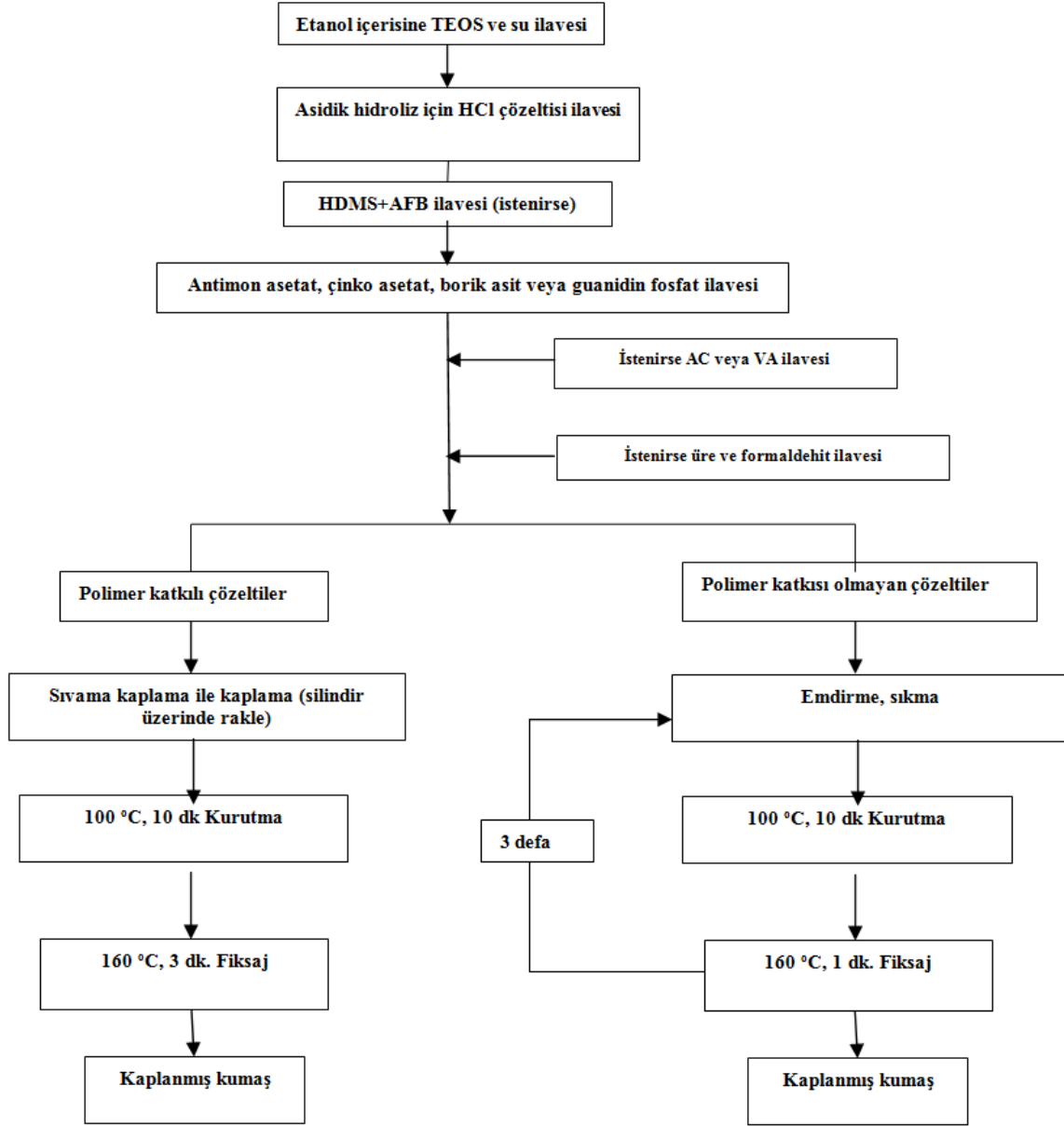
ekil 2.5 Polimer katkı su-ya iticilik ve güç tuturluk bitim uygulaması için sol-jel işlem akışı

Ayrıca guanidin fosfatı alternatif olarak antimon asetat, çinko asetat ve borik asit gibi çeşitli güç tuturluk etken maddeleri ve bunlarla hazırlanan nanosollerin ticari polimerik malzemelerle kombinasyonu ile çalışmalar (G31-G42) yapılmıştır. Ayrıca guanidin fosfat ile yapılan çalışmaların yakama dayanıklılığını artırmak için üre ve formaldehit ilavesi ile denemeler (G43-G48(2)) yapılmıştır.

Nanosol çözeltileri ve polimerik malzeme kombinasyonları ile güç tuturluk ve su-ya iticilik kombine uygulamaları için ekil 2.6'daki işlem akışına göre çalışılmaktadır. Çözücü olarak etanol (96%, C₂H₅OH, Merck, Germany) ve distile su kullanılmaktadır. Asidik hidroliz için pH ayarlayıcı olarak 0,01 N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-

Aldrich, Germany) kullanılmıŒtır. Ba lat²c² madde olarak tetraetoksisilan (TEOS, Dynasylan A, Evonik Degussa GmbH, Germany), hegzadesiltrimetoksisilan (HDMS, Dynasylan 9116, Evonik Degussa GmbH, Germany), güç tutu urluk malzemesi olarak antimon asetat, çinko asetat, borik asit veya guanidin fosfat ve çapraz ba lanmay² art²rmak için üre ve formaldehit, organik kaplama maddesi olarak Rudolf firmas²n²n poliakrilat esaslı² dispersiyonu AC 105, kaplama patlar²nda kullan²lan ve kendi kendine çapraz ba lanabilen sulu noniyonik polivinil asetat esaslı² dispersiyonu Ruco-Coat VA 7110 ve çapraz ba lanma maddesi olarak Ruco Coat FX8000 kullanılmıŒtır. lave konvansiyonel su-kir-ya iticilik maddesi olarak Ruco Guard AFB Conc. kullanılmıŒtır.

Etanol içerisine TEOS damlat²larak ilave edilmi tir. Daha sonra bu çözeltili içine su eklenmi tir. Ard²ndan di er grup HDMS ba lat²c² maddesi eklenmi tir. Asidik hidroliz için çözeltilerin pH², 0,01 N HCl çözeltisi (37% puriss, Sigma-Aldrich, Germany) damlat²larak ayarlanm² ve çözeltilerin pH² pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanarak ölçölmü tür. Çözeltili manyetik kar² t²r²c² (WiseStir, Daihan Scientific Co. Ltd., Korea) ile kar² t²r²lm² t²r. Bu çal² mada izlenen i lem ak² 2 ekil 2.6²da ve kullan²lan reçeteler ve elde edilen çözeltilerin pH de erleri Tablo 2.8²de gösterilmi tir. Tüm denemeler 2 tekrarlı² olarak gerçekte tirilmi tir.



ekil 2.6 Polimer katkı su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim uygulaması için sol-jel i lem ak² 2

2.2.8.2 Emülsiyon Polimerizasyonu ile Üretilen Polivinil asetat ile Nanosolden Organik norganik Hibrid Kaplama Patin'inin Hazırlanması

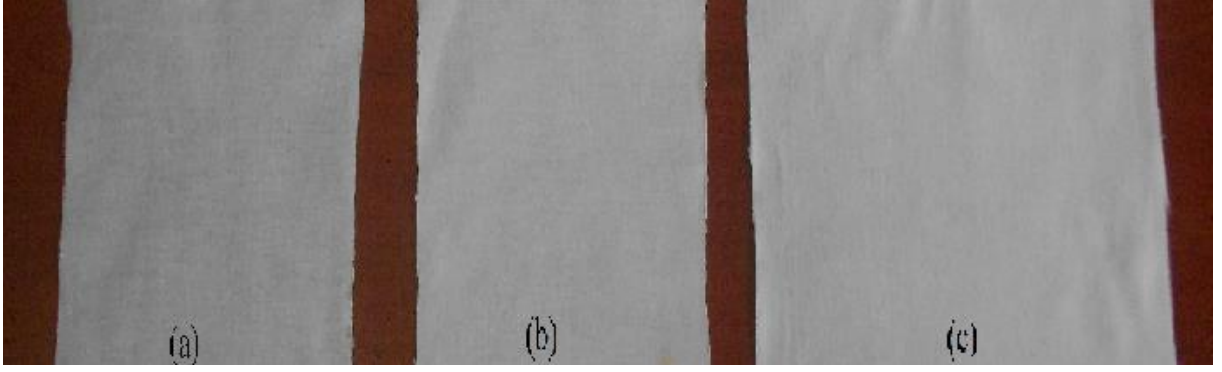
Ticari polimerik malzemelerle en iyi güç tutu urluk sonuçlar Ruco-Coat VA 7110 kullanarak elde edilmiştir. Dolayısıyla emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen vinil asetat monomeri, silanlarla kombine edilerek tekstillere applike edilmeye çalışılmaktadır.

Vinil asetat üretimi için öncelikle Tablo 2.9 ve Tablo 2.10daki reçeteler ve ekil 2.8deki işlem akışı uygulanmıştır.

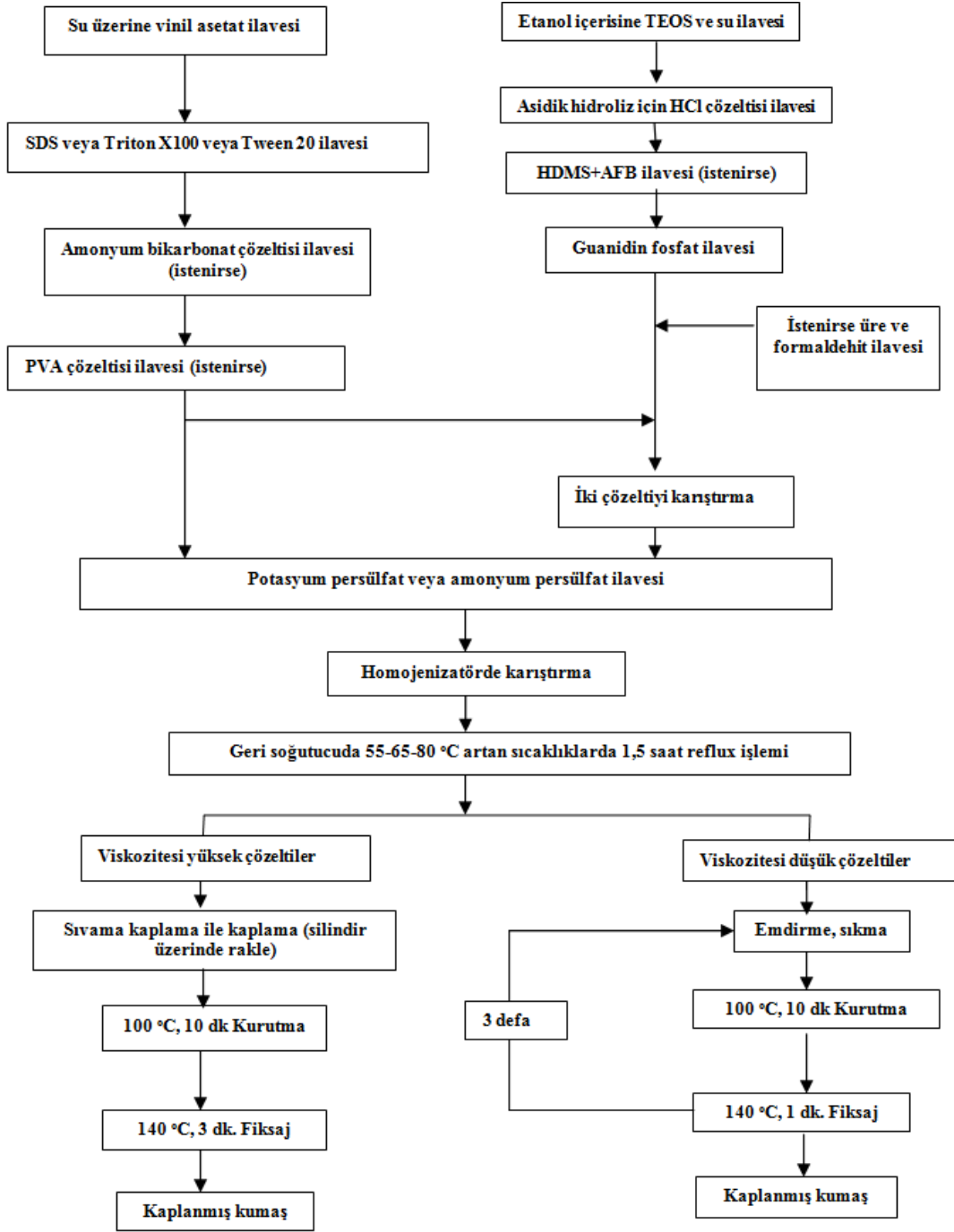
Vinil asetat monomeri su içerisine ilave edilmiştir. Daha sonra yüzey aktif madde olarak sodyum dodesil sülfat (anyonik) (SDS), Triton X100 (noniyonik) ve Tween 20 (noniyonik) çözeltiye ilave edilmiştir. Daha sonra istenilen pH olarak sodyum sitrat ile pH tamponlayıcı madde olarak amonyum bikarbonat çözeltisi ve koruyucu kolloid olarak polivinil alkol çözeltisi ilave edilmiştir. Daha sonra reaksiyon başlatıcı olarak potasyum persülfat veya amonyum persülfat ilave edilmiştir. Nanosol çözeltileri suya emulsiyon katkıcı maddeleri ve güç tutuculuk katkıcı maddeleri ilave ve ilavesiz ayrı ayrı olarak hazırlanmıştır. Bu iki çözelti birleştirilmiştir ve homojenizatörde karıştırılmış ve 55-65-80 °C artan sıcaklıklarda geri soğutucuda 1,5 saat reflux işlemi yapılmıştır. Viskozitesi düşük olan çözeltiler emdirme-sıkma ve 100 °C 10 dk. kurutma ve 140 °C 1 dk. fiksaj işlemlerine (3 defa) maruz bırakılmıştır. Ön denemeler sonucunda 160 °C'de kumalarda yüksek oranda sararma görüldüğü için fiksaj sıcaklığı 140 °C olarak değiştirilmiştir. Viskozitesi yüksek olan çözeltiler ile sıvama kaplama yöntemi ile kaplanmıştır ve 100 °C'de 10 dk. kurutulmuştur, 140 °C'de 3 dk. fiksaj yapılmıştır.

Reçete 1 kullanarak vinil asetat polimeri başarıyla üretilmiştir. Fakat kaplanan kumalarda sararma gözlemlendiği için potasyum persülfat yerine amonyum persülfat kullanarak ve ilave olarak pH tamponlayıcı olarak amonyum bikarbonat çözeltisi ve koruyucu kolloid olarak PVA çözeltisi kullanarak Reçete 2, 3 ve 4 ile çalışılmıştır. Fakat işlem gören kumaların sararması önlenememiştir. Dolayısıyla fiksaj sıcaklığı 160 °C'den 140 °C'ye değiştirilmiştir. Fiksaj sıcaklığı değiştirilmediği takdirde işlem gören kumaların sararması önlenememiştir. Daha sonra vinil asetat çözeltileri içerisinde silane esaslı nanosol çözeltileri ilave edilerek denemeler yapılmıştır. Fakat yüzey aktif madde olarak SDS kullanıldığında (Reçete 5 ve 6) kaplanan kumaların yüzeyinde bölgesel lekelenmeler şeklinde düzensiz bir kaplama elde edilmiştir. Dolayısıyla yüzey aktif madde olarak Triton X100 ve Tween 20 ile ve yüzey aktif madde kullanılmadan denemeler (Reçete 7, 8 ve 9) yapılmıştır. Yüzey aktif madde olarak Tween 20 kullanıldığında (Reçete 9) yüzeyde homojen bir kaplama üretilebilmiştir. Dolayısıyla nanosol ilavesi olmadan yüzey aktif madde olarak Tween 20 kullanılarak vinil asetat polimeri üretimi (Reçete 10) denenmiştir. Reçete 9 ve 10

ile ba ar² bir ekilde kaplama gerekle tirildi i iin su-ya iticilik maddeleri ve gu tutu urluk maddeleri katk² (Reete 13, 14, 15) (G49-G55) nanosoller ile vinil asetat monomeri özeltisi kombine edilerek denemeler gerekle tirilmi tir. Üretilen kuma lar²n foto raflar² ekil 2.7de verilmi tir.



ekil 2.7 (a) G49, (b) G50 ve (c) G51 reeteleri uygulanan kuma lar²n görüntüleri



ekil 2.8 Emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile nanosol katkı ve katkısiz vinil asetat polimeri üretimi için işlem akışı

Tablo 2.6 Su-ya itici ve güç tutu ur kuma üretilimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 1

Kimyasal maddeler	G1	G2	G3	G4	G5	G6	G7	G8	G9	G10	G11	G12	G13	G14	G15
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	-	35 ml
HCl (0,01 N)	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml
Ruco Guard AFB Conc (AFB)	-	-	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	-	-	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	-	-	-	-
Dynasylan 9116 (HDMS)	-	-	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	-	-	4 ml	4 ml	-	-	-	-
H ₃ PO ₄ (FA)	-	-	-	-	-	-	-	0,8 ml	0,8 ml	0,8 ml	0,8 ml	-	-	-	-
Guanidin fosfat (GF)	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	5,82 gr	5,82 gr	-	-	-	-	-	-	-	-
Amonyum Hidrojen Fosfat (AHF)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,611 gr	-	-	-
Sodyum Hekzametafosfat (SHF)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,503 gr	-	-
Trifenil Fosfat (TF)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,537 gr	-
Disodyum hidrojen fosfat (DHF)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,239 gr
Üre	-	-	-	-	-	2,22 gr	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Melamin	-	-	-	-	-	-	4,67 gr	-	-	-	-	-	-	-	-
AC 105 (AC)	-	100 gr	-	100 gr	100 gr	-	-	-	100 gr	-	100 gr	-	-	-	-
Ruco Coat FX 8000 (FX)	-	20 gr	-	20 gr	20 gr	-	-	-	20 gr	-	20 gr	-	-	-	-

Tablo 2.7 Su-ya itici ve güç tutu ur kuma üretilimi için kullanlacak çözeltilerin hazrlanmas için reçeteler 2

Kimyasal maddeler	G16	G17	G18	G19	G20	G21	G22	G23	G24	G25	G26	G27	G28	G29	G30
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml
HCl (0,01 N)	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml
Ruco Guard AFB Conc (AFB)	0,575 gr (5 gr/l)	-	0,575 gr (5 gr/l)	-	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	-	-	0,575 gr (5 gr/l)	-	-	-	-	-	-
Dynasylan 9116 (HDMS)	4 ml	-	4 ml	-	4 ml	4 ml	-	-	4 ml	-	-	-	-	-	-
Guanidin fosfat (GF)	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	11,64 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	5,82 gr
Üre	-	-	-	-	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	-	-	-	-	2,22 gr	2,22 gr	-	2,22 gr
AC 105 (AC)	-	-	-	-	100 gr	-	-	-	-	100 gr	-	100 gr	-	-	-
Ruco Coat FX 8000 (FX)	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	-	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	-	-
Ruco Coat VA 7110	100 gr	-	100 gr	-	-	100 gr	-	100 gr	-	-	100 gr	-	100 gr	-	-
Ruco Coat PU 1110	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Ruco Coat FC 9005	-	100 gr	-	100 gr	-	-	100 gr	-	-	-	-	-	-	-	-

Tablo 2.8 Su-kir-ya itici ve güç tutu ur kuma üretilimi için kullanlacak çözeltilerin hazrlanmas için reçeteler 3

Kimyasal maddeler	G31	G32	G33	G34	G35	G36	G37	G38	G39	G40	G41	G42
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml
HCl (0,01 N)	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml
Ruco Guard AFB Conc (AFB)				0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)
Dynasylan 9116 (HDMS)				4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml
Antimon asetat	11,07 gr			11,07 gr			11,07 gr	11,07 gr				
Çinko asetat	-	8,38 gr		-	8,38 gr		-	-	8,38 gr	8,38 gr		
Borik asit	-		2,29 gr	-		2,29 gr	-	-			2,29 gr	2,29 gr
AC 105 (AC)	-						100 gr		100 gr		100 gr	
Ruco Coat FX 8000 (FX)							20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr
Ruco Coat VA 7110								100 gr		100 gr		100 gr

Tablo 2.9 Su-ya itici ve güç tutu ur kuma üretilimi için kullanılacak çözeltilerin hazırlanması için reçeteler 4

Kimyasal maddeler	G43	G44	G45	G46	G47	G48	G48-2	G48-3	G49	G50	G51	G52	G53	G54	G55
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml		11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml		50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml		35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml
HCl (0,01 N)	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml		15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml
Ruco Guard AFB Conc (AFB)		0,575 gr (5 gr/l)			0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)			0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)
Dynasylan 9116 (HDMS)		4 ml			4 ml	4 ml	4 ml	4 ml			4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml
Guanidin fosfat	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	11,64 gr		5,82 gr	5,82 gr	5,82 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr
Üre	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr	2,22 gr				2,22 gr			2,22 gr
Formaldehit	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml	5,54 ml							5,54 ml
AC 105 (AC)			100 gr		100 gr										
Ruco Coat FX 8000 (FX)			20 gr	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr						20 gr		
Ruco Coat VA 7110				100 gr		100 gr	100 gr	100 gr							
Vinil asetat									40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml
Su									40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml	40 ml
Tween 20									4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml	4 ml
Potasyum persülfat									0,4 gr	0,4 gr	0,4 gr	0,4 gr	0,4 gr	0,4 gr	0,4 gr

Tablo 2.10 Emülsiyon polimerizasyon yöntemi kullanarak nanosol katkı,1, vinil asetat polimeri üretimi için kullanılacak reçeteler

Kimyasal madde/Reçeteler	1	2	3	4	5	6	7	8	9 (G50)	10 (G49)	12 (G51)	13 (G52)	14
TEOS (ml)					11	11	11	11	11		11	11	11
Etanol (ml)					50	85	50	50	50		50	50	50
H ₂ O (ml)					35		35	35	35		35	35	35
HCl (0,01 N) (ml)					15	15	15	15	15		15	15	15
Ruco Guard AFB Conc (AFB) (gr)											0,575	0,575	0,575
Dynasylan 9116 (HDMS) (ml)											4	4	4
Guanidin fosfat (gr)					5,82	5,82	5,82	5,82	5,82		5,82	5,82	5,82
Üre (gr)												2,22	2,22
Formaldehit (ml)													5,54
Vinil asetat (ml)	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Su (ml)	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Sodyum dodesil sülfat (SDS) (ml)	2	2	2	2	2	2							
Triton X100 (ml)							0,4						
Tween 20 (ml)									4	4	4	4	4
Potasyum persülfat (gr)	0,4		0,4			0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Amonyum persülfat		0,4		0,4	0,4								
Amonyum bikarbonat (%2)(ml)			0,25	0,25									
Polivinil alkol (%6) (ml)			0,5	0,5									
Aplikasyon yöntemi	E*	E*	E*	E*	E*	E*	E*	E*	S**	S**	S**	S**	S**

E: Emdirme-kurutma- fiksaj
S: S,vama Kaplama

2.3 De erlendirmede Kullanılan Test Yöntemleri

Kaplanan kuma ların tekstil özelliklerinin belirlenmesi için çe itli testler yapılmıştır. Kuma lara kütleli artı de erlerinin hesaplanması, beyazlık ve sarılık de erleri, yırtılma mukavemeti, e ilme uzunluğu, buru mazlık açış de erleri, püskürtme su iticilik testi ve ya iticilik testi yapılmıştır.

2.3.1 Kütleli Artı De erlerinin Ölçümü

Kaplanan kuma lar 105 °C'de 5 saat etüvde (Binder, Binder GmbH Berstr, Tuttlingen, Germany) bekletilip, desikatörde 1 saat bekletilerek sabit a rlık a getirildikten sonra hassas terazi (Radwag, Wagi Elektroniczne, Polonya) ile tartım yapılmıştır ve ilk a rlıklarına (formül 1) göre kütleli artı de erleri elde edilmiştir.

Formül 1: $W_{art} (\%) = [(W_2 - W_1) / W_1] \times 100$

W_1 : Malzemenin kaplamadan önceki a rlık

W_2 : Malzemenin kaplamadan sonraki a rlık

W_{art} : Malzemenin kütleli artı de eri

2.3.2 Viskozite Ölçümü

Sol çözeltilerinin viskozite ölçümleri Brookfield DV-RV III Ultra Marka Reometre (Ball Bearing) (Brookfield Engineering Laboratories, Middleboro, USA) kullanarak ULA adaptör ve spindle ile ve SSA adapter ve uygun spindle ile 50 rpm'de viskozite ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca 5-100 rpm aralığında 5 rpm artı larla makaslama hızı viskozite de i imleri analiz edilmiştir.

2.3.3 pH Ölçümü

Çözeltilerin pH değeri pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanarak ölçülmüştür.

2.3.4 Su iticilik De erlerinin Ölçümü

Kaplanmayan ve kaplanan kuma ların su iticilik özellikleri su iticilik test cihazı kullanılarak (Etki Ltd. ti, stanbul, Turkey) AATCC test metot 22-Sprey test standardına uygun olarak belirlenmiştir.

2.3.5 Ya iticilik De erlerinin Ölçümü

Ya iticilik de erleri Nujol (Alfa Aesar, Germany), n-hekzadekan (99%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany), n-tetradekan, (99%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany), n-dodekan (99+%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany), n-dekan (99%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany), n-oktan (98+%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany), n-heptan (99%, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}_3$, Alfa Aesar, Germany) gibi çe itli hidrokarbon bile ikleri kullanarak AATCC test metot 118 standardına göre yapılmıştır.

2.3.6 Temas Açısı Ölçümü

Kuma ların temas açısı KSV CAM 100 Instrument Contact Angle Goniometer kullanılarak belirlenmiştir.

2.3.7 Su Buharı Geçirgenliği Ölçümü

Kuma ların su buharı geçirgenliği su buharı geçirgenliği test cihazında (SDL Int. Ltd., England) BS7209 standardına uygun olarak tespit edilmiştir.

Test kabına belirli miktarda damlatık su konular, kontrollü atmosfer koşullarında üzeri kuma örne i ile standartta belirtilen şekilde kapatılır. Olu turulan düzenek tartılır ve cihaza yerleştirilir, 5 saat sonrasında tekrar tartım yapılır. Denklem 1'e göre su buharı geçirgenlik de eri hesaplanır.

Denklem 1:

$$WVP = \frac{24M}{At}$$

M= t süresinde düzene in kütlesindeki kayıp (g).

t= düzene in tartımlar arasındaki süre

A= Test edilen örneğin alanı (test kabının iç alanı (m²)). Bu cihaz için, A = 0.0054113m².

Su buharı geçirgenlik indeksi benzer şekilde test edilen referans kumaşın su buharı geçirgenlik yüzdesine göre kumaş örneklerinin su buharı geçirgenlikleri göz önüne alınarak Denklem 2'ye göre hesaplanır.

Denklem 2 :

$$L = \left(\frac{(WVP)_{\text{test}}}{(WVP)_{\text{ref}}} \right) \times 100$$

(WVP)_{test} = Test edilen kumaşın ortalama su buharı geçirgenliği

(WVP)_{ref} = Referans kumaşın su buharı geçirgenliği

2.3.8 Dikey Güç Tuturluk Testi

İçerik gören ve görmeyen kumaş örneklerinin 1 evsel yıkamadan önce ve sonra TS 5569 EN ISO 6941 standardına göre dikey güç tuturluk test cihazı ile çözümlü yönünde alev yayılma süreleri test edilmiştir.

2.3.9 Limit Oksijen İndeksi (LOI) Ölçümü

Kumaşların Limit Oksijen İndeksi değerleri LOI ölçüm cihazı (Qualitest Inc., North America) kullanarak ASTM D2863'e göre tespit edilmiştir.

2.3.10 Yıkama Dayanımı Ölçümü

İçerik gören kumaşların yıkama dayanımı BS EN ISO 105- C06- A1S standardına göre (bilyesiz) Rotawash yıkama makinesi (Etki Ltd. İstanbul, Turkey) kullanarak test edilmiştir. Yıkama işlemi 5 defa tekrarlanmıştır. Dikey güç tuturluk testine göre kumaş örneklerinin yıkama dayanımlarının test edilmesinde Wascator Yıkama

makinesi (FOM71CLS, Electrolux Laundry Systems, Ljungby, Sweden) kullanarak TS 5720 EN ISO 6330 standardındaki 5A programına göre 1 evsel yıkama yapılmıştır.

2.3.11 Beyazlık Derecesi ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü

Kaplanmayan ve kaplanan kumaşların beyazlık (CIE Whiteness ve Stencbyçe göre) ve sarılık değerleri (ASTM E313çe göre) spektrofotometre (Datacolor 600, Datacolor Applied Color Systems, Inc., USA) kullanarak UV-included, Spec excluded, USAV modunda, örnekler 4 kat katlanarak sarılık değeri ölçümü için C lambası 10° bakış açısında, beyazlık değeri ölçümü için D65 lambası 10° bakış açısında ölçülmüştür.

2.3.12 Buru Mazlık Açısı Ölçümü

Kaplanmayan ve kaplanan kumaşların buru mazlık açısı değeri buru mazlık açısı ölçüm cihazı (Crease Recovery Tester, SDL Atlas Textile Testing Solutions, England) kullanarak AATCC Test Metot 66 standardına göre ölçülmüştür.

2.3.13 E ilme Uzunluğu Ölçümü

E ilme uzunluğu değerleri (Shirley Stiffness Tester, SDL Atlas Textile Testing Solutions, England) kullanarak BS 3356, 1992 standardına göre tespit edilmiştir.

2.3.14 Kopma Mukavemeti ve Uzama Değerleri Ölçümü

Kaplanmayan ve kaplanan kumaşların kopma mukavemeti ve uzama (%) değerleri kopma mukavemeti test cihazı (H10KT, Tinius Olsen Ltd., SDL Atlas, UK) kullanarak ASTM D5035, 1995 standardına göre tespit edilmiştir.

2.3.15 Yirtılma Mukavemeti Ölçümü

Kaplanan ve kaplanmayan kumaların yırtılma mukavemeti Elmatear marka dijital yırtılma test cihazı (James H. Heal Co. Ltd. Halifax, England) kullanarak ASTM D5035, 1995 standardına göre ölçülmü tür.

2.3.16 Tarama Elektron Mikroskobu ile Yapısal Analiz

JEOL JSM 6060 marka tarama elektron mikroskobu (JEOL Ltd., Tokyo, Japan) kullanarak 3 kV'da X2000 ve X1000 büyütme ile kuma numunelerinin yüzey görüntüleri alınmıştır.

2.3.17 Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopi ile (FTIR-ATR) Yapısal Analiz

FTIR-ATR (PerkinElmer Inc., Beaconsfields UK) spektroskopi cihazı ile kaplanan kuma örneklerinin absorpsiyon spektralleri 4000-650 cm^{-1} aralığında oda sıcaklığında ölçülmü tür.

2.3.18 X-ışınları Difraktometresi ile (XRD) Yapısal Analizi

Kaplanan kuma örneklerinin faz analizi X-ışınları difraktometresini (Rigaku D Max-2200/PC, Rigaku Corp., Tokyo, Japan) kullanarak 40 kV ve 36 mA koşullarında Cu K α ışını ile (dalga uzunluğu = 0.15418 nm) 4°/dk tarama hızıyla 2θ modunda ölçülmü tür.

2.3.19 Diferansiyel Termal Analiz ve Termogravimetrik Analiz (DTA-TG)

DTG-60H marka DTA-TG makinesi (DTG-60H, Shimadzu, Kyoto, Japan) kullanarak mekanik öğütme makinesi ile öğütülen kuma tozlarının özellikleri belirlenmiştir.

BÖLÜM 3

ARA TIRMA SONUÇLARI VE TARTI MA

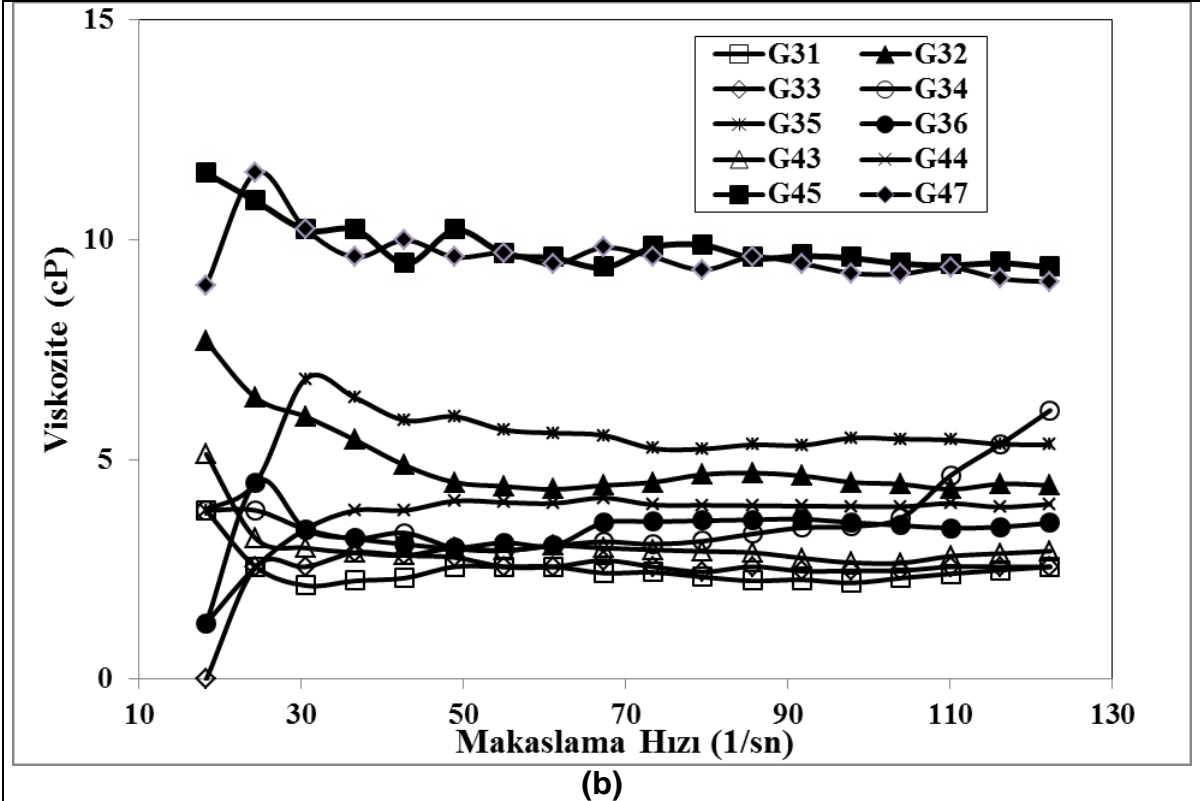
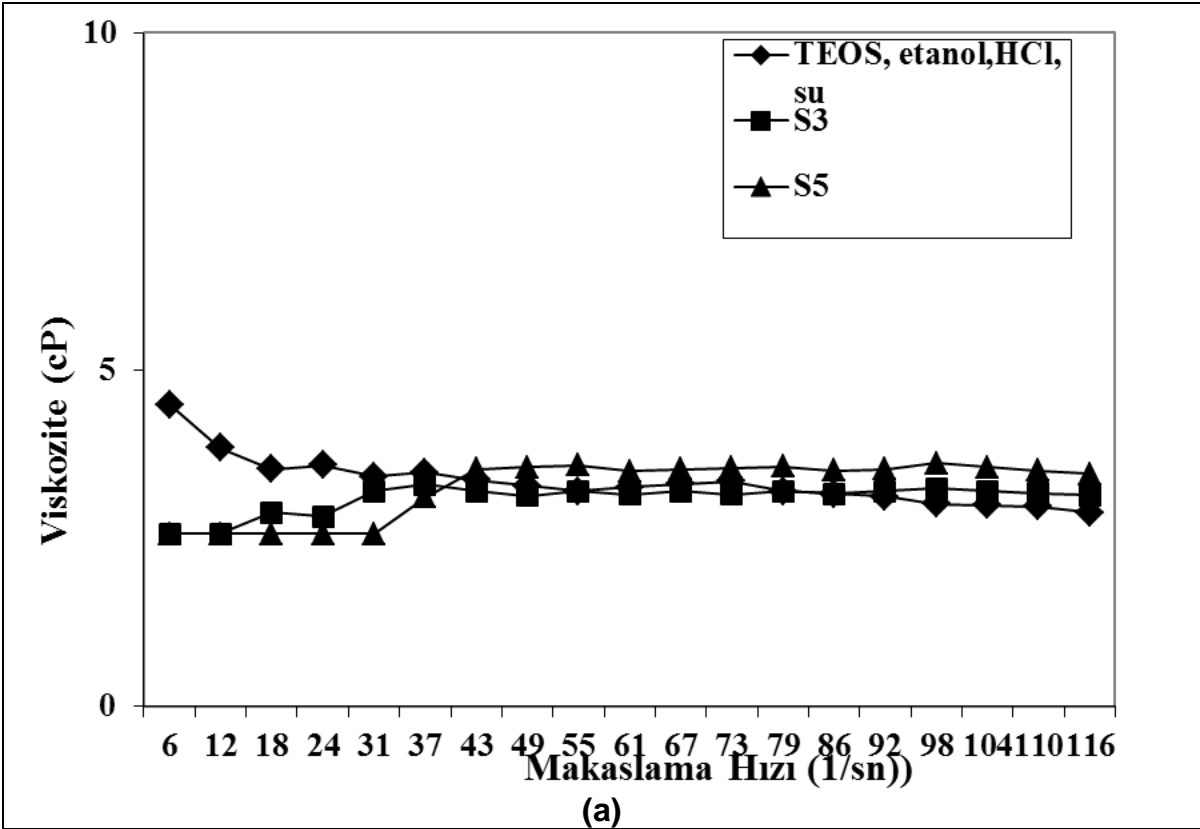
3. 1 Çözeltilerin pH De erleri

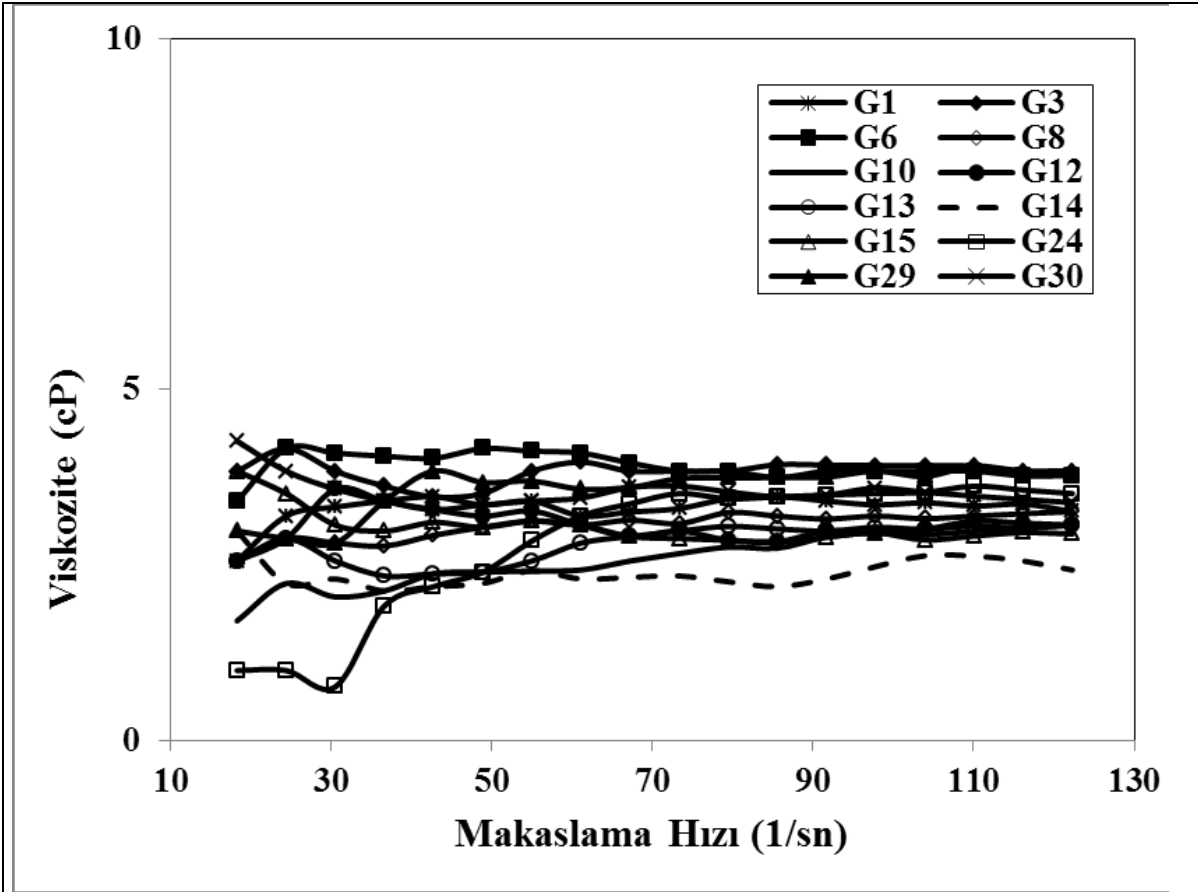
Çözeltilerin (S1-S16) pH de erleri Tablo 3.1de verilmi tir. Asidik nanosollerin pH de erleri 2,5-3,6 arasnda de i irken, bazik nanosollerin pH de erleri 9,5-10,6 arasnda de i mi tir. Konvansiyonel reçetelere göre hazrlanan çözeltilerin pH 4.7dir. Tablo 3.1de verilen sonuçlara göre, nanosollerin pH de erleri bu nanosoller ile muamele edilen kuma örneklerinin kütlelel artı , e ilme uzunlu u, kopma mukavemeti ve yırtılma mukavemeti özelliklerini önemli miktarda etkilerken; kuma örneklerinin buru mazlık dayanım, beyazlık ve sarılık indeksi, ya iticilik ve su buharı geçirgenlik özelliklerini etkilememi tir. Bazik ko ullarda ba latıcı madde olarak TDFEOS içeren S6 reçetesi ile i lem gören kuma örnekleri yüksek temas açısına de erine sahipken, asidik ko ullarda ba latıcı madde olarak HDMS içeren S3 reçetesi ile i lem gören kuma örnekleri yüksek temas açısına sahip oldu u bulunmu tur.

Çözeltisinin pH de eri, jelasyon prosesi sırasında jelin polimerik üç boyutlu a olu umunu etkileyen ve çözeltinin hazırlanması esnasında gözönüne alınması gereken önemli bir faktördür. Bazik ko ullarda ayrı ayrı kümelenmeler meydana gelirken, asidik ko ullarda dallanmış bir yapı olu turulur [BRINKER ve Scherer, 1990]. Asidik ko ullar altında hidrolize olan nanosoller, kaplamadan sonra daha yo un tabaka yapısıyla zayıf olarak çapraz ba lanan kondenzasyon ürünleri ile sonuçlanırken, bazik ko ullar altında katalize olan sollar daha büyük gözenekler ile partikül agregatları olu turmaya e ilimlidir [BRINKER ve Scherer, 1990a; MAHLTIG ve Textor, 2008].

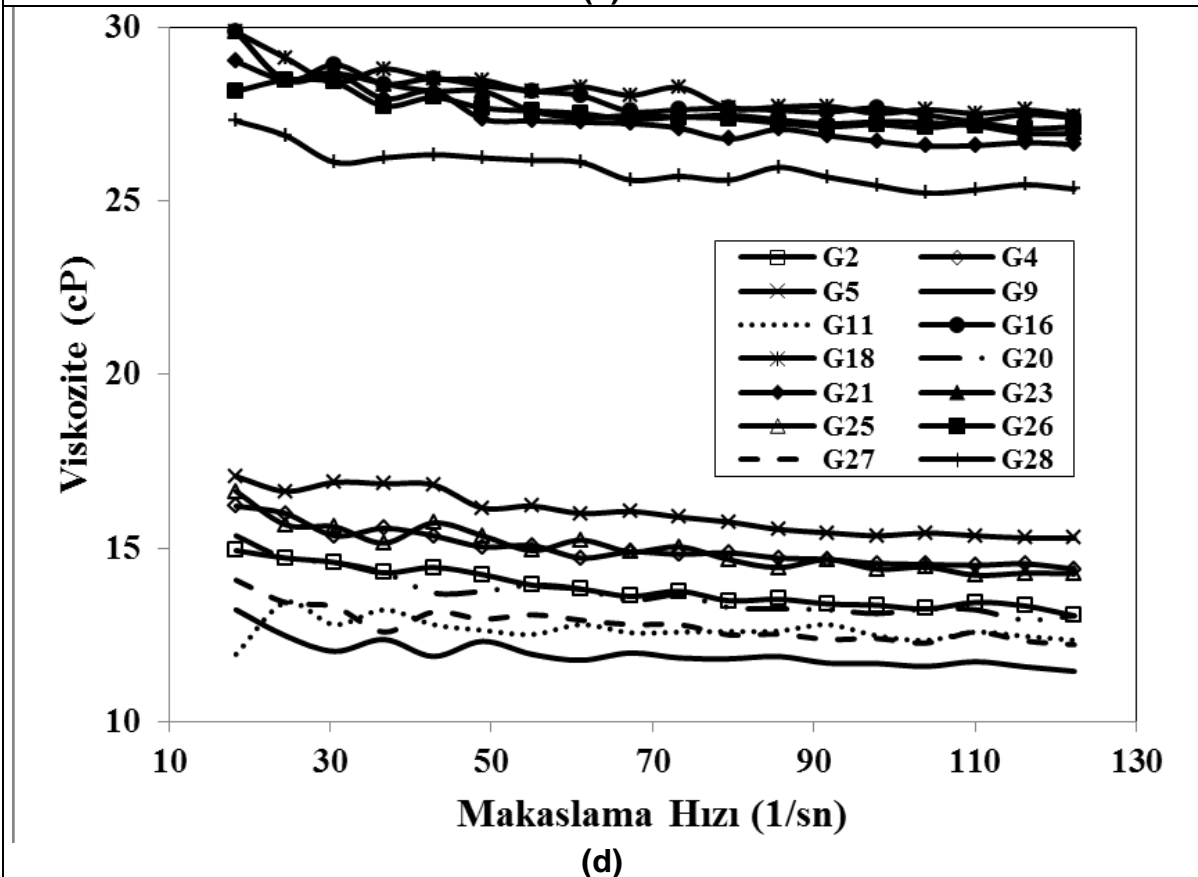
3.2 Nanosollerin, Polimerlerin ve Hibrid Malzemelerin Viskozite Sonuçları

Ekil 3.1'deki viskozite grafiklerine göre üretilen çözeltilerin **newtonian özellik** gösterdiği, makaslama h^2z^2 ve rpm bağı olarak malzemelerin viskozitelerinin de lineer olarak gözlenmiştir. Ayrıca kör çözelti, S3 ve S5 reçeteleri ile hazırlanan nanosollerin viskozite değerlerinin yaklaşık olarak 3 cP olduğu belirlenmiştir (ekil 3.1 a). G1, G3, G6, G8, G10, G12, G13, G14, G15, G24, G29, G30 ve G31, G32, G33, G34, G35, G36, G43, G44 çözeltileri 2-5 cP arasında de lineer viskozite değerleri vermiştir (ekil 3.1 b, c) ve bu çözeltiler de **newtonian özellik** göstermiştir. G2, G4, G5, G9, G11, G20, G25, G27, G37, G39, G41, G45, G47 (ekil 3.1 b, d) çözeltilerinin viskozitesi ise 10-17 cP arasında; G38, G40, G42, G46, G48, G48 (2), G49 çözeltilerinin viskoziteleri 19-39 cP (ekil 3.1 e, f) de lineer değildir ve bu çözeltiler de **newtonian özellik** göstermiştir. G7 çözeltisinin içerisindeki melaminin tam olarak çözünmemesi nedeniyle viskozite grafiğinde viskozite değerlerinin makaslama h^2z^2 na bağı olarak dalgalanma gösterdiği bulunmuştur. G17, G19 ve G22 çözeltileri ise 32-41 cP aralığında viskozite değerleri gösterirken makaslama h^2z^2 na bağı olarak bu çözeltilerin viskozite değerlerinin düz olarak gözlenmiştir (ekil 3.1 g). Dolayısıyla Ruco Coat FC 9005 içeren bu çözeltiler **non-newtonian özellik** göstermektedir. G50, G51, G52, G53, G54 ve G55 çözeltilerinin de viskozite değerleri makaslama h^2z^2 na bağı olarak düz değildir (ekil 3.1 f). Bu çözeltilerin viskozite değerleri de 101-477 cP arasında de lineer değildir. Vinil asetat monomerinden emülsiyon polimerizasyonu ile ve nanosollerin kombinasyonu ile hazırlanan hibrid polimerik malzemelerin viskozite aralığında ticari polivinil asetat polimerinin viskozitesine (K6- 245 cP) yakın bir değere sahip olduğu bulunmuştur (ekil 3.1 i). Diğer ticari polimerlerden ise poliüretan esaslı polimer (Ruco Coat PU 1110) içeren K7 çözeltisi en yüksek viskozite değerini (1830 cP) vermiştir (ekil 3.1 j) ve **non-newtonian özellik** gösterirken, akrilat (K5) ve florkarbon (K8) esaslı polimerler ise sırasıyla 68 ve 18 cP viskozite ve **newtonian özellik** göstermiştir (ekil 3.1 i).

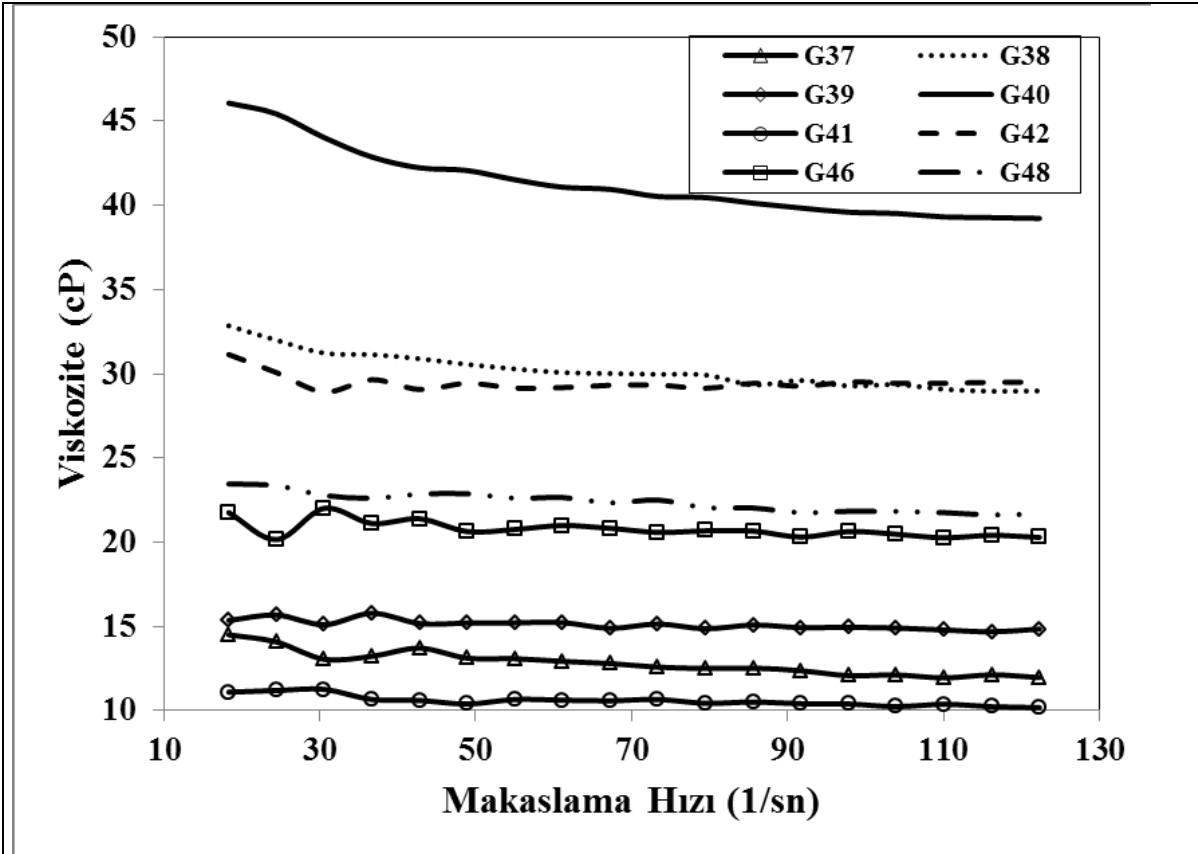




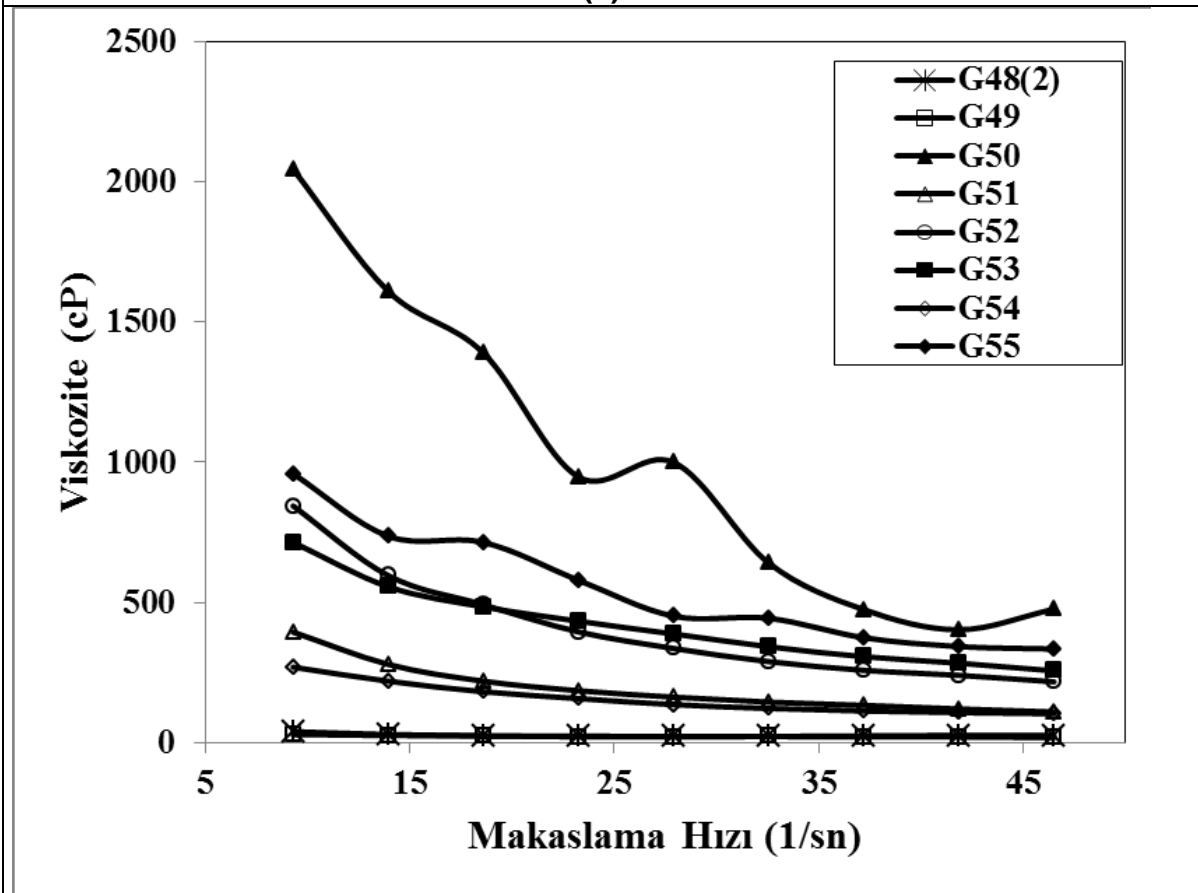
(c)



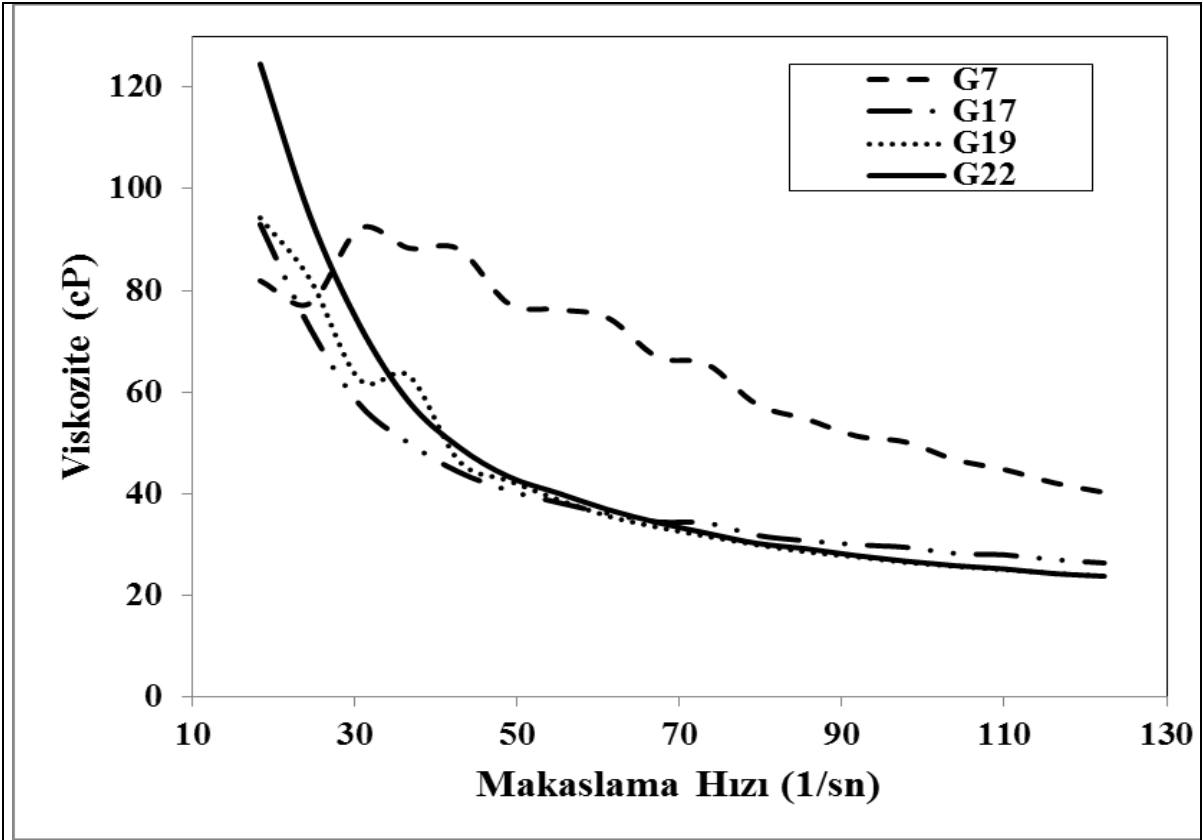
(d)



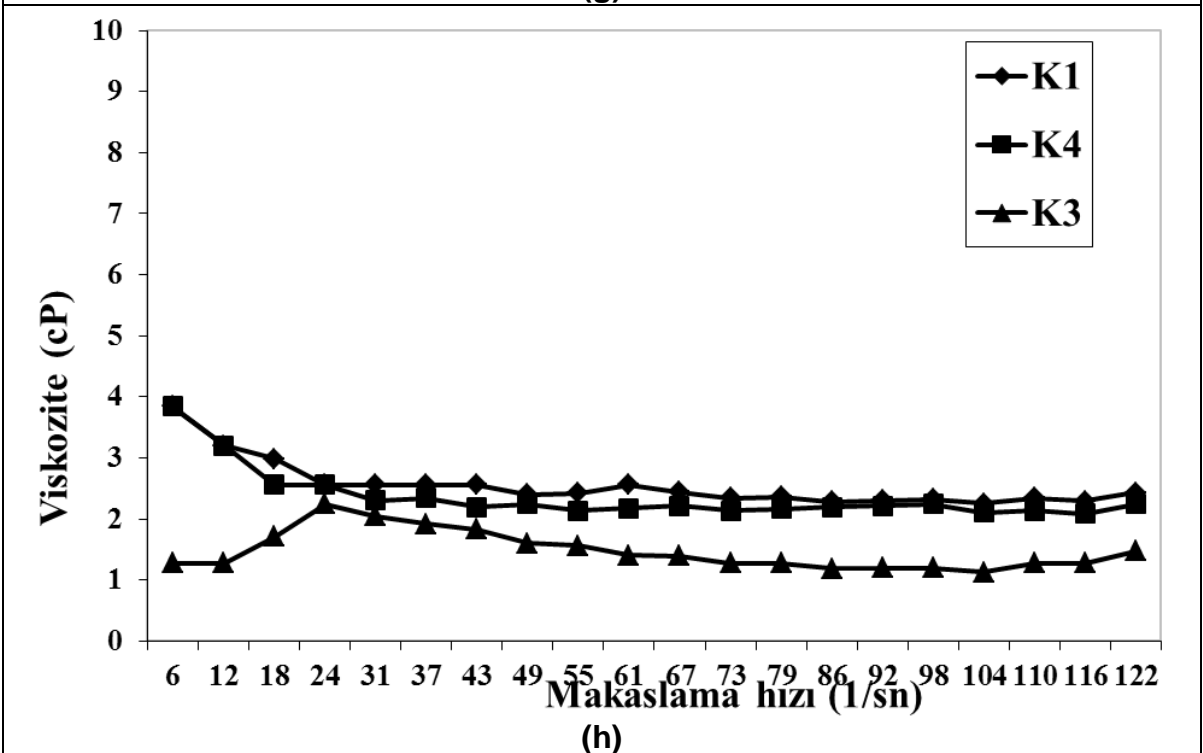
(e)



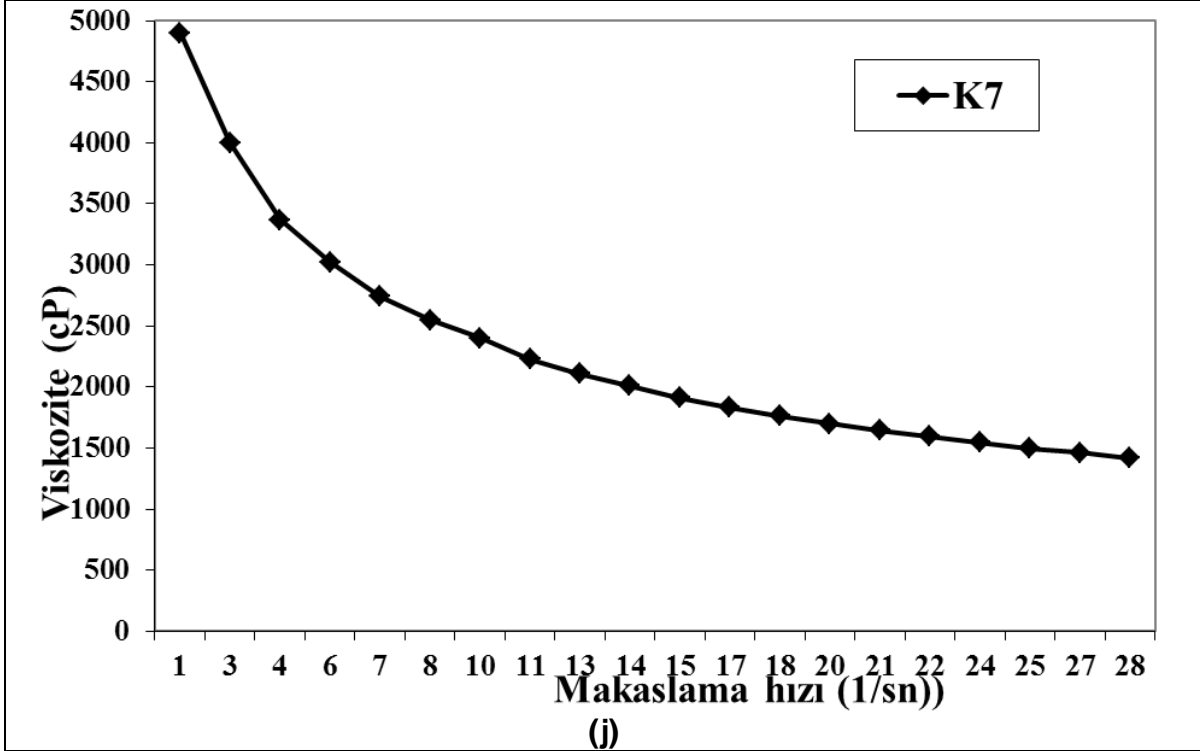
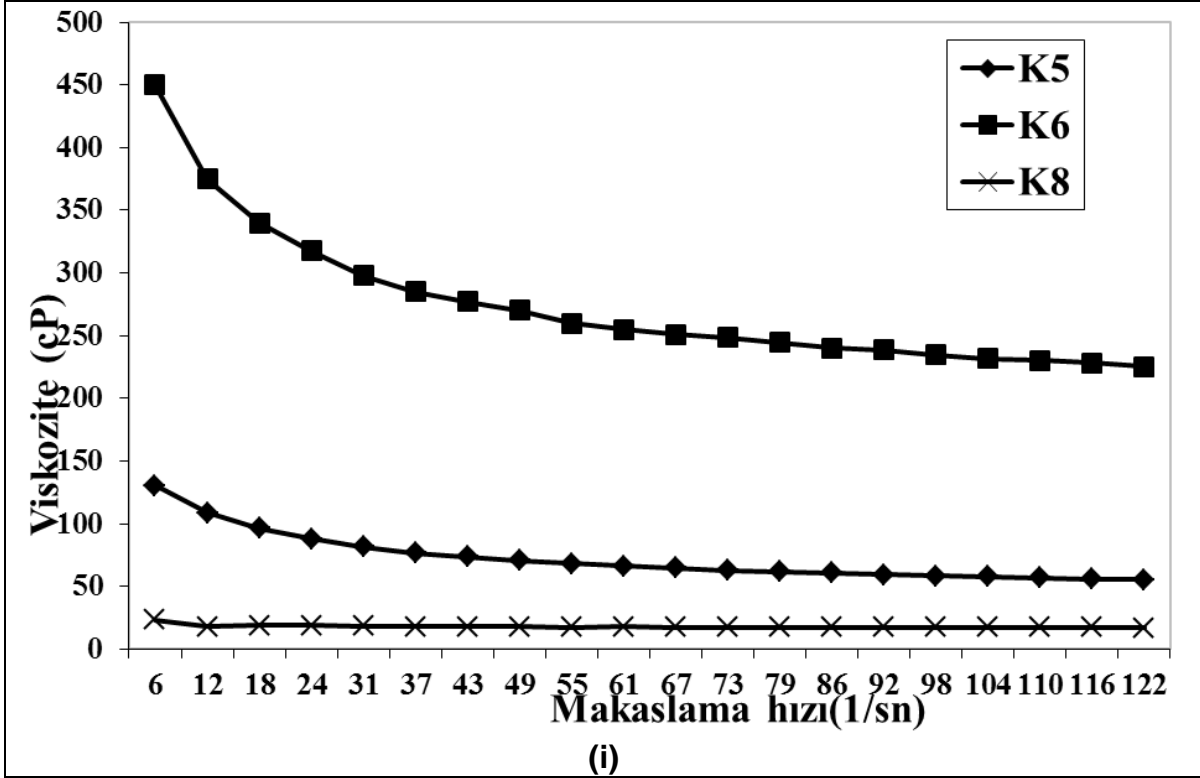
(f)



(g)



(h)



ekil 3.1 Nanosol reçetelerini, konvansiyonel su-ya iticilik ve güç tutu urluk reçeteleri ve konvansiyonel polimer reçetelerinin viskozite grafikleri

3.3 Kütlesel Artı Sonuçları

Kaplama işlemi yapıldıktan sonra tüm kumaların kütleleri artmıştır. Özellikle asidik kumalarda işlem yapılan kumalarda kütle artışı de erleri yüksek olarak bulunurken, bazik kumalarda işlem yapılan kumalarda kütle artışı de erleri düşük (%0 ve 0,39) olarak bulunmuştur. Konvansiyonel su-yatıcılık işlemine (Konv.) göre de işlem yapılan kumalarda % 0,28 gibi düşük bir de erde kütle artışı de eri elde edilmiştir. Asidik kumalarda işlem yapılan kumalarda ise S3 reçetesine göre işlem gören kumada % 14,37 kütle artışı elde edilirken, modifiye edilen nanosollerde en yüksek kütle artışı de eri (%18,17) GLYEO bazlı çözelti (S16) ile işlem gören kumalarda gözlenmiştir. Bunun GLYEO bazlı çözeltinin yüksek çapraz bağlama özelliğinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Tablo 3.1). Özel su iticilik bitim işlemleri 1de sırasıyla S18a, S19a, S19b, S17a ve S20a ile (sırasıyla %10.63, %10.24, %8.78, %8.53, %7.69) yüksek kütle artışı de erleri elde edilmiştir (Tablo 3.2). Özel su iticilik bitim işlemleri 2de kütle artışı de erleri %12.61, %11.11 ve %7.56 olarak sırasıyla S24, S22 ve S23 reçeteleri ile elde edilmiştir (Tablo 3.2, ekil 3.2a).

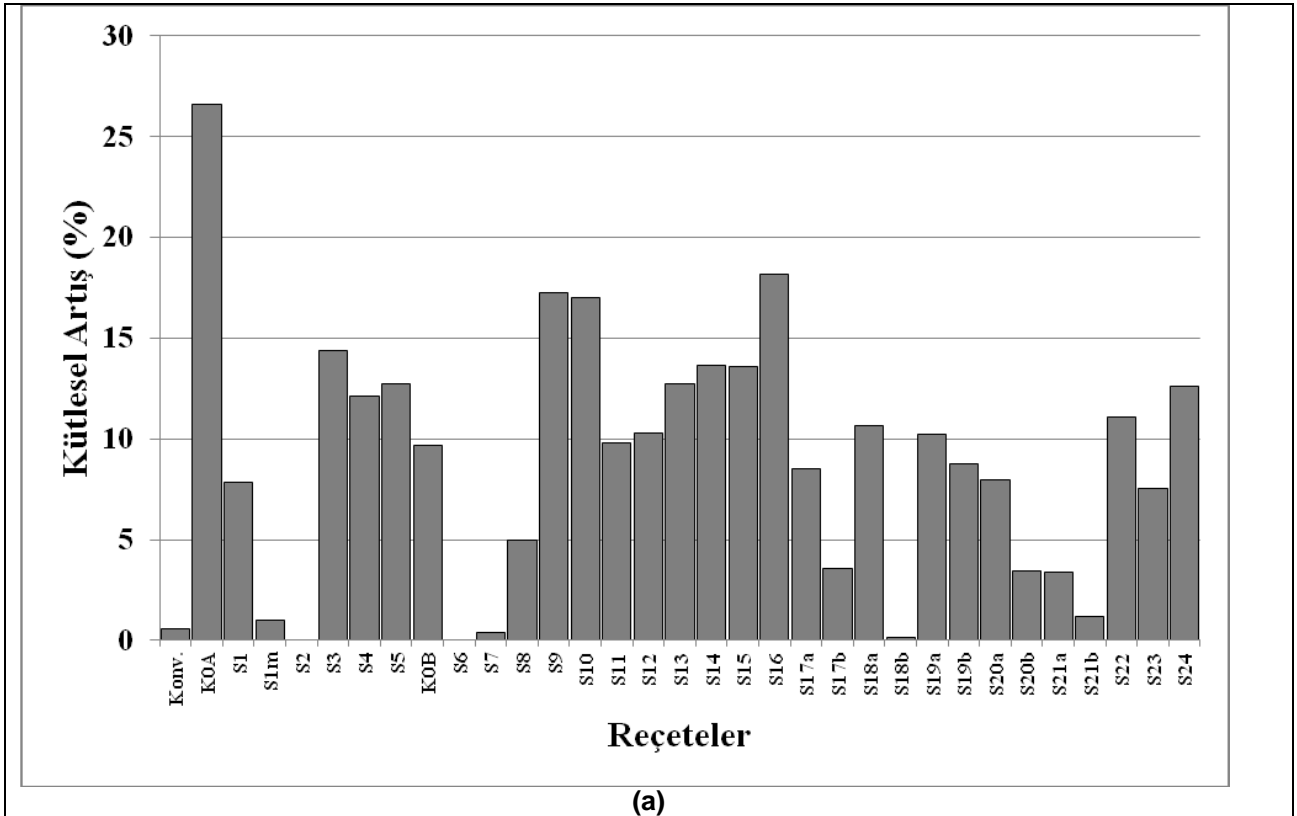
VTEO, FES, ZrA, TIPT, AMMO ve GLYEO katkı nanosoller (S10, S11,S12,S13,S14,S16) ile kaplanan kumalarda en yüksek kütle artışı de erleri S10 ve S16 reçeteleri ile işlem gören kumalarda (sırasıyla %17,02 ve %18,17; VTEO ve GLYEO katkı) gözlenirken, en düşük kütle artışı ise S11 reçetesi ile işlem gören kumada (%9,79, FES katkı) gözlenmiştir.

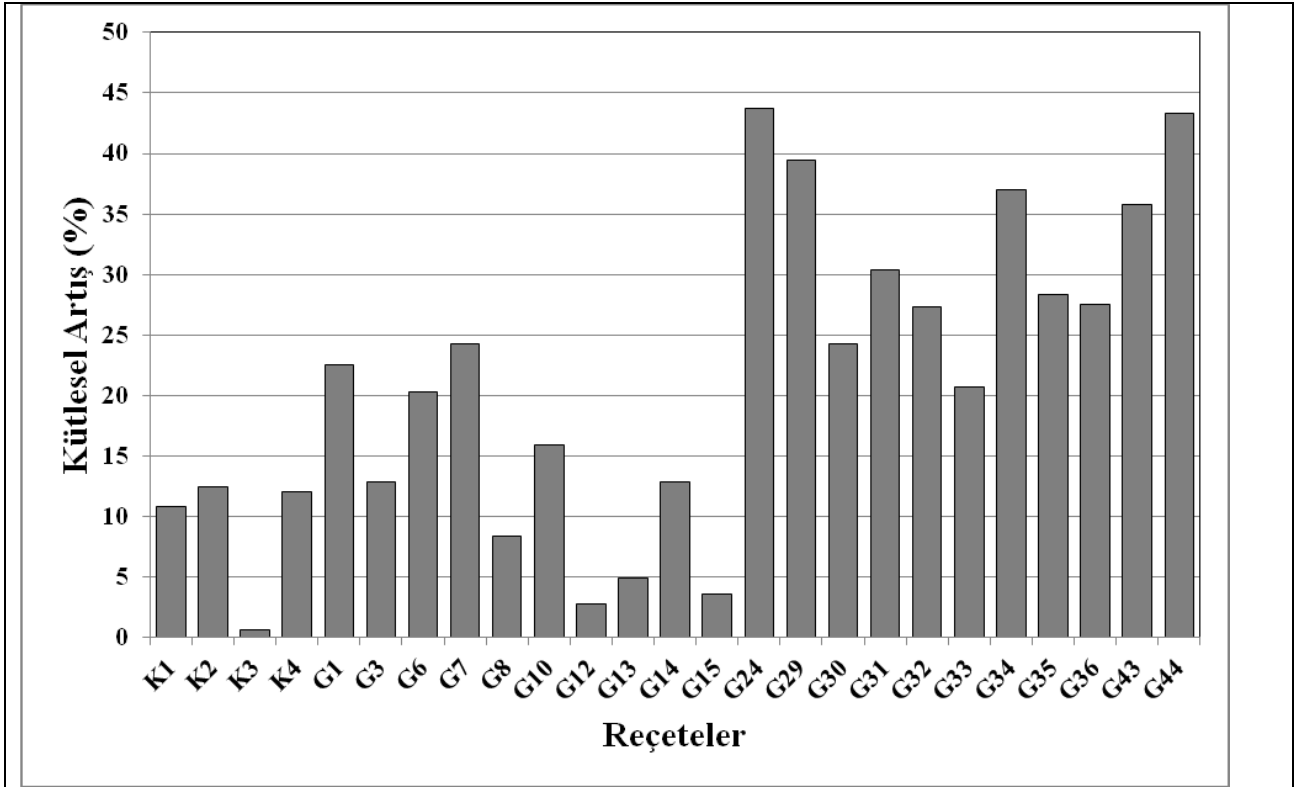
Güç tuturluk ve su-yatıcılık kombine proseslerde ise polimer ilavesi olan ve polimer ilavesi olmayan reçeteler ayrı ayrı incelenmiştir.

Polimer içermeyen çözeltiler incelendiğinde, 5,82 gr guanidin fosfat, fosforik asit, amonyum hidrojen fosfat, sodyum hekzameta fosfat, trifenil fosfat, disodyumhidrojen fosfat güç tuturluk aditif maddeleri içeren nanosoller ve konvansiyonel %0.33 (K3)-%24,25 (G7) (G7 reçetesinde içeren melamin çözeltide homojen olarak da yapılmadığı için, G1 %22.49 en yüksek de erdir) aralığında düşük kütle artışı de erlerine sahipken, 11,64 gr guanidin fosfat, antimon asetat, çinko asetat, borik asit, üre,

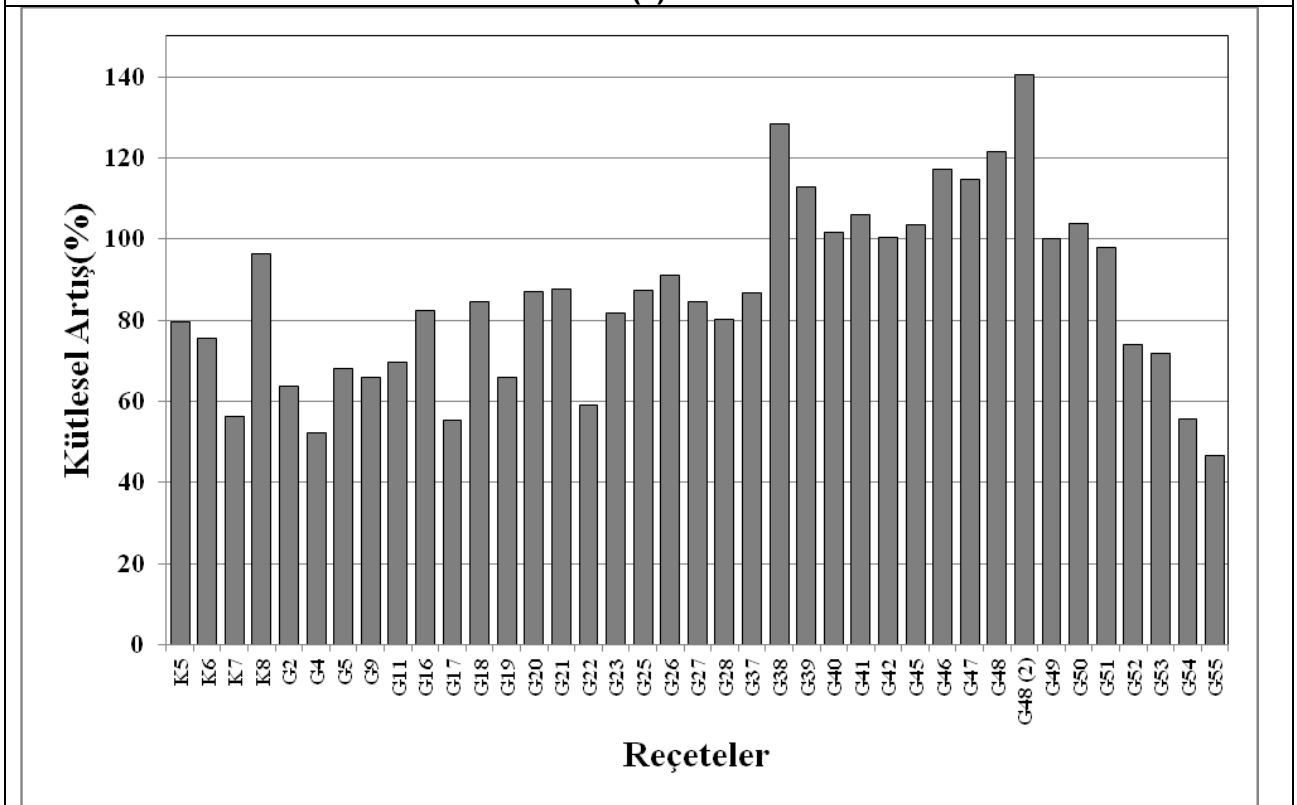
formaldehit güç tutu urluk aditif maddeleri içeren nanosoller %20.68 (G33)- 43.71 (G24) aral² ında nispeten yüksek kütleli art² de erlerine sahiptir.

Polimer katk² nanosoller ve konvansiyonel reçeteler için en yüksek kütleli art² G48(2) reçetesiyle (%140,54), en dü ük kütleli art² ise G55 reçetesiyle (%46,56) elde edilmi tir. Polimer katk²s² ve üre ve formaldehit ilavesi kaplanan kuma lar²n kütleli art² de erlerini yükseltmi tir.





(b)



(c)

ekil 3.2 (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Vinil asetat esaslı² ve Akrlat ve Florkarbon esaslı²

polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin kütleli art² de erleri

3. 4 Su ve Ya iticilik ve Temas Açısı Sonuçları

Nanosoller ile su-ya iticilik i lemi gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra temas aç²s², su iticilik, ya iticilik de erleri Tablo 3.1, Tablo 3.2. ve ekil 3.9da verilmi tir. ekil 3.3da S6 reçetesine göre i lem gören kuma ın temas aç²s² görüntüsü verilmi tir.

Tablo 3.1: Su iticilik sol-jel reçetelerine göre i lem gören kuma ların kütleli art² , kopma mukavemeti, uzama, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mazlık aç²s², ya iticilik de erleri ve e ilme uzunlu u de erleri ve çözeltilerin pH de erleri

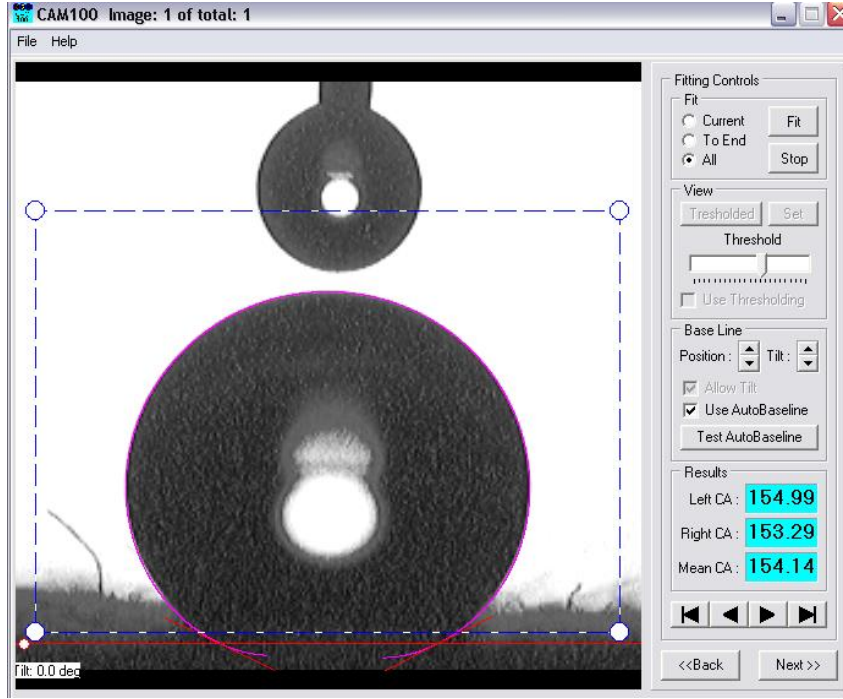
	Temas aç ² s ² ,°		Ya iticilik		Su iticilik	Beyazlık		Sarılık	Y ² rtılma mukavemeti N	Buru mazlık aç ² s ² , çözgü yönünde	E ilme uzunlu u cms	Kütleli art ²	pH de erleri
	Ö	S	Ö	S		Stensby	CIE						
UT*	-	-	0	0	50	80,92	67,84	7,62	8,05	90	2,3	-	-
K3	148	141	6	6	100	76,04	61,07	9,78	7,36	79,5	2,35	0,56	
K0A	125	H	0	0	50	75,14	59,5	10,26	5,96	46,5	5,45	26,62	3,08
S1	138	136	0	0	100	75,75	59,25	10,47	5,84	85	4,9	7,85	2,96
S1m	132	130	0	0	100	80,19	67,82	7,45	7,64	58,5	2,2	1,02	3,35
S2	149	122	5	5	100	64,83	78,38	8,81	8,60	64	2,45	12,03	3,20
S3	153	144	0	0	100	76,38	60,28	10,17	5,24	75	4,4	14,37	2,96
S4	149	128	8	7	100	74,49	58,21	10,85	5,82	67	3,1	12,12	3,60
S5	136	128	7	7	100	75,68	58,99	10,24	5,82	86	3	12,70	2,97
K0B	136	H	0	0	50	76,25	61,41	9,55	6,94	51,5	3,35	9,7	9,50
S6	154	144	0	0	100	76,26	60,55	9,95	6,67	64	1,7	0	9,50
S7	151	142	0	0	100	76,10	60,30	9,99	6,8	101	1,9	0,39	9,50
S8	134	140	0	0	100	77,54	63,15	8,57	5,77	97	2,3	4,95	2,80
S9	140	128	0	0	100	74,66	57,82	7,49	4,09	108	3,5	17,28	2,53
S10	146	H	0	0	90	70,79	52,12	12,24	1,03	131	4,2	17,02	2,53
S11	146	H	0	0	70	73,72	56,11	11,19	5,64	104	2,0	9,79	2,80
S12	134	134	0	0	100	74,38	61,03	8,77	4,97	86	3,37	10,27	2,85
S13	152	110	0	0	100	73,63	59,37	9,33	4,97	93	3,67	12,74	2,85
S14	145	H	0	0	90	69,61	51,61	13,08	4,84	90	2,9	13,63	2,50
S15	131	119	0	0	80	61,65	37,52	18,30	4,84	61	3,3	13,56	10,60
S16	138	H	0	0	80	71,70	52,91	12,59	4,16	110	4,0	18,17	2,97
	WVP**		L***, %			Kopma mukavemeti N		Uzama %					
	Ö	S	Ö	S									
UT*	694	-	97,0	-		349,8	6,5						
S1	751	704	99,9	98,4		441,3	9,3						
S3	738	676	98,2	94,5		428,5	9,3						
S6	740	687	98,5	95,9		351,6	9,9						
S7	794	698	105,7	97,5		341,2	10,0						
Konv.	724	690	96,4	96,4		379,8	10,9						

* i lemsiz kuma , **: su buhar² geçirgenli i , *** su buhar² geçirgenlik indeksi, Ö: Y²kamadan önce, S: 5 Y²kamadan sonra, H: Hidrofil, K0B: Kör Bazik, K0A: Kör asidik, K3: Konv.

Tablo 3.1de görüldü ü gibi püskürtme testi sonucuna göre i lem görmeyen kuma hidrofil özellik gösterirken kaplama yapılan kuma örneklerinin ço unun mükemmel su iticilik de erine (90-100) sahip oldu u bulunmu tur. Yani TDFOES, HDMS, VTEO,

ZrA ve TIPT ba lat²c² maddeleri ile i lem gören kuma larda (S1, S2, S3, S4, S5 S6, S7, S8, S9, S10, S12, S13, S14) iyi su iticilik de erleri (90-100) elde edilmi tir. Fakat FES, AMMO ve GLYEO (S11, S15, S16) ba lat²c² maddeleri kullanarak hazrlanan çözeltilerle i lem gören kuma larda nispeten dü ük (70-80) su iticilik de erleri tespit edilmi tir. Temas aç²s² de erleri de bu sonuçlar² desteklemektedir. lem gören kuma lar y²kama öncesi yüksek temas aç²s² de erlerine (131-154^o) sahipken, 5 y²kamadan sonra VTEO, FES, TIPT ve GLYEO ile i lem gören kuma lar (S10, S11, S14, S16) hidrofil özellik göstermi , AMMO ile i lem gören kuma ın (S15) temas aç²s² de eri 131^oden 119^oye büyük dü ü göstermi tir. Y²kama sonrası da en iyi temas aç²s² de erleri TDFOES ve HDMS ile i lem gören (S1,S3,S6,S7) kuma larda gözlenmi tir. ekil 3.1de S6 reçetesine göre i lem gören kuma ın y²kamadan önce temas aç²s² ölçüm görüntüsü verilmi tir.

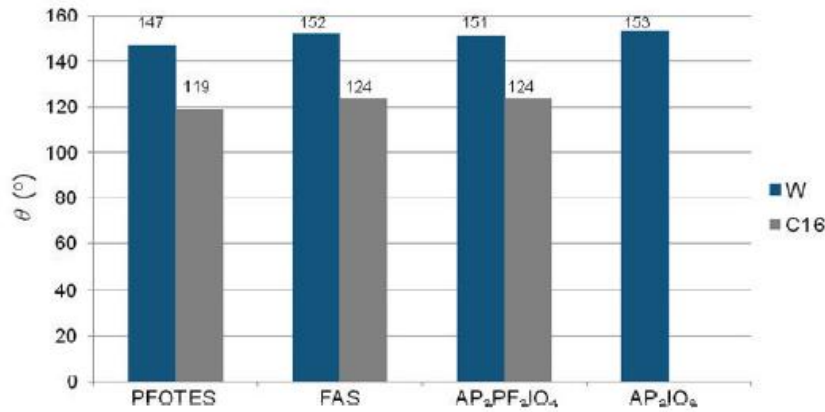
TDFOES ve HDMS ba lat²c² maddeleri ilave edilen reçetelerde asidik (S1,S3) ve bazik (S6,S7) ko ullarda çal² ılmas² kuma ların temas aç²s² de erlerini önemli miktarda de i tirmemi ve TDFOES ve HDMSin konsantrasyonları² 4 ml den (S1,S3), 8 ml ye artırılmas² (S8,S9) su iticilik de erlerinde geli me sa lamam² tır. Dolay²sıyla TDFOES ve HDMS ba lat²c² maddeleri için 4 ml konsantrasyon optimum çal² ma konsantrasyonu ve asidik ko ullar optimum ko ullar olarak belirlenmi tir. Ayrıca bu ko ullarda HDMS ile asidik ko ullarda (S3) daha yüksek temas aç²s² ve daha iyi y²kama dayan²m² sonuçlar² (153^oden 144^oye) elde edilmi tir. TDFOES esaslı ba lat²c² madde ile i lem gören kuma lardan ise bazik ko ullarda (S6) çal² ıld² ında daha yüksek temas aç²s² de erleri ve daha iyi y²kama dayan²m² sonuçlar² (154^oden 144^oye) elde edilmi tir. Sol-jel ile HDMS ile asidik ko ullarda i lem yapılan kuma larda (153^oden 144^oye) (S3) konvansiyonel i leme (Konv.) göre muamele edilen kuma lara göre (148^oden 141^oye) daha yüksek temas aç²s² de erleri ve daha iyi y²kama dayan²m² sonuçlar² bulunmu tur (ekil 3.9).



ekil 3.3: S6 reçetesine göre i lem gören kuma lar²ⁿ temas aç^{2s}

Konvansiyonel kaplama i lemi yap^{2lan} kuma örne i iyi ya iticilik de eri gösterirken (6), sol-jel yöntemi ile kaplanan kuma lar ilk a amada ya itici özellik göstermemi tir. Bu nedenle sol-jel yönteminde kullan^{2lan} etken maddelerin konsantrasyonu art^{2r}arak çal² malar tekrarlanm², fakat yine ya iticilik de erlerinde art² gözlenmemi tir (S8 ve S9). Bu nedenle ticari su-kir-ya iticilik maddesi olan Ruco Guard AFB firman²ⁿ konvansiyonel reçeteler için önerdi i miktar²ⁿ (15 g/l, Konv.) 2/3'ü (S2, S4, S13) ve 1/3ü (S5) kadar sol-jel reçetelerine eklenerek ve dolay^{2s}yla kimyasal maddeden tasarruf yaparak daha iyi su-kir-ya iticilik sonuçlar² elde edilmeye çal² m² t^{2r}. HDMS içeren ve AFB miktar² 2/3üne azalt^{2lm} reçete (S4, 8/7) ile TDFOES içeren ve AFB miktar² 2/3 oran^{2nda} azalt^{2lm} reçeteye (S2, 5/5) göre ve konvansiyonel su-kir-ya iticilik reçetesine göre (K3) daha iyi ya iticilik de erleri elde edilmi tir. Bu nedenle sol çözeltisi içinde AFB miktar²ⁿ etkili optimum konsantrasyonunu bulmak için HDMS içeren ve AFB miktar² 1/3üne azalt^{2lm} reçeteye (S5) denemeler yap^{2lm} t^{2r}. Bu denemede de yüksek su iticilik (100) ve ya iticilik de eri (7/7) elde edildi i için optimum konsantrasyonlar S5 reçetesindeki ko ullar olarak belirlenmi tir. Ayr^{2ca} bu ya iticilik de erlerinin 5 y^{2kamaya} dayan^{2kl} oldu u bulunmu tur (Tablo 3.1).

Flor modifiye nanosoller ile i lem gören kuma lara ya itici özellik kazandırmaması beklenmesine rağmen bu özelliğin kazandırılmaması dolayısıyla S1m reçetesi ile modifiye S1 reçetesinin modifiye edildiği bir çalışmada gerçekleştirilmiş ve kuma örneklerine ya itici özellik kazandırmaya çalışılmıştır. Reaktif derecede 1H,1H,2H,2H-perflorooktil trietoksisilan (%97, Alfa Aesar B 24620) kullanarak S1m reçetesine göre denemeler gerçekleştirilmiştir. Bu reçeteye göre i lem gören kuma örneklerinin de 132° temas açısıyla su itici özellik gösterdiği, fakat 0 ya iticilik de erisi ile ya itici özellik göstermediği tespit edilmiştir. Literatürde verilen 1H,1H,2H,2H-perflorooktil trietoksisilan kullanarak üretilen kuma ve cam altlıklarda ya iticilik testlerinin diiodometan ile ve n-hekzadekan ile temas açısı ölçülerek yapıldığı görülmüştür. AATCC Test Metot 118 ile hidrokarbon esaslı yağlarla testin yapılmadığı gözlenmiştir. Temas açısı ölçümü, damlanın yüzeye de diğeri andaki temas açısı ölçülerek tespit edilirken, AATCC Test Metot 118de damlanın en azından 30 saniye yüzey üzerinde kalması gerekmektedir. Bir çalışmada 1H,1H,2H,2H-perflorooktil trietoksisilan (PFOTES) ile n-hekzadekan kullanarak 119 gibi düşük temas açısı de erisi tespit edilmiştir (ekil 3.4). Bizim ürettiğimiz kuma örneklerinde flor modifiye silanlarla kaplanan kumaların diiodometan ile nispeten temas açısı de erileri yüksek çıkmıştır, fakat yüzey pürüzlülüğünden dolayı net bir ölçüm yapılamamıştır. Fakat n-hekzadekan için emici özellik gösterdiği ve temas açısının 0 oldu u tespit edilmiştir. n-hekzadekan AATCC test metot 118de 3 de erisinde ya iticilik de erine karşı gelmekte, dolayısıyla bu i lemler sonucunda aslında çok da yüksek ya iticilik de erisi elde edilmediği gözlenmiştir [Simoncic ve ark., 2010].



ekil 3.4 Su için (W) ve n-hekzadekan (C16) için PFOTES (1H, 1H, 2H, 2H-perflorooktiltrioksi silan), FAS (floroalkil fonksiyonel su esaslı siloksan (FAS)

(Dynasylan F 8815, Evonic Industries, Germany)), $AP_2PF_2IO_4POSS$ (POSS esaslı silan ba lat²c² maddesi: aminopropilperfloroisooktil polihedral oligomerik silsesquioksan) ve AP_2IO_6POSS (POSS esaslı silan ba lat²c² maddesi: aminopropilisooktil polihedral oligomerik silsesquioksan) solları ile i lem gören kuma ın temas aç²s² de erleri [Simoncic ve ark., 2010]

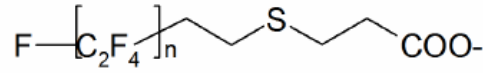
Yu ve ark. perflorooktilenmi kuaterner amonyum silan maddesi (PFSC) ve silika nanopartiküllerine dayanan pamuklu kuma üzerinde süperhidrofob kompleks kaplamalar üretmi lerdir. Silika nanopartikülleri tekstil yüzeyini çok daha pürüzlü yapm² tır ve perflorooktilenmi kuaterner amonyum silan bile i i ise yüzeyin üst tabakasın serbest yüzey enerjisini dü ürmü tür. Bu kaplama ile kaplanan tekstiller mükemmel su iticilik özellikleri ve silika ile ön muamele edilmeksizin PFSC ile i lem gören pamuklu kuma üzerinde 133^oden 145^oye artan temas aç²s² de erleri göstermi lerdir. Aynı zamanda ya iticilik geli tirilmi ve kuma yüzeyinde CH₂I₂ damlasının temas aç²s² 131^oye ula m² tır. Sadece PFSC ile i lem gören kuma ların yüzeyinde ise CH₂I₂ için temas aç²s² yalnızca 125^o olarak bulunmu tur [YU ve ark., 2007].

Cam yüzeylerde trikloro(1H,1H,2H,2H-perflorooktil)silan uygulanm² ve etilen glikol ve tohum ya ı için 147^o temas aç²s² elde edilmi tir [Nimitrakoolchai ve Supothina, 2007].

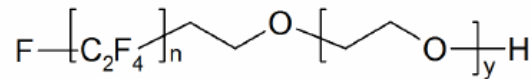
Pamuklu kuma a uygulanan kar² tır²m² PFOTES-PDMSU bitim i lemi ile tek ba ına PDMSUya göre suya göre temas aç²s² 130^oden 147^oye artm² ve ya iticilik de eri diiyodometan için 130^o ve n-hekzadekan için 120^o temas aç²s² vermi tir [Vilcnik ve ark., 2009].

Nanosol esaslı ya itici kaplamaların elde edilmesi için trifloropropiltrimetoksisilan, florlanm² yan zincirlerle veya florlanm² yüzey aktif maddelerle polisiloksanlar gibi florlanm² aditifler kullanılabılır [Sato ve ark. (2004); Textor ve ark. (2001)]. Florlanm² alkil-alkoksi bile ikleri faydalı aditiflerdir, fakat bu aditifler, kaplama maddesi olarak kullanılan florlanm² polimerize partiküllere yol açan polikondenzasyon reaksiyonlarında ba lat²c² madde olarak kullanılabılırler [Akamatsu

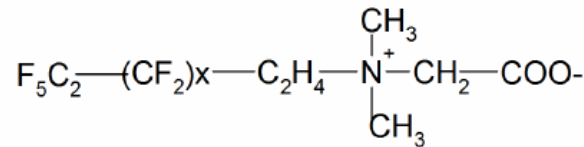
et al. (2001)]. Genellikle florlanm² bile iklerle kombinasyonun nanosoller içindeki ve sulu sistemlerdeki çözünürlü ü s²n²rl²d²r. Bu nedenle florlanm² bile iklerin çözünürlü ünü art²ran hidrofil gruplarla modifiye edilen flor esasl² yüzey aktif maddeler veya florlanm² zincirlere ilave olarak aminoalkil yan zincirler içeren polisiloksanlar genellikle kullan²rl²r. ekil 3.5, 3.6, 3.7 ve 3.8de nanosoller ile dü ük yüzey enerjili yüzeyler haz²rlamak için kullan²labilen flor içeren yüzey aktif maddeler ve bu maddelerin pamuklu yüzeyle yapm² olduklar² ba lar gösterilmi tir. Kaplaman²n kal²c²l² için önemli olan kaplaman²n adhezyonunu da solün modifikasyonu etkileyebilir. Az miktarda aminopropiltrietoksisilan ilavesi ile metilalkoksisilanlardan ve perfloroalkil silanlardan nanosollerin haz²rlanmas²n²n avantajl² sonuçlar verdi i bildirilmi tir. Aminopropil gruplar² kuma a adhezyonu geli tirir ve iyi y²kama hasl²klar² sa lar [Zhang ve ark. (2006)]. Florla modifiye edilmi nanosoller uyguland² 2nda, tekstiller ya ve ya esasl² kirlere kar ² mükemmel iticilik özelli i kazand²rlabilir. Konvansiyonel florokarbon uygulamalar²ndan önce silika sollarle tekstil malzemesinin ön muamelesinin mükemmel su ve ya iticilik sa lad² 2 bildirilmi tir. Ön muamele yap²lmadan uygunlana florokarbon bitim i lemlerine göre bu i lemin y²kama dayan²m²n² geli tirdi i sonucuna var²lm² t²r [Yeh ve ark. (2007a & 2007b)]. [Mahltig ve Textor, 2008]



DuPont™ Zonyl™ FSA

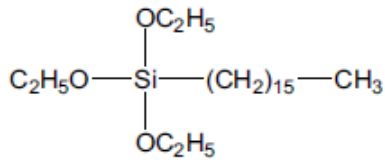


DuPont™ Zonyl™ FSN

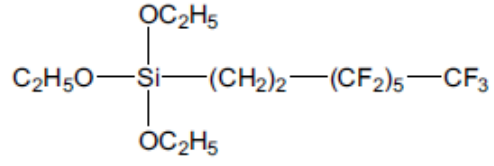


Masur™ FS-300

ekil 3.5 Ya itici kaplamalar² ba armak için nanosol modifikasyonlar² için uygulanan flor esasl² yüzey aktif maddelerin seçimi [Mahltig ve Textor, 2008]

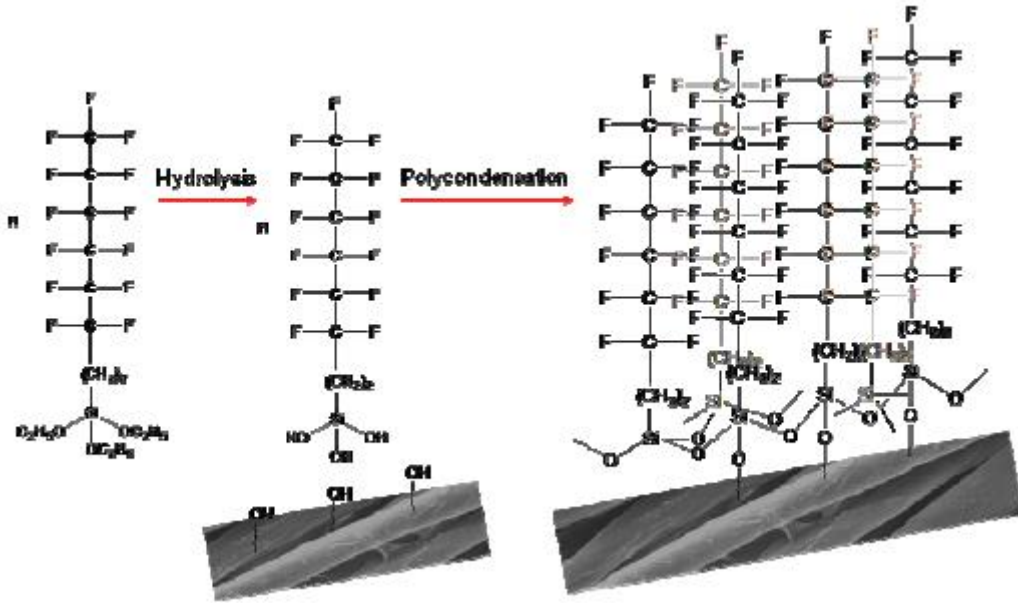


ATES

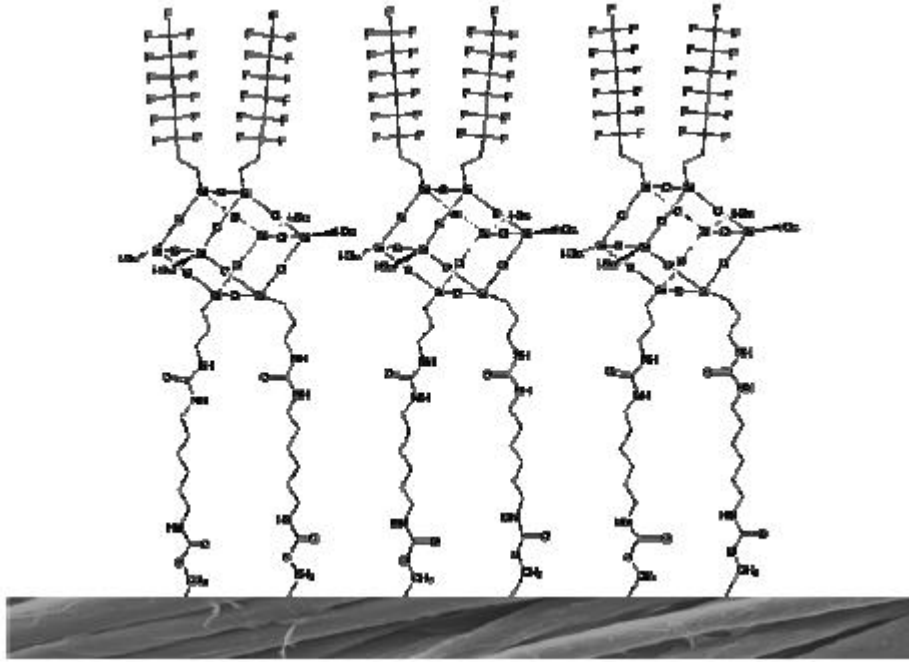


PFOTES

ekil 3.6 Organo fonksiyonel trietoksisilanlar²n kimyasal yap²s²: hegzadesil trietoksi silan (ATES), 1H, 1H, 2H, 2H- perflorooktil trietoksisilan (PFOTES) [Simoncic ve ark., 2010]



ekil 3.7 Selüloz liflerinde PFOTES ba lat²c² maddesi kullan²ld² 2na hidroliz ve polikondenzasyon reaksiyonlar² [Simoncic ve ark., 2010]



ekil 3.8 Reaktif binder olarak DICH (diisosiyanotoheksil) varlığında $AP_2PF_2IO_4POSS$ bağlatıcısı maddesinin selüloz liflerine kimyasal bağlanması [Simoncic ve ark., 2010]

Tablo 3.2: Özel su iticilik özellikleri görmüş kuma örneklerinin kütleli artışı, yağamadan önce ve sonra temas açışması, yırtılma mukavemeti, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mazişik açışması, yağ iticilik değerleri ve e ilme uzunluğu değerleri

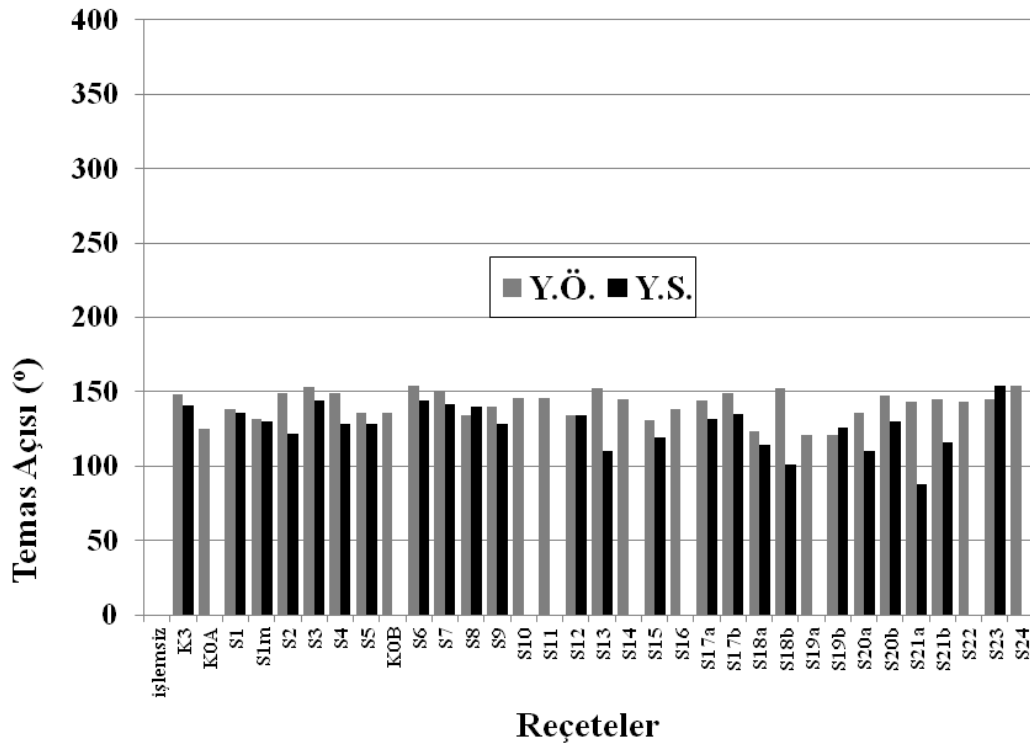
	Kütleli artışı (%)	Temas açışması ^o		Ya iticilik	Beyazlık		Sarılık E313	Yırtılma mukavemeti N	Buru mazişik açışması ^o çözgü yönünde	E ilme uzunluğu cms
		Ö	S		Stensby	CIE				
UT*				0	80,92	67,84	7,62	8,05	90,00	2,30
S17a	8,53	144	132	0	38,94	-58,63	45,39	6,24	62,50	2,75
S17b	3,55	149	135	0	48,86	-19,42	31,13	6,94	69,00	1,67
S18a	10,63	123	114	0	36,15	-68,88	48,64	6,38	53,00	3,22
S18b	0,15	152	101	0	62,07	20,85	20,32	7,22	60,00	1,87
S19a	10,24	121	H	0	76,76	61,26	9,88	6,52	62,50	1,97
S19b	8,78	121	126	0	74,59	58,41	10,86	6,8	56,50	2,10
S20a	7,96	136	110	0	30,41	-83,89	54,34	6,66	65,50	2,67
S20b	3,45	147	130	0	32,19	-84,99	57,05	6,24	56,00	2,15
S21a	3,38	143	88	0	32,56	-78,53	51,20	5,96	57,50	2,47
S21b	1,17	145	116	0	44,35	-29,39	37,16	5,82	62,50	2,02
S22	11,11	143	H	0	77,28	62,95	9,14	6,52	65,0	3,92
S23	7,56	145	154	0	77,70	63,45	9,105	6,52	79,00	3,95
S24	12,61	154	H	0	77,02	62,09	9,41	6,24	55,50	6,00

Özel su iticilik ara tirmaları 1 ve 2'ye göre kaplanan kuma ların kütleli artışı, yağamadan önce ve sonra temas açışması, yağ iticilik değerleri, yırtılma mukavemeti, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mazişik açışması ve e ilme uzunluğu değerleri Tablo 3.2'de verilmiştir.

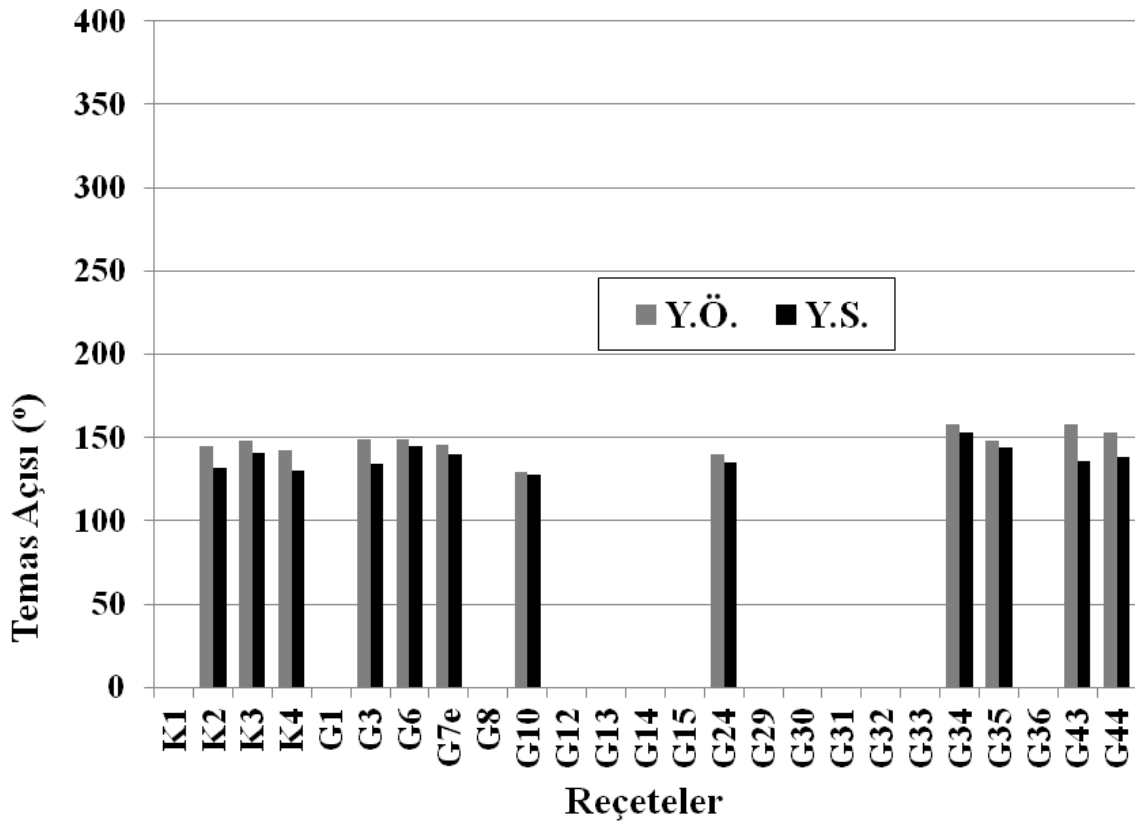
Bu sonuçlara göre özel su iticilik ara tirmalar² 10⁶ göre 2 ad²ml² yöntemlerde daha düşük temas aç²s² de erleri elde edilirken (121-144⁰) 3 ad²ml² yöntemlerde daha yüksek temas aç²s² de erleri (121-152⁰) elde edilmiştir. 3 ad²ml² yöntemlerde alüminyum sülfat kullan²m² d² 2²nda di er denemelerle 145-152⁰ temas aç²s² de erleri ile yüksek su iticilik de erleri elde edilmiştir. En yüksek su iticilik de eri 3 ad²ml² alüminyum isopropoksit kullan²an yöntemle (152⁰ [S18]) elde edilmiştir. Y²kamadan sonra genellikle kuma lar²n temas aç²s² de erleri dü mü veya hidrophil özellik kazanm² lard²r. Y²kamaya en dayan²kl² su iticilik etkisi ba lat²c² madde olarak çinko asetat, çinko nitrat ve HDMS kullan²an S17b reçetesi ile elde edilmiştir (Tablo 3.2, ekil 3.9).

Özel su iticilik i lemleri 2 yöntemine göre i lem gören kuma örnekleri 143-154⁰ temas aç²lar² ile yüksek su iticilik de erleri göstermişlerdir. En yüksek su iticilik de eri feniltrietoksisilan (Dynasylan 9265, FES) kullan²an yöntemle (154⁰ [S24]) elde edilmiştir. Bu kuma lar da S23 reçetesi ile i lem gören örnek d² 2²nda y²kamadan sonra su iticilik özelliklerini kaybetmişlerdir. S23 reçetesi ile i lem gören örne in y²kamadan sonra su iticilik özelli inin kaybetmemesinin nedeninin glisidiloksipropil trietoksisilan²n (Dynasylane GLYEO) çapraz ba lay²c² özelli inden kaynakland² 2 dü ünülmektedir. Bu i lemler sonras² kuma lar²n do al özelliklerinde de önemli bir gerileme gözlenmemiştir (Tablo 3.2, ekil 3.9).

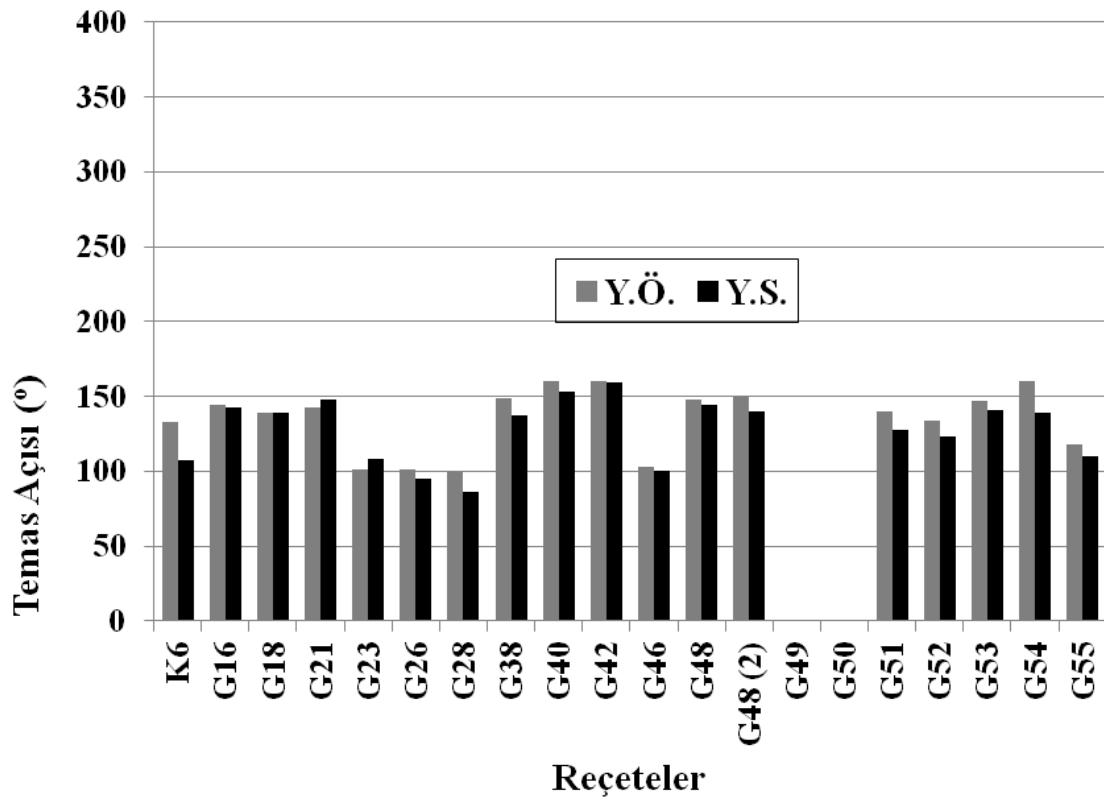
Belirlenen optimum su-ya iticilik nanosol reçetesi esas al²arak su-ya iticilik ve güç tutu urluk kombinasyonu çal² malar² gerçekte tirilmiştir.



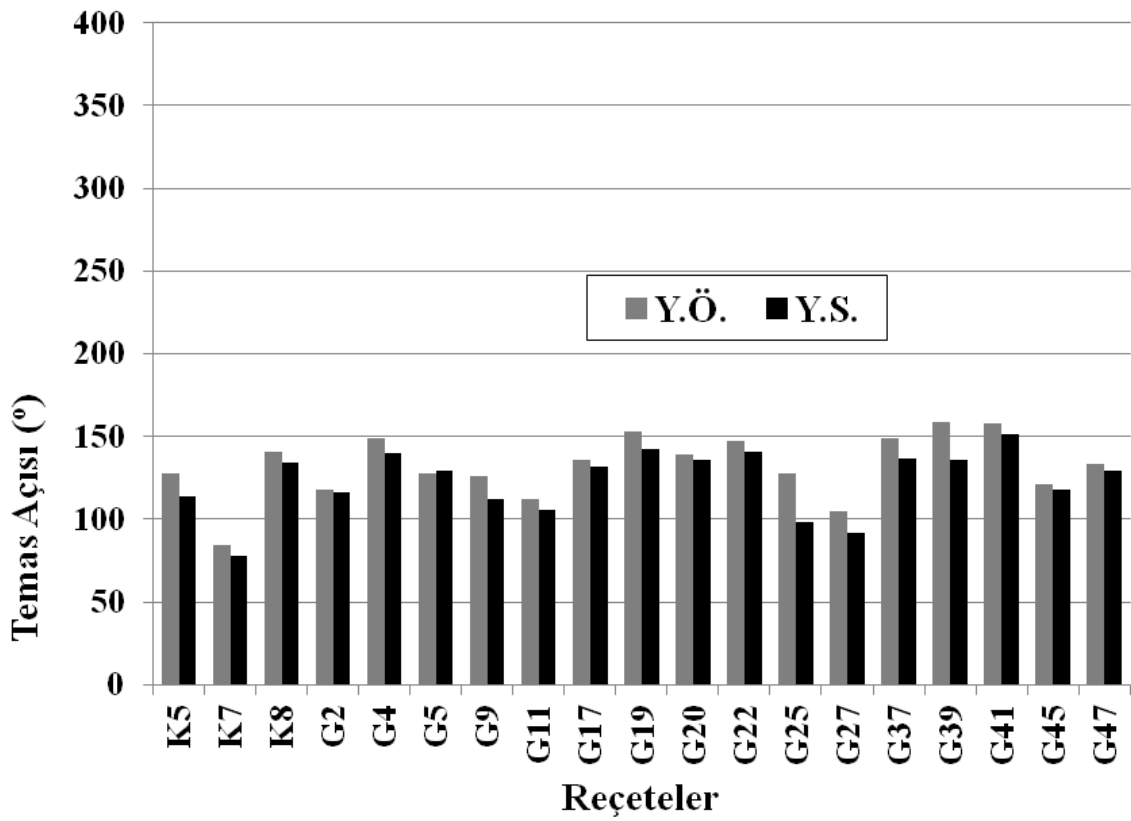
(a)



(b)



(c)



(d)

ekil 3.9 (a) Su-ya iticilik i lemi reęeteleri, (b) Polimer ięermeyen su-ya ve/veya g¼ç tutu urluk i lemi reęeteleri, (c) Vinil asetat esaslı polimerleri ięeren su-ya ve/veya g¼ç tutu urluk i lemi reęeteleri, (d) Akrilat ve Florkarbon esaslı polimerleri ięeren su-ya ve/veya g¼ç tutu urluk i lemi reęeteleri ile i lem g¼ren kuma ¼rneklerinin y¼kamadan ¼nce ve sonra temas aęsı de erleri

Polimer ięermeyen g¼ç tutu urluk ve su-ya iticilik kombinasyonu ęalı malarda (ekil 3. b)) en iyi sonuęlar G34 (antimon asetat ięeren) [Y.¼. 158°, Y.S. 153°] ve G6 (5,82 gr guanidin fosfat ve ¼re ięeren) [Y.¼. 149°, Y.S. 145°] ile elde edilmi tir, en d¼ ¼k sonuęlar ise G10 (fosforik asit ięeren) ile elde edilmi tir. Su-ya iticilik ba latı c maddesi ve aditif maddelerini ięermeyen K1, G1, G8, G12, G13, G14, G15, G29, G30, G31, G32, G33 reęeteleri ile i lem g¼ren kuma lar hidrofily ¼zellik g¼stermi tir.

Konvansiyonel ve ticari vinil asetat polimerini ięeren reęetelerle (ekil 3.c)) en iyi sonuęlar sırasıyla G42 [Y.¼. 160°, Y.S. 159°], G40 [Y.¼. 160°, Y.S. 153°], G21 [Y.¼. 143°, Y.S. 148°], G48 [Y.¼. 148°, Y.S. 144°], G48(2) [Y.¼. 150°, Y.S. 140°] reęeteleri ile i lem kuma ¼rneklerinde elde edilmi tir. Su- ya iticilik maddesi ięermeyen G28, G26, G46, G23 reęeteleri ile d¼ ¼k temas aęları elde edilirken, G49 ve G50 reęeteleri ile i lem g¼ren kuma ¼rnekleri hidrofily ¼zellik g¼stermi tir. Su-ya iticilik maddeleri ięeren kombinasyon reęetelerinde en d¼ ¼k su iticilik de eri ise G55 (Y.¼. 118°, Y.S. 110°) reęetesi ile elde edilmi tir.

Florkarbon ve akrilat esaslı polimerlerle ęalı olarak ¼retilen reęetelerde (ekil 3.d)) en y¼ksek temas aęsı de erleri sırasıyla G41 [Y.¼. 158°, Y.S. 151 °], G19 [Y.¼.153°, Y.S. 142 °], G22, G4, G20 reęeteleri ile, en d¼ ¼k temas aęsı de erleri ise G11 [Y.¼. 112°, Y.S. 106°], G5 ve G47 ile elde edilmi tir. Dolayısıyla AC 105 polimerini veya fosforik asit g¼ç tutu urluk maddesini ięeren reęetelerin d¼ ¼k temas aęsı verdi i sonucuna varılmı tır. Su-ya iticilik etken maddesi ięermeyen G27, G25, G9, G2, G45 d¼ ¼k temas aęsı de erleri vermi tir. Ruco Coat FC 9005 ięeren ę¼zeltiller (G22 [Y.¼. 147°, Y.S. 141 °], G19, G17) ayrıda su-ya iticilik maddeleri ięermemesine ra men y¼ksek temas aęsı de erleri vermi lerdir (Tablo 3.3; Tablo 3.4; Tablo 3.5).

Sonuç olarak G38, G39, G40, G41, G42 ve G48(2) reçeteleri uygulanan kuma örnekleri ile y²kamaya dayanıklı iyi ya iticilik de erleri elde edilmiştir. Bu örnekler içerisinde G48(2) reçetesi kullanılarak hem ya itici hem de güç tutucu özelliklere sahip kuma üretilmiştir.

3.5 Su Buharı Geçirgenliği Sonuçları

İlem görmeyen kuma nın su buharı geçirgenlik indeksi %97 iken sol-jel yöntemi ile TDFOES ve HDMS ba lat²c² maddeleri içeren çözeltiler ile asidik (S1 ve S3) ve bazik kullarda (S6 ve S7) i lem gören kuma ların su buharı geçirgenlik indeksleri sırasıyla %99,90, %98,2, %98,5; %105,7 olarak de i mi tir. Sol-jel ile i lem gören kuma ların su buharı geçirgenliklerinin artı ilgi çekicidir. Y²kamadan sonra ise su buharı geçirgenlik de erleri dü mü tür (S1, S3, S6, S7 için sırasıyla %98,4; %94,5; %95,90; %97,50). Konvansiyonel yöntem göre i lem gören kuma nın ise su buharı geçirgenlik de eri i lem görmemi kuma a göre %97,4 den %96,4 dü mü tür ve y²kamadan sonra bu de er de i memi tir (Tablo 3.1, ekil 3.10).

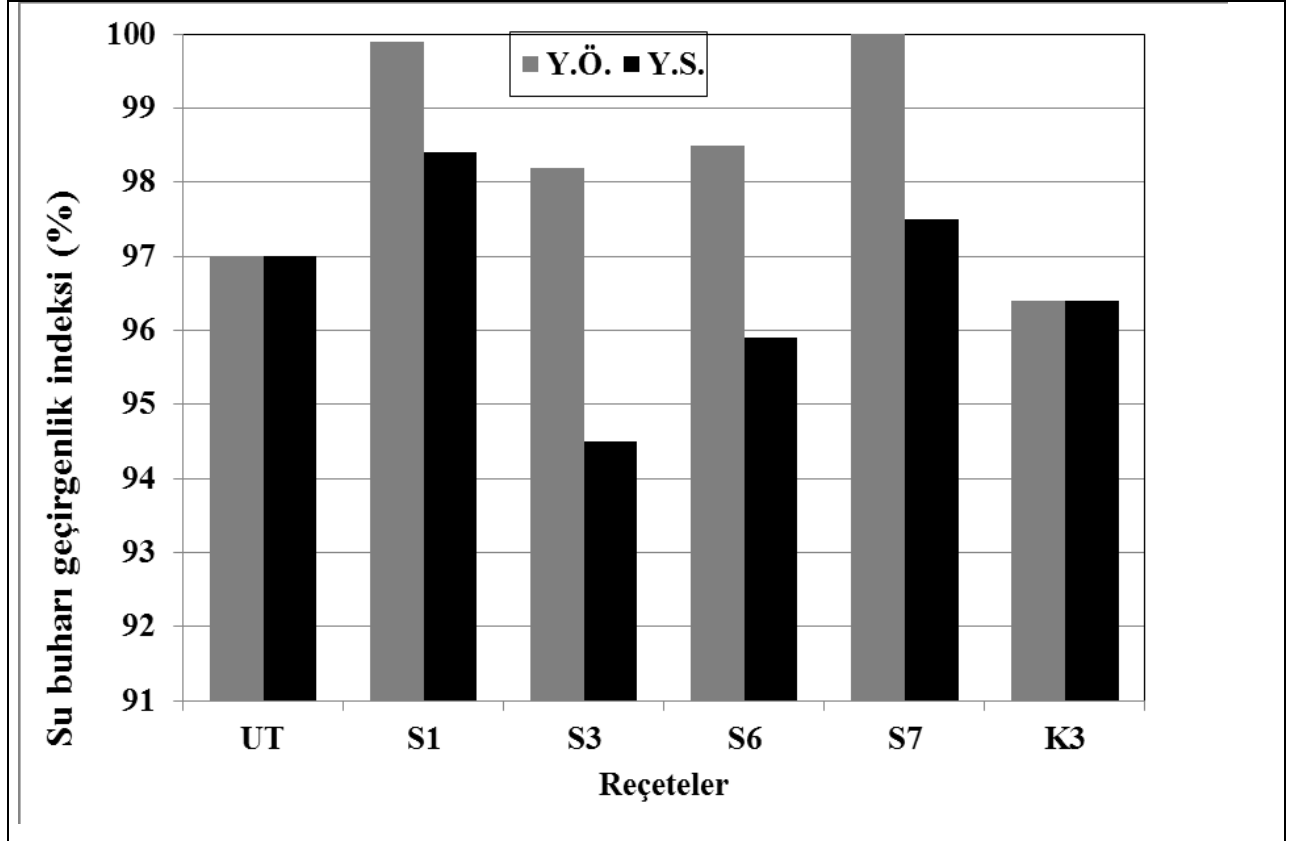
Literatürde silika sol ile muamele edilen kuma ların su buharı geçirgenlik özelliklerinin ümit verici oldu u bildirilmiştir [RISCHE ve ark., 2003]. Nanosol çözeltileri ile çalıtı dında su iticilik bitimi uygulandı nda bile hava geçirgenli inin ve nefes alabilirli in korunması ve geli tirilmesi beklenmektedir.

Az miktarda flor içeren nanosollerle muamele edilen kuma ların su alım de erleri minimum düzeye dü erken, e ilme sertli i az miktarda artar. Nanosoller yeterince seyreltilirse, bu bitim i lemi görmü tekstillerin geçirgenlik özelliklerinde artı bile gözlenmektedir. Yüksek kuru a rlıkta (solid content) nanosoller kullanıldı nda ise sertlik artarken, hava geçirgenli i özellikleri dü mektedir. Literatürdeki bu yorumlar bizim çalıtı malarımız desteklemektedir [MAHLTIG ve Textor, 2008].

Ayrıca literatürde nanosol çözeltilerindeki ba lat²c² malzemelerin zincirindeki C-sayısına ba lı olarak su iticilik özellikleri literatürde çalıtı dında ve C-sayısına arttıkça su iticilik de erlerinin artı, 12-karbon içeren nanosollerin en yüksek temas açısı

de erine sahip oldu u bulunmu tur. Ayr²ca feniltrialkoksi silanlar²n hidrofo b aditif olarak kullan²abilece i bulunmu tur [MAHLTIG ve Textor, 2008]

Bu nedenle bu al² mada zincirdeki C-say²s²na ba l² olarak su iticilik de erleri incelenmemi tir. En iyi su iticilik de erleri HDMS ieren nanosol ile elde edilmi tir.



ekil 3.10 lem görmeyen kuma ve seçilmi su-ya iticilik i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra su buhar² geçirgenlik indeksi de erleri grafi i

Tablo 3.3 İnem gören kuma örneklerinin pH, kütlelesel art², viskozite, temas aç²s², ya iticilik, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mazlık aç²s², ya iticilik de erleri ve y²rt²ma mukavemeti, e ilme uzunlu u, LOI de erleri 1

	pH	Kütlelesel art, %	Viskozite cP	Temas aç ² s ² ,°		Ya iticilik		Su iticilik	Beyazlık		Sarılık	Buru mazlık aç ² s ² , ° çözgü yöntünde % de i im	Y ² rt ² ma mukavemeti N	E ilme uzunlu u cms	LOI, %	
				Ö*	S	Ö	S		Stensby	CIE					E313	Ö
UT	-	-	-	H**	-	0	0	50	81,10	68,72	7,46	-	-	2,3	17,79	-
K1	2,25	10,81	2,56	H	H	0	0	0	65,45	41,16	17,04	-4,44	-41,86	2,25	26,05	26,05
K2	2,25/4 .7	12,42	X	145	132	4	4	100	62,85	36,33	18,71	12,78	-40,12	2,2	26,05	26,05
K3	4,7	0,55	1,14	148	141	6	6	100	76,04	61,07	9,78	-11,67	-8,57	2,35	X	X
K4	2,19	11,98	2,18	142	130	0	0	100	67,59	46,38	15,23	18,89	-40,12	2,17	26,05	26,05
K5	5,12	79,64	68	128	114	0	0	50	73,18	55,79	11,23	50,56	-43,73	4,47	19,07	18
K6	5,33	75,46	245	133	107	0	0	100	76,96	63,57	7,97	-46,11	-41,86	6,02	21,02	20,49
K7	7,64	56,38	1830	84	78	0	0	50	76,79	63,01	9,34	34,44	-25,96	5,15	17,08	17,08
K8	5,63	96,47	18	141	134	8	8	100	69,03	50,03	11,82	-0,56	-56,15	>8	18	18
G1	4,51	22,49	3	0	0	0	0	50	71,20	50,80	13,24	-20,00	-31,30	2,97	>47,61	19,52
G2	5,15	63,73	14	118	116	0	0	100	75,56	60,68	9,47	42,22	-52,55	4,15	21,54	20,49
G3	4,81	12,82	4	149	134	8	8	100	66,67	40,68	16,27	3,33	-24,22	2,60	29,20	18,25
G4	5,19	52,36	14,50	149	140	5	5	100	72,84	56,61	11,07	43,89	-54,41	4,92	21,54	19,97
G5	5,16	68,16	16,50	128	129	5	5	100	70,94	54,02	12,18	40,00	-56,15	5,35	28,56	21,05
G6	4,79	20,25	4	149	145	8	8	100	64,17	30,32	20,15	12,22	-27,70	3,05	30,06	21,48
G7	6,64	24,25	75	146	140	8	8	100	76,81	61,12	10,57	-20,55	-15,23	2,57	30	18,53
G8	1,90	8,30	3	H	H	0	0	0	62,13	34,89	18,97	-26,11	-70,62	4,05	21,02	17,54
G9	3,75	65,85	12	126	112	0	0	100	75,81	60,75	8,38	34,44	-56,15	6,05	20,56	20,04

Tablo 3.4 İnem gören kuma örneklerinin pH, kütleli art², viskozite, temas aç²s², ya iticilik, su iticilik, beyazlık, sarılık, buru mazlık aç²s², ya iticilik de erleri ve y²rt²ma mukavemeti, e ilme uzunlu u, LOI de erleri 2

	pH	Kütleli art, %	Viskozite cP	Temas aç,s, ^o		Ya iticilik		Beyazlık		Sarılık	Buru mazlık aç,s, ^o çözgü yönünde	Y ² rt ² ma mukavemeti N	E ilme uzunlu u cms	LOI, %	
				Ö*	S	Ö	S	Stensby	CIE	E313	% de i im	% de i im		Ö	S
G10	2,05	15,85	3	129	128	3	0	65,91	41,93	16,32	-22,22	-66,96	3,40	20,04	17,54
G11	3,92	69,73	13	112	106	4	4	76,06	61,13	8,88	33,33	-56,15	5,85	19,97	18,98
G12	8,11	2,77	3	H	H	0	0	68,20	44,42	15,73	-37,22	-33,04	2,67	18,98	17,08
G13	6,23	4,83	3	H	H	0	0	74,63	57,49	11,17	-36,11	-5,16	2,20	18,98	18,53
G14	2,73	12,86	2	H	H	0	0	77,85	64,03	8,87	-23,33	-29,44	3,67	19,52	18,53
G15	8,67	3,52	3	H	H	0	0	74,24	56,37	11,56	-37,22	-6,89	2,32	19,52	18,07
G16	5,38	82,31	28	144	143	8	8	76,10	61,87	6,35	-51,67	-58,01	>8	24,95	21,02
G17	5,48	55,33	40,5	136	132	8	8	69,61	50,13	11,84	4,44	-59,75	>8	25,98	19,97
G18	5,2	84,58	28,5	139	139	8	8	73,91	58,82	8,09	-44,44	-59,75	>8	28,48	22,06
G19	5,33	65,89	31,5	153	142	8	8	62,70	38,33	16,56	2,22	-56,15	7,95	31,07	19,07
G20	5,23	87,16	15	139	136	7	6	69,45	51,43	12,65	35,56	-54,41	5,17	22,52	19,07
G21	5,32	87,70	27	143	148	8	8	74,20	59,26	7,56	-50,56	-54,41	>8	24,95	19,97
G22	5,49	59,05	36,5	147	141	8	8	64,31	41,50	15,48	0,00	-54,41	>8	24,95	19,07
G23	5,34	81,91	25,5	101	108	0	0	75,32	60,63	9,31	-43,33	-56,15	>8	24,15	21,02
G24	4,60	43,71	4	140	135	8	8	67,23	44,23	15,50	-43,33	-25,96	4,3	50,03	17,08
G25	5,06	87,25	14	128	98	0	0	72,92	57,13	10,87	39,44	-50,74	5,42	24,95	19,97
G26	5,21	91,23	27,5	101	95	0	0	74,13	59,67	10,14	-46,11	-57,95	>8	28,96	22,52
G27	5,14	84,72	13	105	92	0	0	71,16	54,12	11,77	37,77	-48,94	5,65	22,06	19,07
G28	5,37	80,36	25,5	99	86	0	0	72,20	56,20	10,16	-48,88	-52,55	>8	24,95	21,01
G29	4,66	39,44	4	H	H	0	0	64,08	30,26	20,20	-51,67	-34,78	4,37	>50,03	18,00
G30	4,87	24,22	3	H	H	0	0	68,01	38,67	17,54	-31,67	-17,27	2,85	43,04	19,07

* Ö: Y²kamadan önce, S.: Y²kamadan sonra

** Hidrofil

Tablo 3.5 İlemlenmiş kumaş örneklerinin pH, kütleli art, , viskozite, temas aç,s,, ya iticilik, su iticilik, beyazl,k, sar,l,k, buru mazl,k aç,s,, ya iticilik de erleri ve y,rt,lma mukavemeti, e ilme uzunlu u, LOI de erleri 3

	pH	Kütleli art, %	Viskozite cP	Temas aç,s,°		Ya iticilik		Beyazl,k		Sar,l,k E313	Buru mazl,k aç,s,, ° gözğü yönünde	Y,rt,lma mukavemeti N	E ilme uzunlu u cms	LOI, %	
				Ö*	S	Ö	S	Stensby	CIE					Ö	S
G31	2,82	30,40	2,56	H	H	0	0	77,07	62,45	9,78	-0,74	-45,98	3,96	19,46	17,48
G32	5,25	27,27	4,99	H	H	0	0	76,71	62,74	9,48	-29,68	-39,56	3,78	20,34	16,89
G33	2,94	20,68	2,52	H	H	0	0	76,12	60,96	9,07	-13,70	-46,58	5,65	19,01	17,50
G34	2,84	36,97	3,07	158	153	1	0	78,40	64,06	8,45	11,11	-33,62	2,35	19,29	18,05
G35	5,17	28,29	4,35	148	144	0	0	79,02	66,11	7,74	-12,22	-37,14	2,40	19,25	17,23
G36	3,12	27,53	4,86	H	H	0	0	77,79	63,83	8,23	0,74	-45,51	3,38	18,05	17,23
G37	4,02	86,68	15,74	149	137	5	4	75,71	60,57	8,87	50,74	-69,37	4,82	19,29	18,05
G38	4,06	128,52	29,10	149	137	8	7	77,95	65,06	6,29	-26,48	-76,69	>8	21,20	20,82
G39	5,26	112,84	15,02	159	136	8	7	75,96	61,28	8,22	58,15	-70,56	4,73	17,78	17,78
G40	5,26	101,55	39,21	160	153	8	7	74,00	58,68	7,44	-53,15	-77,89	>8	20,82	19,85
G41	5,02	106,11	10,50	158	151	8	8	78,02	64,15	7,49	52,78	-71,80	4,72	19,29	18,05
G42	4,93	100,41	27,05	160	159	8	8	78,41	64,95	5,31	-49,26	-75,45	>8	21,80	19,57
G43	5,15	35,79	2,94	158	136	0	0	73,53	56,11	9,87	-0,93	-70,56	6,68	38,05	19,01
G44	4,51	43,28	4,52	153	138	0	0	76,31	60,79	8,72	23,89	-64,56	5,63	29,33	18,05
G45	5,15	103,65	9,52	121	118	1	1	77,08	62,49	7,36	51,48	-73,00	5,55	20,82	19,85
G46	5,16	117,18	21,76	103	100	1	1	77,74	65,02	5,30	-55,37	-79,13	>8	27,00	23,21
G47	5,15	114,76	10,33	133	129	1	1	76,47	62,00	7,28	48,33	-69,36	6,22	20,82	19,85
G48	5,16	121,48	24,88	148	144	4	3	78,48	66,08	4,98	-54,44	-77,89	>8	27,00	22,93
G48 (2)	5,29	140,54	26,50	150	140	8	8	79,00	66,40	4,69	-39,44	-75,49	7,83	27,96	23,54
G49	3,45	30	19,00	H	H	X	X	75,72	57,43	7,69	-55,56	-66,96	5,25	17,23	17,23
G50	4,04	103,90	477,00	H	H	0	0	75,93	62,61	8,90	-30,28	-42,17	5,00	23,86	17,23
G51	4,00	97,94	110,00	140	128	1	1	80,16	68,16	6,89	-45,56	-42,86	4,75	23,47	17,64
G52	4,99	73,91	218,00	134	123	0	0	78,92	64,83	6,03	-25,28	-61,55	>8	28,45	19,43
G53	5,20	71,96	257,00	147	141	0	0	72,57	54,97	10,52	-13,06	-59,75	>8	30,47	20,34
G54	4,22	55,68	100,50	160	139	0	0	74,98	60,91	9,50	-35,56	-43,60	5,00	27,89	17,64
G55	4,16	46,56	431,50	118	110	0	0	70,94	57,71	9,62	-45,56	-44,84	4,80	27,44	17,23

3.6 LOI Analizi Sonuçları

G1-G30 aralığındaki reçetelere ve konvansiyonel reçetelere göre i lem gören kuma örneklerinin LOI de erlerinin varyans analizi sonuçları SPSS istatistik programı kullanılarak ANOVA-Duncan metoduna göre Tablo 3.6; 3.7; 3.8 ve 3.9'da gösterilmiştir.

G1-G30 aralığındaki reçetelere ve konvansiyonel reçetelere göre i lem gören kuma örneklerinin ykamaadan önce ve sonra LOI de erlerinin de i iminin istatistiksel analizi One-way ANOVAya göre Duncan testi ile yapılmıştır. P de eri 0,05'ten küçük oldu u için örnekler arasındaki farklılık önemlidir (Tablo 3.6 ve 3.7). LOI de erleri bakımından sonuçlar karşılaştırıldığında G29 > G24 > G1 > G30 > G19 > G6 > G7 > G3 > G26 > G5 > G18 > K4 > K2 > K1 > G17 > G28 > G25 > G22 > G21 > G16 > G23 > G20 > G27 > G4 > G2 > G8 > K6 > G9 > G10 > G11 > G15 > G14 > K5 > G13 > G12 > K8 > UT > K7 sıralamasına göre güç tuturluk de erleri de i mektedir. En iyi güç tuturluk de eri G29 reçetesi ile elde edilirken, tek başına polimer kaplamalarından en iyi sonucu vinil asetat esaslı polimer kullanarak hazırlanan kaplama (K6) vermiştir. Bundan sonra flor karbon esaslı polimerle yapılan nanosol kaplaması (G19, guanidin fosfat miktarı 2 kat, 11,64 gr) en iyi güç tuturluk özelliğini vermiştir. Bundan sonra G24, G1, G30, G6, G7 ve G3 ile hazırlanan polimer ilavesi olmadan yapılan kaplamalarda ve sonrasında vinil asetat esaslı polimer içeren nanosol reçetesi ile (**G26**, guanidin miktarı 2 kat) ve akrilik esaslı hazırlanan polimer ilave edilen nanosol kaplaması ile (G5, guanidin fosfat miktarı 2 kat, 11,64 gr) en iyi güç tuturluk de eri elde edilmiştir. Daha sonra ise sıralamaya vinil asetat esaslı polimer ilaveli nanosol çözeltisi ile muamele edilen kuma örneğinin (G18) güç tuturluk de eri izlemiştir. Polimer katkı nanosollerle yapılan bitim i lemlerinde, G19, **G26**, G5 ve **G18** kodlu kuma örneklerinin LOI de erleri arasındaki farklılık önemli değildir. Reçetede ki guanidin miktarı arttıkça güç tuturluk de erlerinde önemli miktarda artış gözlenmemiştir.

Bundan sonra konvansiyonel bitim i lemlerinin (K4, K2 ve K1) LOI de erleri sıralanmaktadır ve konvansiyonel i lemlerinin LOI de erleri arasında önemli farklılık gözlenmemiştir. Fakat nanosollerle ve organik inorganik hibrid malzemelerle yapılan

kaplamalarla elde edilen LOI de erleri konvansiyonel i lemlerle elde edilen LOI de erleri arasnda önemli miktarda farklılık oldu u bulunmu tur.

Yükamadan sonra da LOI de erleri bakımından en iyi güç tutu urluk de erleri K4=K2=K1>G26⁻ G18⁻ G6⁻ G23⁻ G16⁻ G28⁻ G5>G2⁻ K6 elde edilmiştir. Vinil asetat esaslı polimer katkı nanoşöller ile (G26, G18) kaplanan kuma ların LOI de erlerinin yükamaya çok daha iyi dayanım gösterdiği bulunmu tur. Ayrıca polimer ilavesi olmaksızın üre katkı (G6) reçete ile yükamaya nispeten daha dayanıklı kaplamalar üretilmiştir. **G26, G18 ve G6** reçeteleri ile üretilen kuma ların LOI de erleri arasındaki farklılık önemli olmadığı bulunmu tur. Fakat konvansiyonel güç tutu urluk kaplamaların göre hala daha iyi dayanım elde edilememiştir. Ayrıca **G23 ve G16 ve G18** reçeteleri ile kaplanan kuma örneklerinin LOI de erleri arasındaki farklılık önemli değildir, yani guanidin fosfat miktarının artması örneklerin LOI de erlerinde ve yükama dayanımlarında önemli bir farklılık yaratmamıştır. LOI de erlerinde ve örneklerin yükama dayanımında benzer etkinlik üre ve vinil asetat içeren reçete ile (**G28**) elde edilmiştir. Akrilik esaslı polimer ile çalıtımda ise benzer etkinlik guanidin miktarı 2 katına çıkarılarak (G5) elde edilmiştir. Dolayısıyla G31-G55 reçetelerinde özellikle vinil asetat esaslı monomerin nanosole katkı olarak emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen kaplama çözeltileri ile ve/veya üre-formaldehit reçineleri ile çapraz bağlanmanın nanosol içerisinde oluşumu ile çapraz bağlanmanın ve yükama dayanımının artmasına çalıtım tır (ekil 3.10).

Tablo 3.6 Yükamadan önce örneklerin (G1-G30) LOI de erlerinin One-way ANOVAya göre istatistiksel de erlendirmesi

	ANOVA				
	Karelerin toplamı	df	Ortalamaların karesi	F	p (Sig.)
Gruplar arasında	5339,911	37	144,322	49,698	,000
Gruplar içinde	110,351	38	2,904		
Toplam	5450,262	75			

Tablo 3.7 Yükamadan sonra örneklerin (G1-G30) LOI de erlerinin One-way ANOVAya göre istatistiksel de erlendirmesi

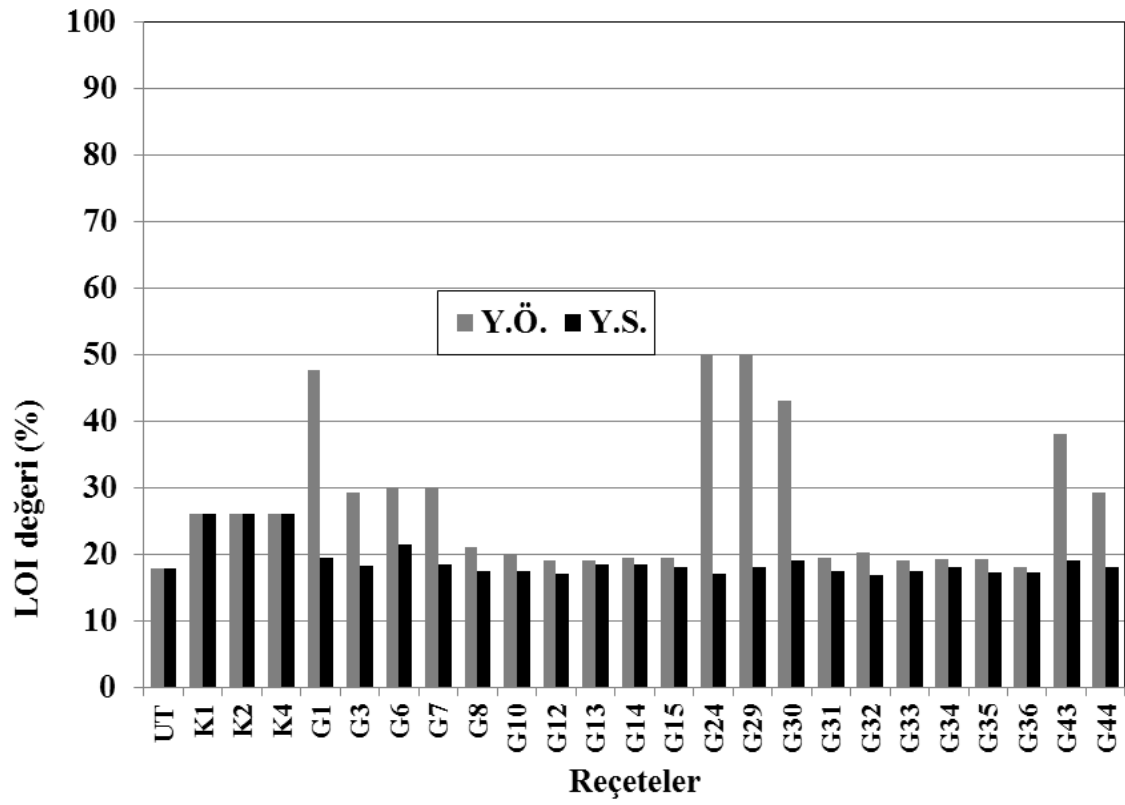
	ANOVA				
	Karelerin toplamı	df	Ortalamaların karesi	F	p (Sig.)
Gruplar arasında	398,716	37	10,776	20,086	,000
Gruplar içinde	20,387	38	,536		
Toplam	419,102	75			

Tablo 3.8 Y²kamadan önce örneklerin (G1-G30) LOI değerlerinin Duncan testine göre istatistiksel olarak grupların karşılaştırılması

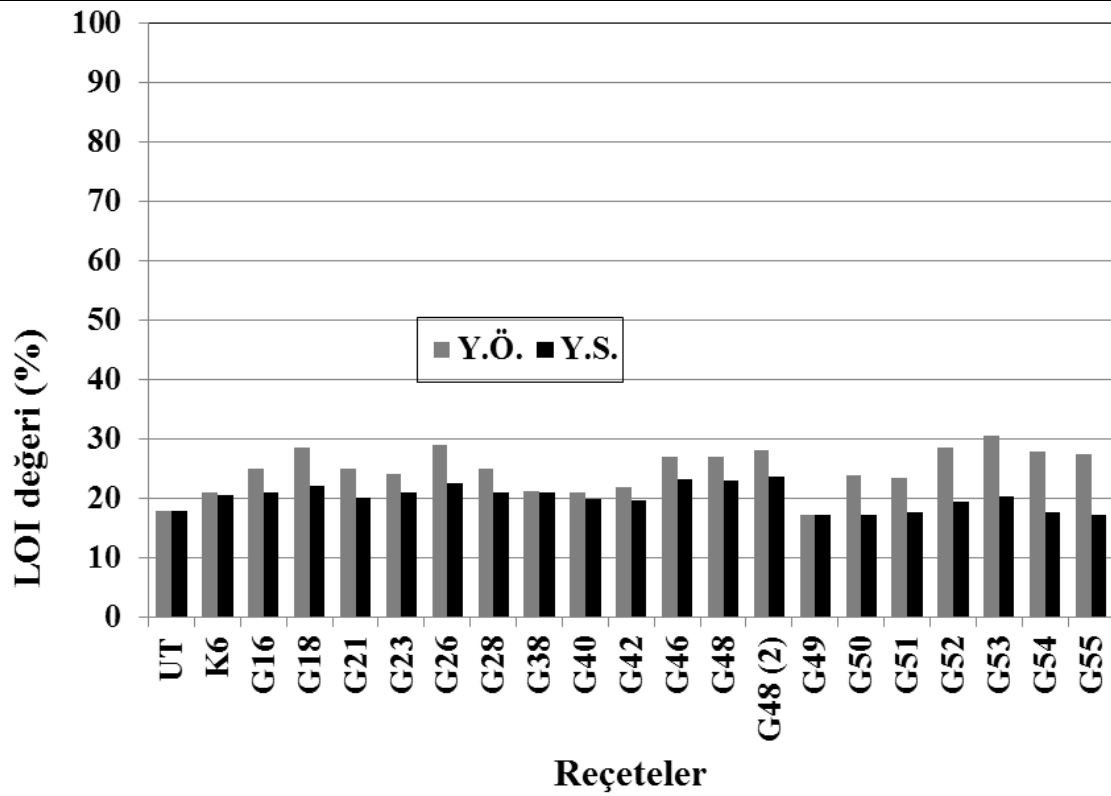
Örnek	N	Duncan (için alt gruplar=.05)													
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
K7	2	17,08													
UT	2	17,79	17,79												
K8	2	18,00	18,00	18,00											
G12	2	18,98	18,98	18,98	18,98										
G13	2	18,98	18,98	18,98	18,98										
K5	2	19,07	19,07	19,07	19,07										
G14	2	19,52	19,52	19,52	19,52										
G15	2	19,52	19,52	19,52	19,52										
G11	2	19,97	19,97	19,97	19,97										
G10	2	20,04	20,04	20,04	20,04										
G9	2	20,56	20,56	20,56	20,56	20,56									
K6	2	21,02	21,02	21,02	21,02	21,02	21,02								
G8	2	21,02	21,02	21,02	21,02	21,02	21,02								
G2	2		21,54	21,54	21,54	21,54	21,54								
G4	2		21,54	21,54	21,54	21,54	21,54								
G27	2			22,06	22,06	22,06	22,06	22,06							
G20	2				22,52	22,52	22,52	22,52							
G23	2					24,50	24,50	24,50	24,50						
G16	2						24,95	24,95	24,95	24,95					
G21	2						24,95	24,95	24,95	24,95	24,95				
G22	2						24,95	24,95	24,95	24,95	24,95				
G25	2						24,95	24,95	24,95	24,95	24,95				
G28	2						24,95	24,95	24,95	24,95	24,95				
G17	2							25,98	25,98	25,98	25,98				
K1	2							26,05	26,05	26,05	26,05	26,05			
K2	2							26,05	26,05	26,05	26,05	26,05			
K4	2							26,05	26,05	26,05	26,05	26,05			
G18	2								28,48	28,48	28,48	28,48	28,48		
G5	2								28,56	28,56	28,56	28,56	28,56		
G26	2									28,96	28,96	28,96	28,96		
G3	2										29,20	29,20	29,20		
G7	2											30,00	30,00		
G6	2											30,06	30,06		
G19	2												31,07		
G30	2													43,04	
G1	2														47,61
G24	2														50,03
G29	2														50,03
Sig.		,060	,074	,053	,091	,053	,059	,056	,052	,054	,112	,050	,197	1,000	,189

Tablo 3.9 Y²kamadan sonra örneklerin (G1-G30) LOI de erlerinin Duncan testine göre istatistiksel olarak gruplar²n kar ıla tırılması²

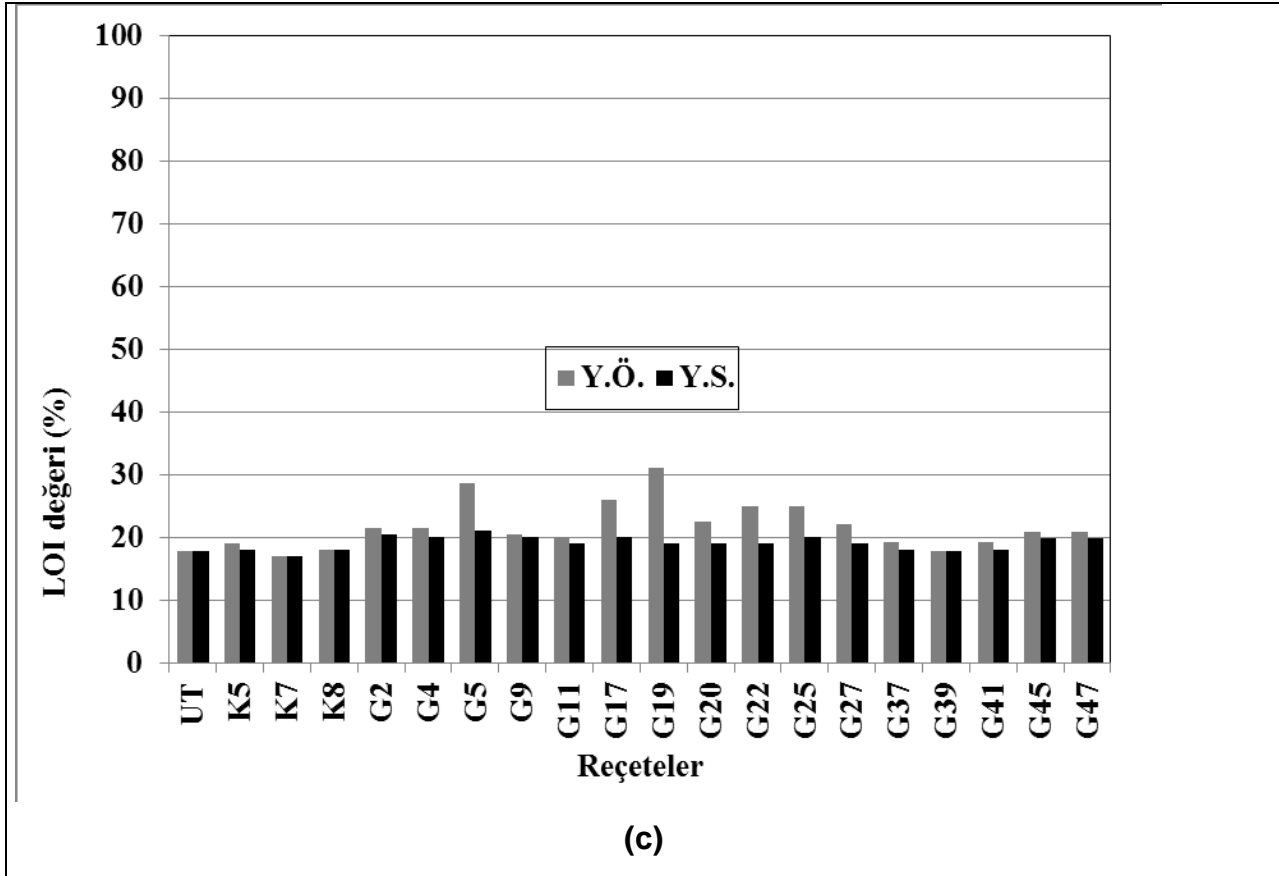
Örnek	N	Duncan (için alt gruplar=.05)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
K7	2	17,08										
G12	2	17,08										
G24	2	17,08										
G8	2	17,54	17,54									
G10	2	17,54	17,54									
UT	2	17,79	17,79	17,79								
K5	2	18,00	18,00	18,00								
K8	2	18,00	18,00	18,00								
G29	2	18,00	18,00	18,00								
G15	2	18,07	18,07	18,07								
G3	2	18,25	18,25	18,25	18,25							
G7	2	18,53	18,53	18,53	18,53	18,53						
G13	2	18,53	18,53	18,53	18,53	18,53						
G14	2	18,53	18,53	18,53	18,53	18,53						
G11	2		18,98	18,98	18,98	18,98	18,98					
G19	2		19,07	19,07	19,07	19,07	19,07					
G20	2		19,07	19,07	19,07	19,07	19,07					
G22	2		19,07	19,07	19,07	19,07	19,07					
G27	2		19,07	19,07	19,07	19,07	19,07					
G30	2		19,07	19,07	19,07	19,07	19,07					
G1	2			19,52	19,52	19,52	19,52	19,52				
G4	2				19,97	19,97	19,97	19,97	19,97			
G17	2				19,97	19,97	19,97	19,97	19,97			
G21	2				19,97	19,97	19,97	19,97	19,97			
G25	2				19,97	19,97	19,97	19,97	19,97			
G9	2					20,04	20,04	20,04	20,04			
K6	2						20,49	20,49	20,49	20,49		
G2	2						20,49	20,49	20,49	20,49		
G5	2							21,01	21,01	21,01	21,01	
G28	2							21,01	21,01	21,01	21,01	
G16	2							21,02	21,02	21,02	21,02	
G23	2							21,02	21,02	21,02	21,02	
G6	2								21,48	21,48	21,48	
G18	2									22,06	22,06	
G26	2										22,52	
K1	2											26,05
K2	2											26,05
K4	2											26,05
Sig.		,106	,091	,057	,058	,094	,093	,093	,091	,073	,080	1,000



(a)



(b)



ekil 3.11 lem görmeyen kuma ve (a) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra LOI de erleri

Polimer içermeyen güç tutu urluk ve su-ya iticilik kombinasyonu çal² malarda (ekil 4. a)) en yüksek LOI de erleri y²kamadan önce G24 (50,03) ve G29 (50,03) reçeteleri ile y²kamadan sonra ise K1, K2, K6 (%26,05) konvansiyonel reçeteleri ve sonras²nda s²ras²yla G6 (%21,48) reçetesiyle elde edilmi tir.

Konvansiyonel ve ticari vinil asetat polimerini içeren reçetelerle (ekil 4.b)) en yüksek LOI de erleri y²kamadan önce s²ras²yla G53 (%30,47), **G26 (%28,96)**, **G18 (%28,48)**, G52 (%28,45), G48(2) [%27,96] reçeteleri, y²kamadan sonra s²ras²yla **G48(2) [%23,54]**, G46 (%23,21), G48 (%22,93) reçetesi ile elde edilmi tir.

Florkarbon ve akrilat esaslı polimerlerle çalılarak üretilen reçetelerde (ekil 4.c)) en yüksek temas açışında erleri ykamadan önce sırasıyla G19, G5, ykamadan sonra sırasıyla G5 (%21,05) ve G2 (%20,49) reçeteleriyle elde edilmiştir.

Genel olarak yorumlandığında ykamada önce en yüksek LOI değerleri G43, G44, G46, G48 ve **G 48(2)** reçeteleri ile elde edilmiştir. Antimon asetat, borik asit ve çinko asetat katkı nanosoller ile yüksek LOI değerleri elde edilememiştir. Ykamaya dayanıklılık açısından da en yüksek LOI sonuçları G46 ve **G48(2)** reçeteleri ile sırasıyla %23,21 ve **%23,54** olarak elde edilmiştir. Dolayısıyla üre ve formaldehit ilavesi ile ykamaya dayanıklı LOI değerleri (G26) 22,52'den (G48(2)) 23,54 değerine yükselmiştir. Polivinil asetat polimerinin ve üre ve formaldehit ilavesinin kuma örneklerinin LOI değerlerinin ykamaya dayanımını etkilediği bulunmuştur.

Sonuç olarak guanidin fosfat ile elde edilen güç tuturluk etkilerinin yüksek olduğu ve ticari vinil asetat polimeri ve üre-formaldehit çapraz bağlayıcı maddeleri ve guanidin fosfat (11,64 gr) ilave edildiğinde ykamaya nispeten dayanıklı güç tuturluk etkilerinin gözlemlendiği tespit edilmiştir. Emülsiyon polimerizasyonu ile polimerizasyon aamasında nanosolün ilavesinin dayanım özelliklerini geliştirmede sonuçuna varılmıştır. Sonuç olarak ykamaya dayanıklı su-yalıtıcı ve güç tuturlu özellik **G18 ve G48(2)** reçeteleri ile elde edilmiştir (ekil 3.10).

3.7 Dikey Güç Tuturluk Testi Sonuçları

Seçilmiş kuma örneklerinin dikey yakma testine göre alev yayılma süreleri tespit edilerek güç tuturluk özellikleri değerlendirilmiştir. G6, G24, G29, G53 reçeteleri ile ilgili gören kumaların ykamadan önce güç tuturlu özellik gösterirken, ykamadan sonra güç tuturlu özelliklerini kaybettiği tespit edilmiştir. İlgilen gören kumaların güç tuturlu özelliklerinin ykamaya dayanımını artırmak için polivinil asetat esaslı ticari (G18, G26, G48 (2)) ve emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen (G53) polimerik kombinasyonlar denenmiştir. Ticari polimer kullanılarak yapılan çalılmalarda ykamaya dayanıklı güç tuturlu etkileri elde edilirken (ykamadan sonra %22,06-23,54 aralığında LOI değerleri), emülsiyon polimerizasyonu ile monomer aamasında nanosol ile karıştırılarak yapılan çalılmalarda ykamaya dayanıksız (ykamadan sonra

%20,54 LOI de eri) güç tutu urluk etkisi elde edilmi tir. Fakat hala elde edilen güç tutu urluk etkisi konvansiyonel reçete ile i lem gören kuma ın güç tutu urluk de erinden dü üktür (%23,54<%26,05). Fakat konvansiyonel reçetede 400 g/l gibi yüksek konsantrasyonda güç tutu urluk maddesi (Ruco Flam PCE-T) kullanılmasından dolayı, bu proje çalı masında kullanılan reçete ile (G48(2)) çok daha dü ük konsantrasyonda ykama dayanıklı güç tutu urluk etkisi elde edilmesi nedeniyle yapılan çalı ma konvansiyonel i lemlere göre avantajlıdır (Tablo 3.11, ekil 3.12).

Tablo 3.10 Seçilmi baz² su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lem reçeteleri

Kimyasal maddeler	G6	G24	G29	G18	G26	G48-2	G53
TEOS	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml	11 ml
Etanol	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml	50 ml
H ₂ O	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml	35 ml
HCl (0,01 N)	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml	15 ml
Ruco Guard AFB Conc (AFB)	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)	-	0,575 gr (5 gr/l)	-	0,575 gr (5 gr/l)	0,575 gr (5 gr/l)
Dynasylan 9116 (HDMS)	4 ml	4 ml	-	4 ml	-	4 ml	4 ml
H ₃ PO ₄ (FA)	-	-	-	-	-	-	-
Guanidin fosfat (GF)	5,82 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr	11,64 gr
Üre	2,22 gr	-	-	-	-	2,22 gr	
Formaldehit	-	-	-	-	-	5,54 ml	
Ruco Coat FX 8000 (FX)	-	-	-	20 gr	20 gr	20 gr	20 gr
Ruco Coat VA 7110	-	-	-	100 gr	100 gr	100 gr	
Vinil asetat							40 ml
Su							40 ml
Tween 20							4 ml
Potasyum persülfat							0,4 gr

Tablo

3.11

Seçilmi baz² su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lem reçeteleri ile i le m gören kuma örneklerinin TG analizi sonucu a ırık kayıplar, LOI de erleri ve alev yayılma süreleri

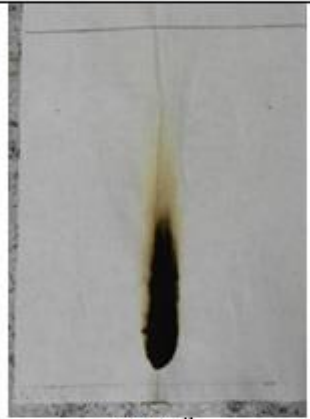
	A ırlık Kaybı, %	LOI de erleri (%)		Alev yayılma süreleri	
		Y.Ö.	Y.S.	YÖ	YS
lemsiz kuma	90,60	17,79	17,79	4,74 sn	4,74 sn
K1	69,00	26,05	26,05	Yanmad ²	Yanmad ²
G6	62,53	30,06	21,48	Yanmad ²	5,12 sn
G24	-	50,03	17,08	Yanmad ²	5,56 sn
G29	65,10	>50,03	18,00	Yanmad ²	5,73 sn
G53	70,24	30,47	20,34	Yanmad ²	13 sn
G18	71,78	28,48	22,06	Yanmad ²	Yanmad ²
G26	70,80	28,96	22,52	Yanmad ²	Yanmad ²
G48(2)	72,39	27,96	23,54	Yanmad ²	Yanmad ²



K1 Y.O.



K1 Y.S.



G6 Y.O.



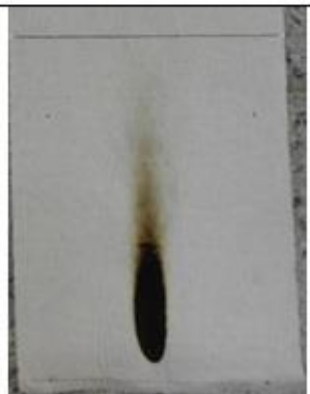
G6 Y.S.



G24 Y.O.



G24 Y.S.



G29 Y.O.



G29 Y.S.



G53 Y.O.



G53 Y.S.



G18 Y.O.



G18 Y.S.



G26 Y.O.



G26 Y.S.



G48 (2) Y.O.



G48 (2) Y.S.

ekil 3.12 Seçilmi baz² su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lem reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin y²kamadan önce ve sonra dikey yakma testi sonucu görüntüleri

3.8 DTA-TG Analizi Sonuçları

Bu analizlerinin TG ve DTA e rileri s²ras²yla ekil 3.13 ve 3.14de verilmi tir. TG analizi sonuçlar²na göre i lemsiz kuma ın a ırlık kayb² %90.60, konvansiyonel güç tutu urluk reçeteleri ile s²ras²yla K2 (%63,64) < K4 (65,42) < K1 (69,00) reçetelerine göre a ırlık kayb² de erleri elde edilirken, nanosol reçetelerine göre i lem gören kuma örneklerinde ise dü ükten yüksek e s²ras²yla G1 (%60,02) < G46 (%62,22) < G6 (%62,53) < G3 (%64,00) < G7 (%64,28), yüksekten dü ü e s²ras²yla G50 (%81,95) > G49 (%80,20) > G43 (%80,12) > G52 (%74,77) > G48 (%74,68) > G28 (%73,87) > G16 (%72,65) reçetelerine göre a ırlık kayb² de erleri elde edilmi tir. Bu da yanma sonunda kalıt² miktar²ndaki art² 2 göstermektedir (Tablo 3.12).

DTA grafikleri ise kuma örneklerin 2s² ile verdi i endo ve ekzotermik reaksiyon rejimlerindeki de i imleri göstermektedir. Grafiklerde görülen ilk endotermik pik s²cakl² ında suyun uzakla mas², ilk ekzotermik pik s²cakl² ında CO₂, H₂O ve di er yanabilen maddelerin parçalanmas² (dekompozisyon), ikinci ekzotermik pik s²cakl² ında ise kömürsü kalıt²lar²ın oksidasyonu gerçekleşmektedir.

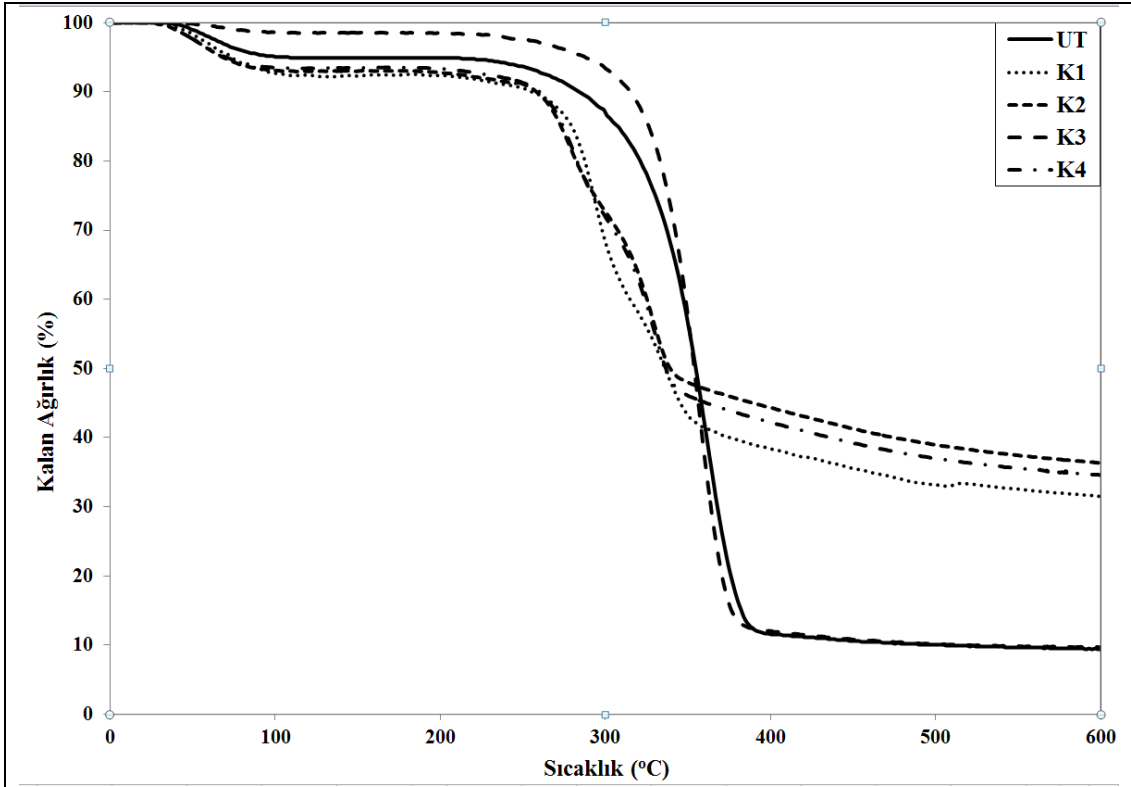
Dekompozisyon sıcaklıklarındaki, aktivasyon enerjilerindeki ve kütlele kayıplarındaki dü ü i lemin güç tutu ur özellik kazandırd² 2 göstermektedir.

Konvansiyonel reçetelerde K1 reçetesi (19,44 J/g) ile 1. ekzotermik pik s²cakl² 2 için en dü ük aktivasyon enerjisi de eri ve nanosol reçeteleri ile s²ras²yla G1 (13,55 J/g) < G44 (13,78 J/g) < **G48(2) (15,39 J/g)** 1. ekzotermik pik s²cakl² 2 için en dü ük aktivasyon enerjisi de erleri elde edilmi tir. Ayr²ca G1, G30 ve G29 reçeteleri ile en dü ük 1. Ekzotermik pik s²cakl² 2 elde edilmi tir. Dolay²s²yla bu reçetelerle i lem gören kuma örneklerinin güç tutu ur özellik kazandırd² 2 sonucuna varılm² tır. Dikey güç tutu urluk testinde de y²kamaya dayanıklı su-ya iticilik ve güç tutu urluk etkileri veren G18 ve G48(2) reçeteleri ile ise s²ras²yla %71,78; %72,39 a ırlık kayb² de erleri; 1. Ekzotermik pik s²cakl² 2 309 °C, 308 °C de erleri elde edilmi tir. Bu

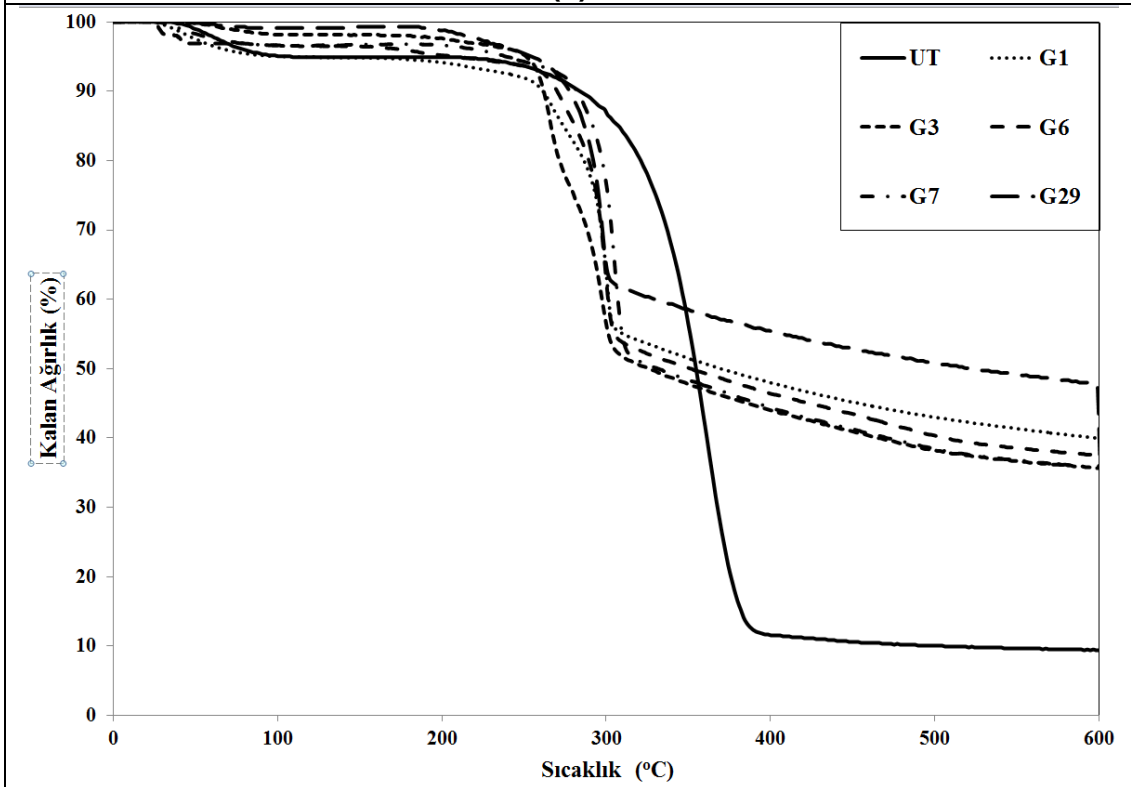
sonular da bu kuma rneklerinin gç tutu rluk zellik gsterdi i sonucunu desteklemektedir (Tablo 3.12).

Tablo 3.12 Seilmi kuma rneklerinin endo ve ekzotermik reaksiyon s²caklık aralıkları², aktivasyon enerjileri ve ekzotermik pik s²caklıkları²

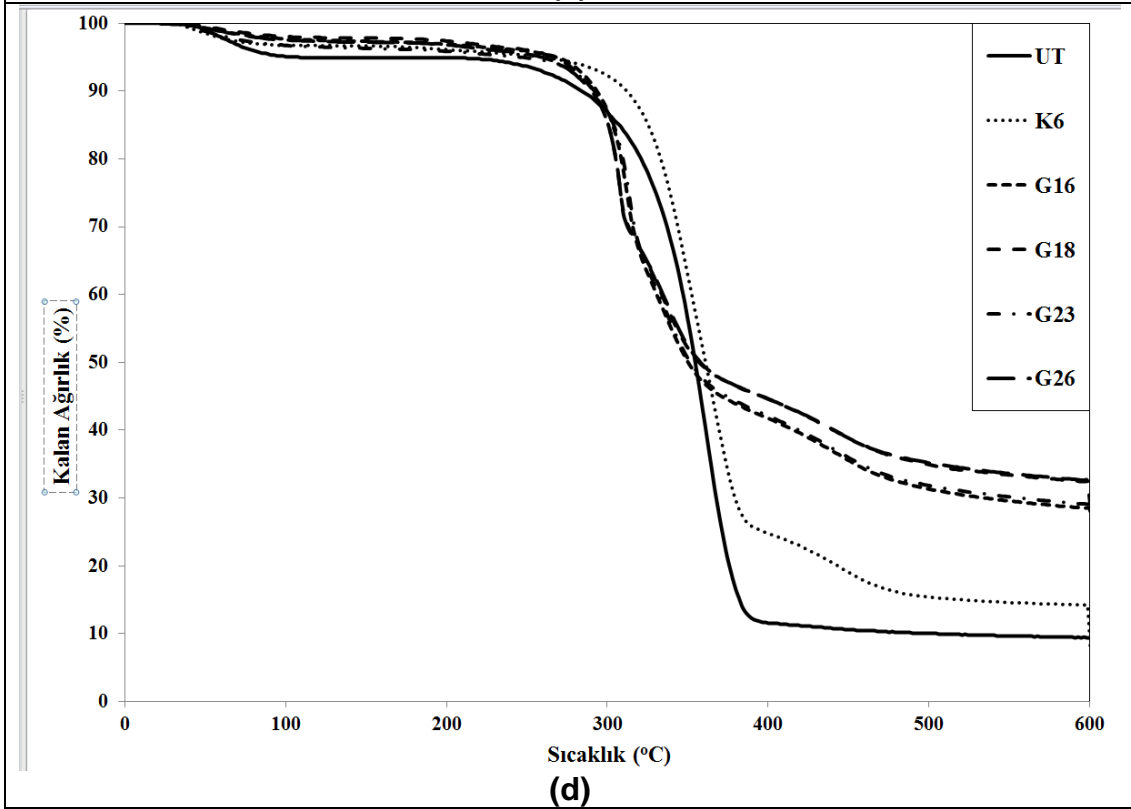
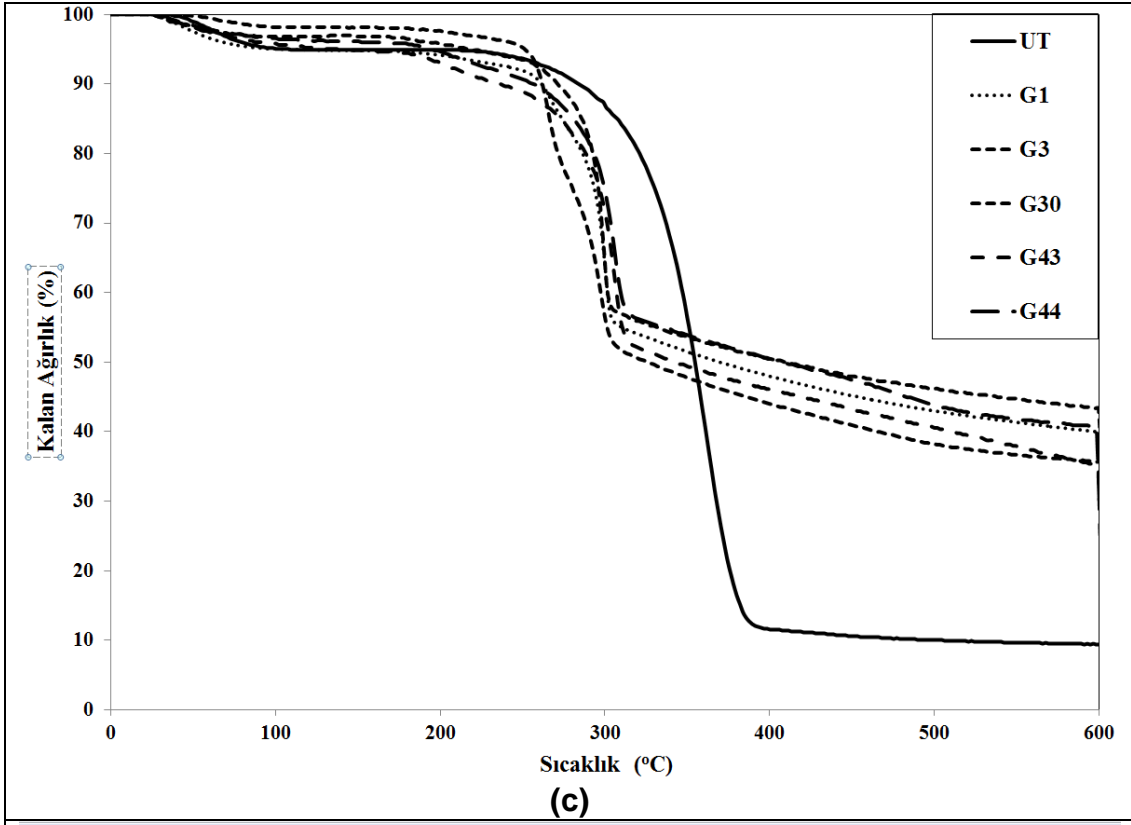
	A irlık Kaybı, %	1. Ekzotermik sıcaklık aralığı, °C	Aktivasyon enerjisi, J/g	1. Ekzotermik pik sıcaklığı, °C
UT	90,60	232,94-386,13	-	397
K1	69,00	311,02-370,91	19,44	344
K2	63,64	294,01-348,81	34,27	332
K3	90,42	237,98-379,14	-	384
K4	65,42	295,97-348,50	27,24	334
G1	60,02	277,04-312,75	13,55	299
G3	64,00	249,95-304,53	-	322
G6	62,53	245,29-318,90	-73,91	315
G7	64,28	281,08-320,36	-	320
G29	65,10	289,16-306,27	40,42	299
G30	64,60	288,74-308,13	28,27	299
G43	80,12	297,46-319,80	32,89	308
G44	70,24	291,89-317,37	13,78	304
K6	92,04	360,58-389,26	-	390
G16	72,65	298,20-324,74	35,44	312
G18	71,78	294,47-322,66	48,36	309
G23	70,90	296,74-324,67	42,12	313
G26	70,80	294,34-321,48	47,03	309
G28	73,87	296,80-331,03	37,36	315
G46	62,22	302,58-327,63	22,02	315
G48	74,68	303,54-329,88	29,45	315
G48(2)	72,39	288,45-307,04	15,39	308
G49	80,20	264,24-374,43	-	375
G50	81,95	271,89-324,83	-	334
G51	72,53	279,02-326,56	-	323
G52	74,77	286,88-322,63	33,18	309
G53	70,24	290,79-320,67	32,79	307
G54	68,13	292,75-317,71	-	346
G55	72,09	284,37-332,63	18,39	335
K5	85,27	297,67-428,89	-	426
G5	67,78	286,93-321,03	28,66	310

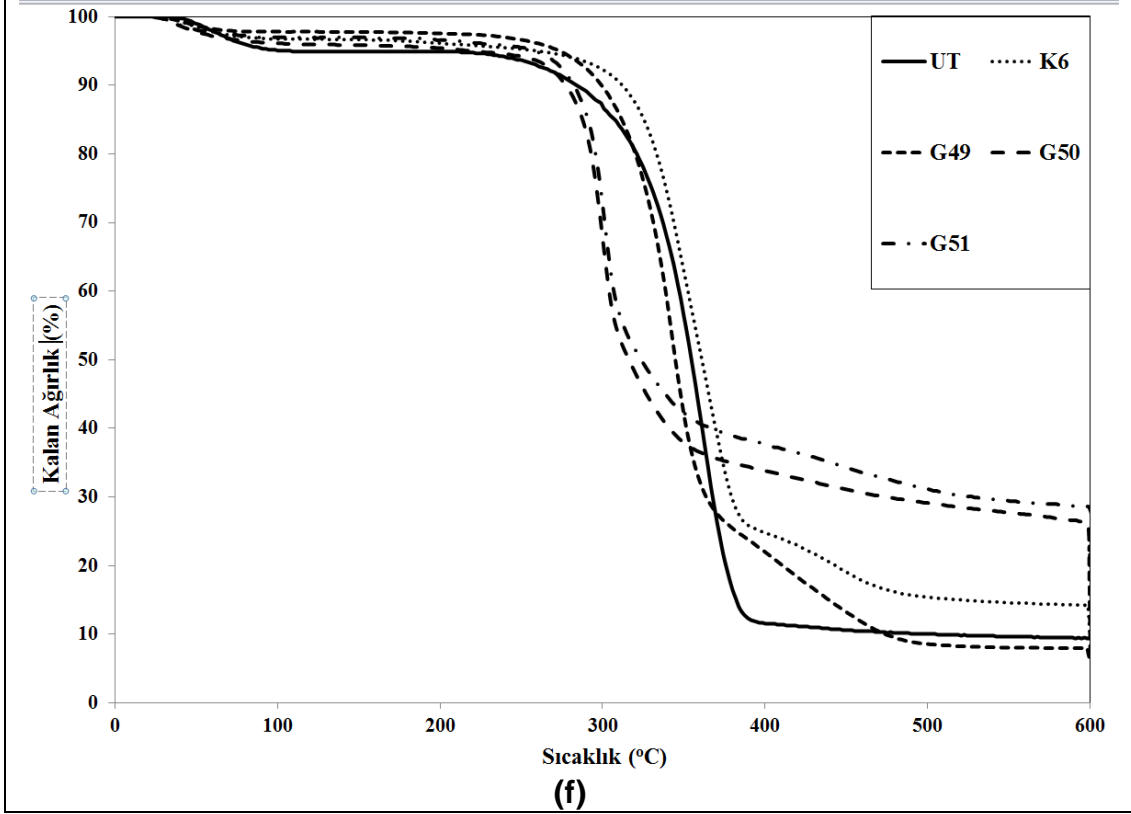
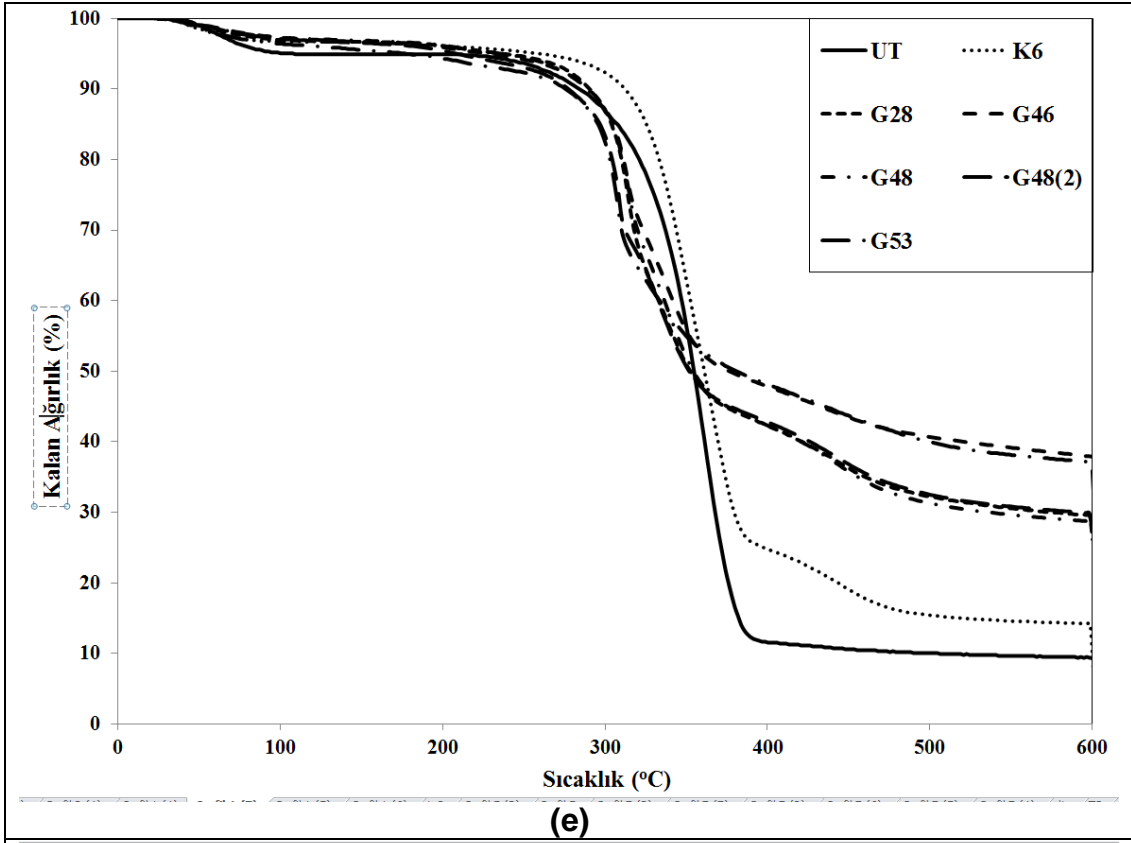


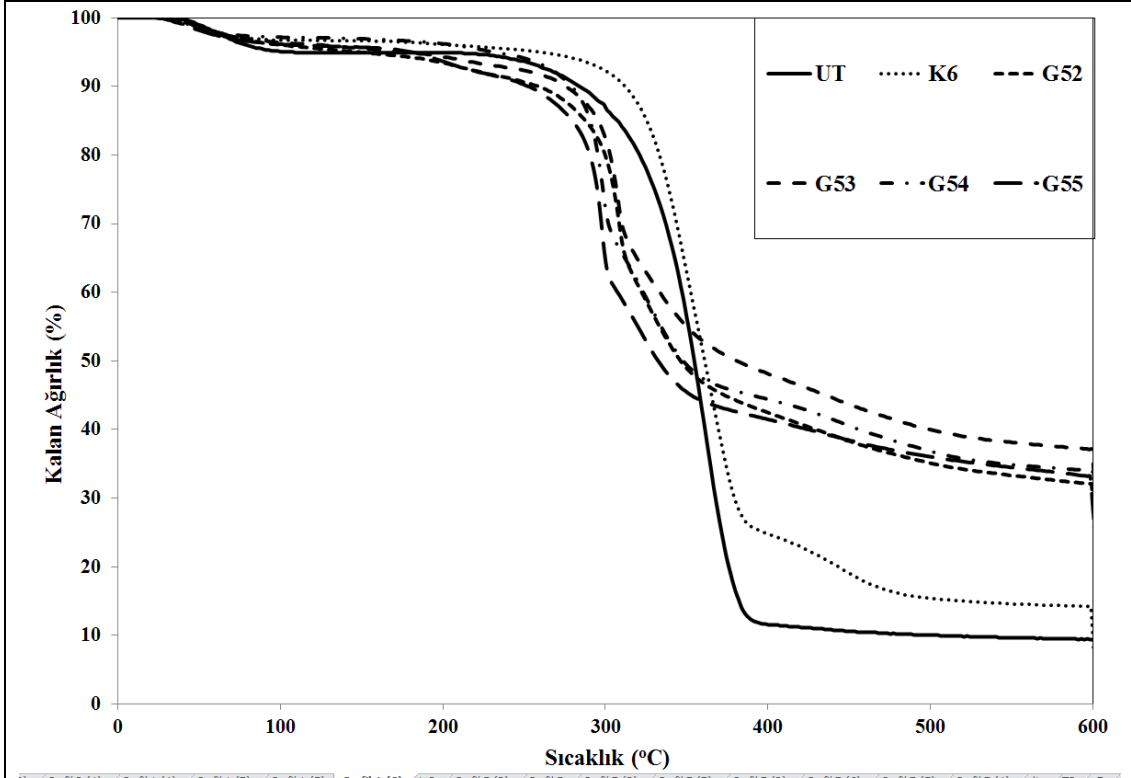
(a)



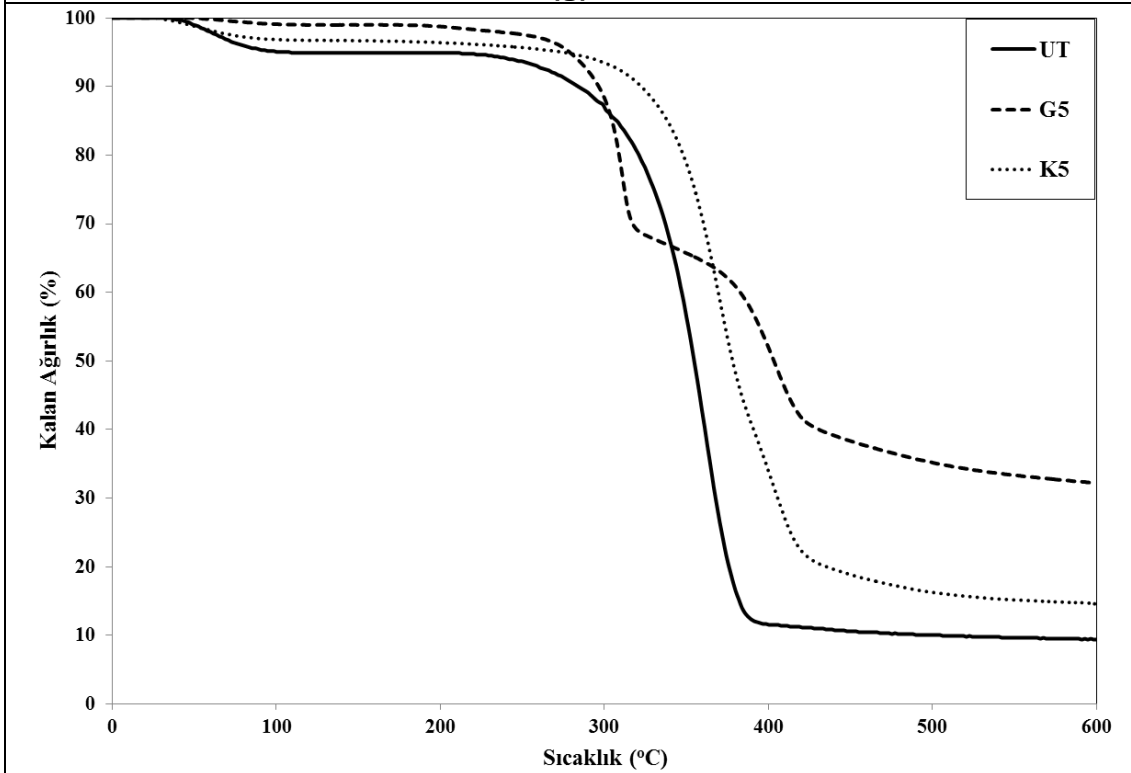
(b)







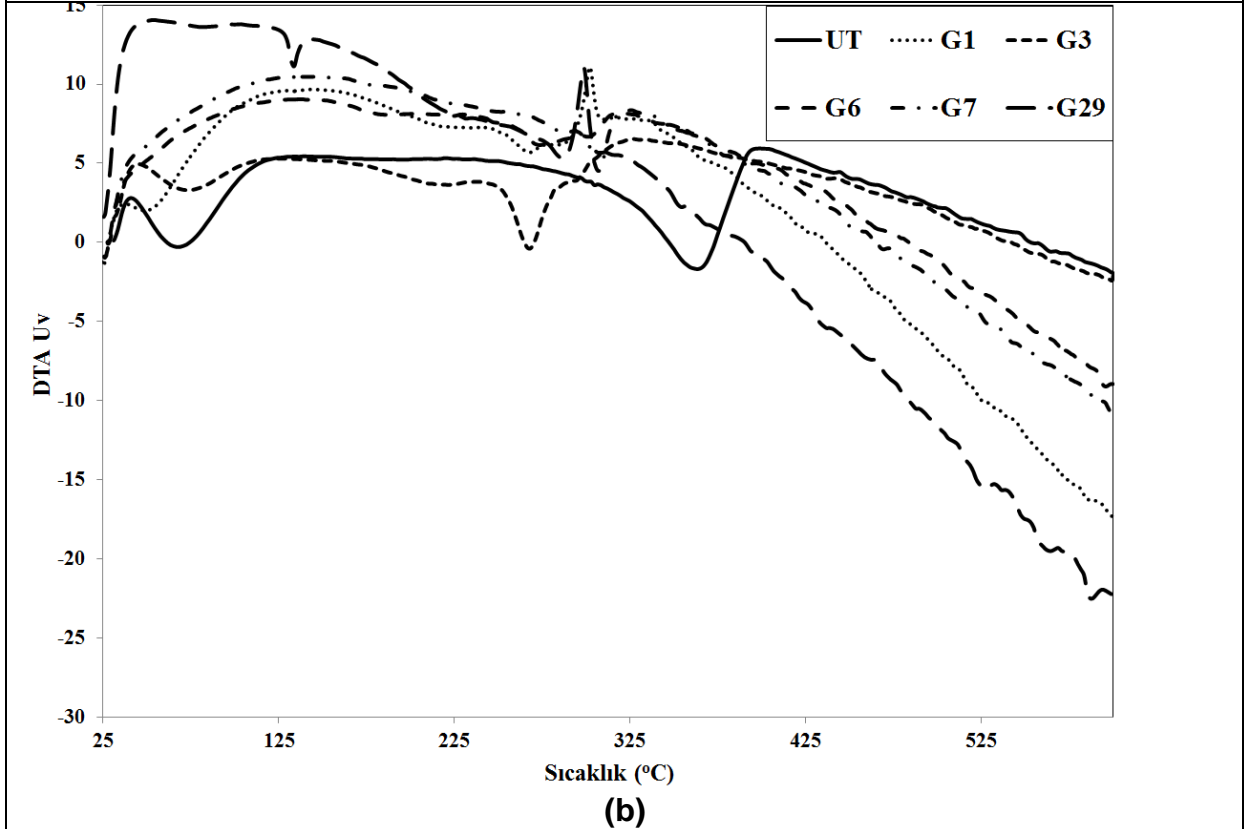
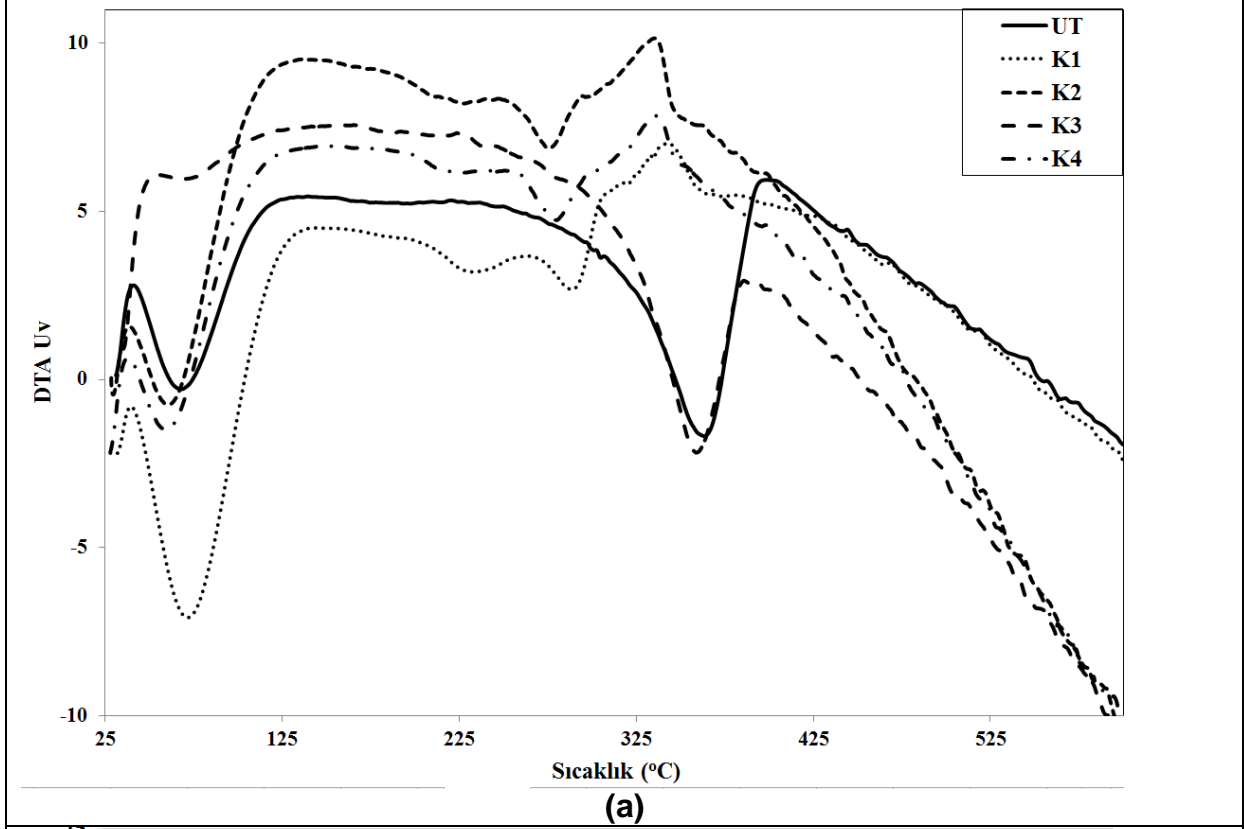
(g)

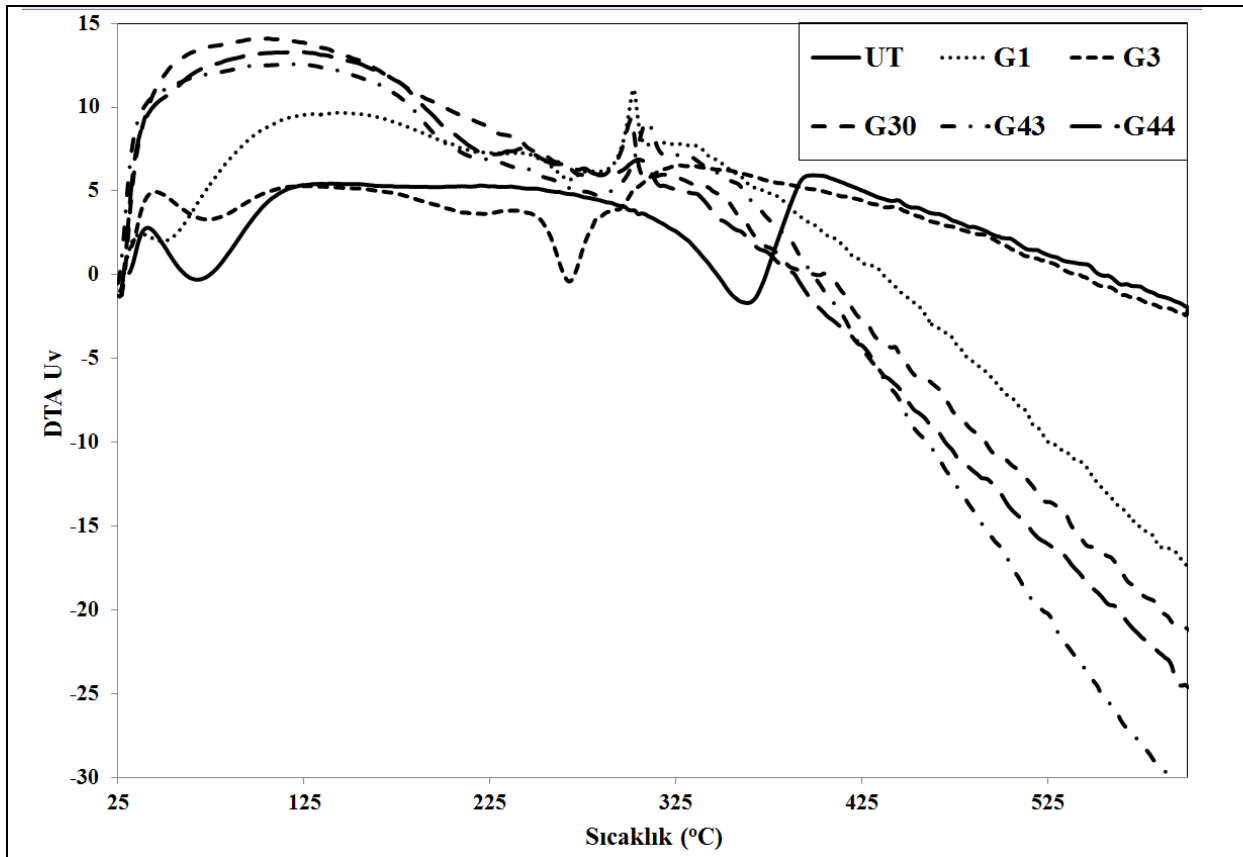


(h)

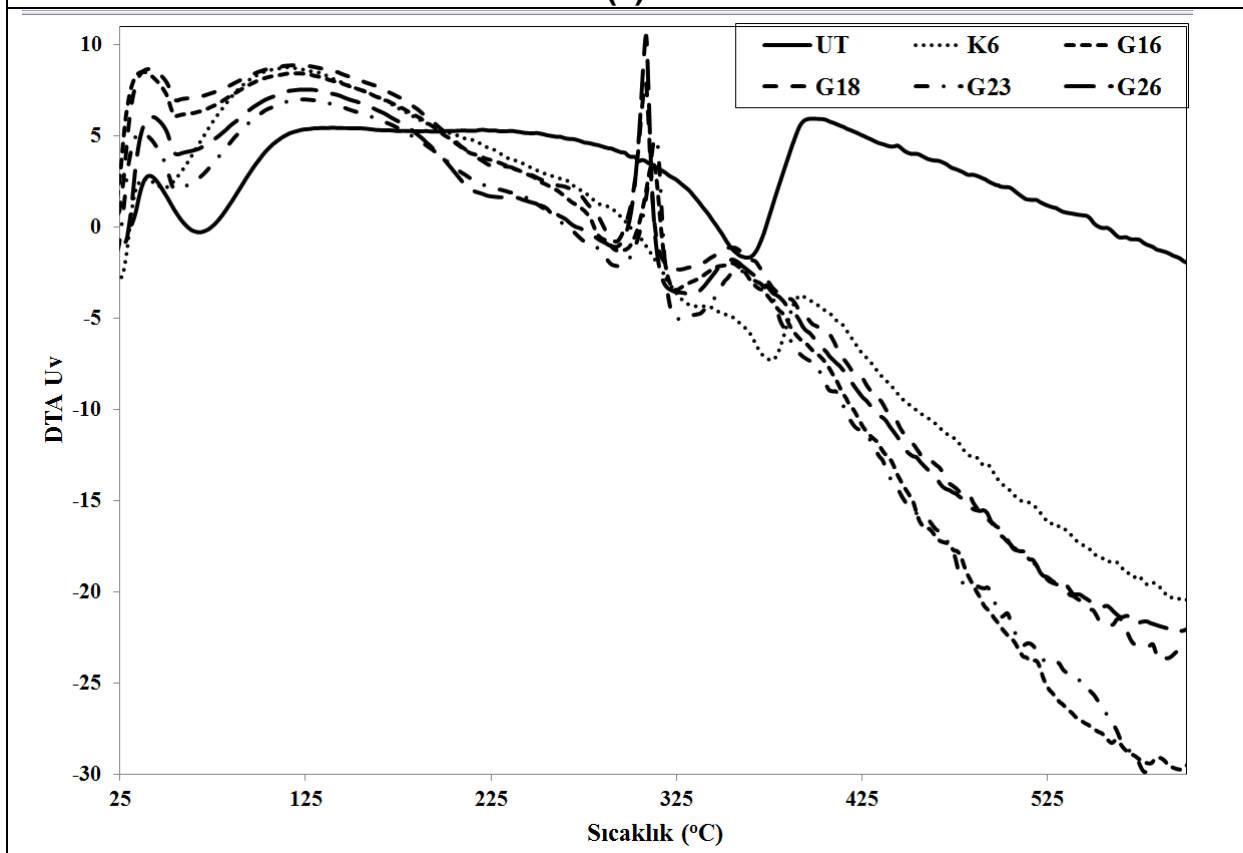
ekil 3.13 lem görmeyen kuma ve (a) Konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b, c) Polimer içermeyen seçilmi su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d, e, f, g) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya

ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri, (d) Akrilat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin TG grafikleri

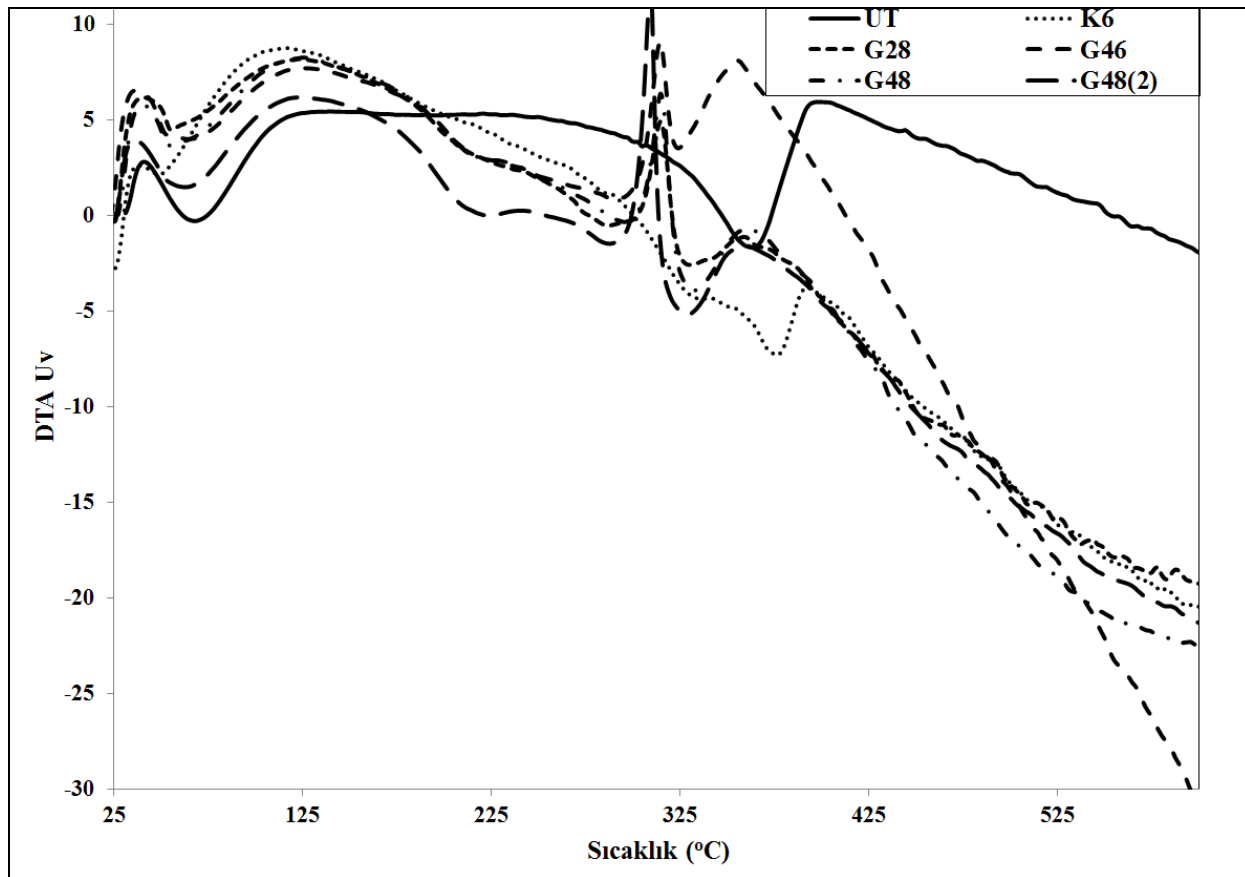




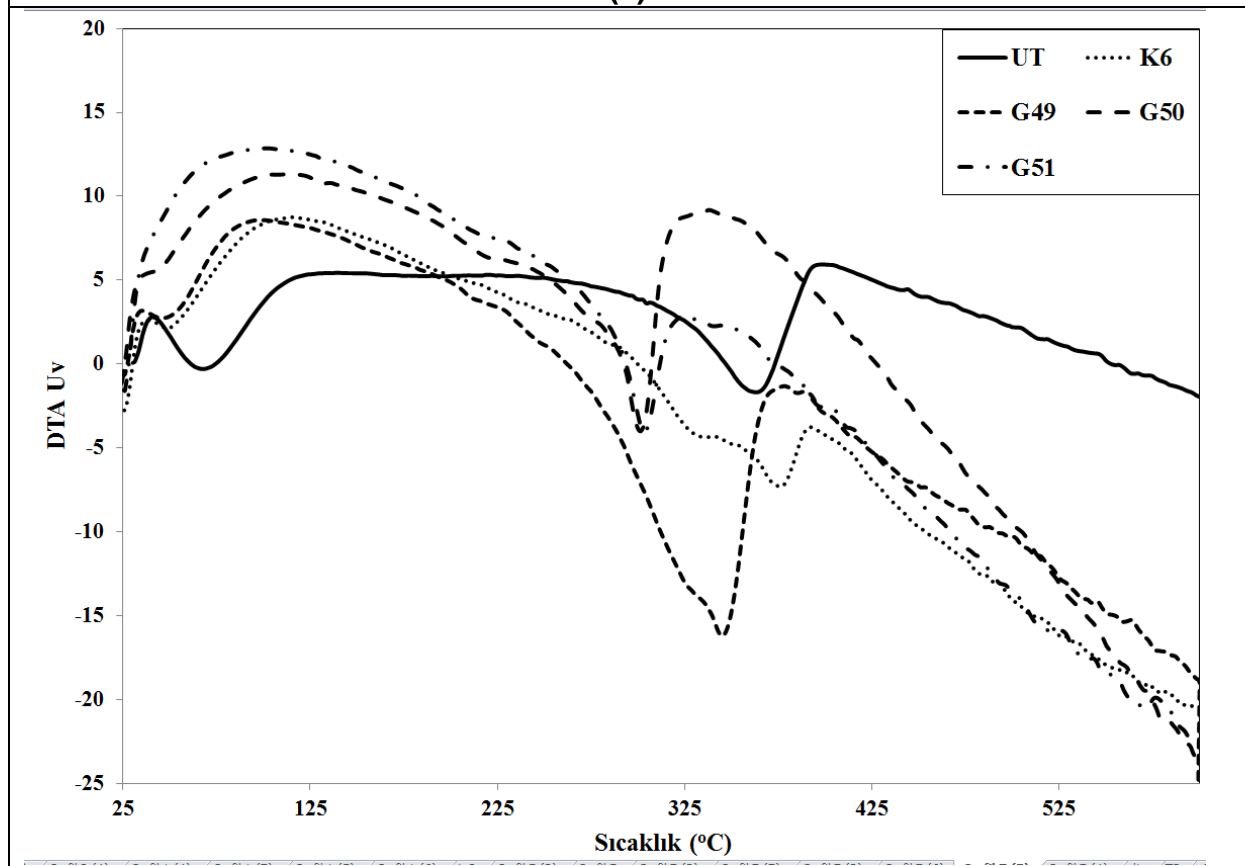
(c)



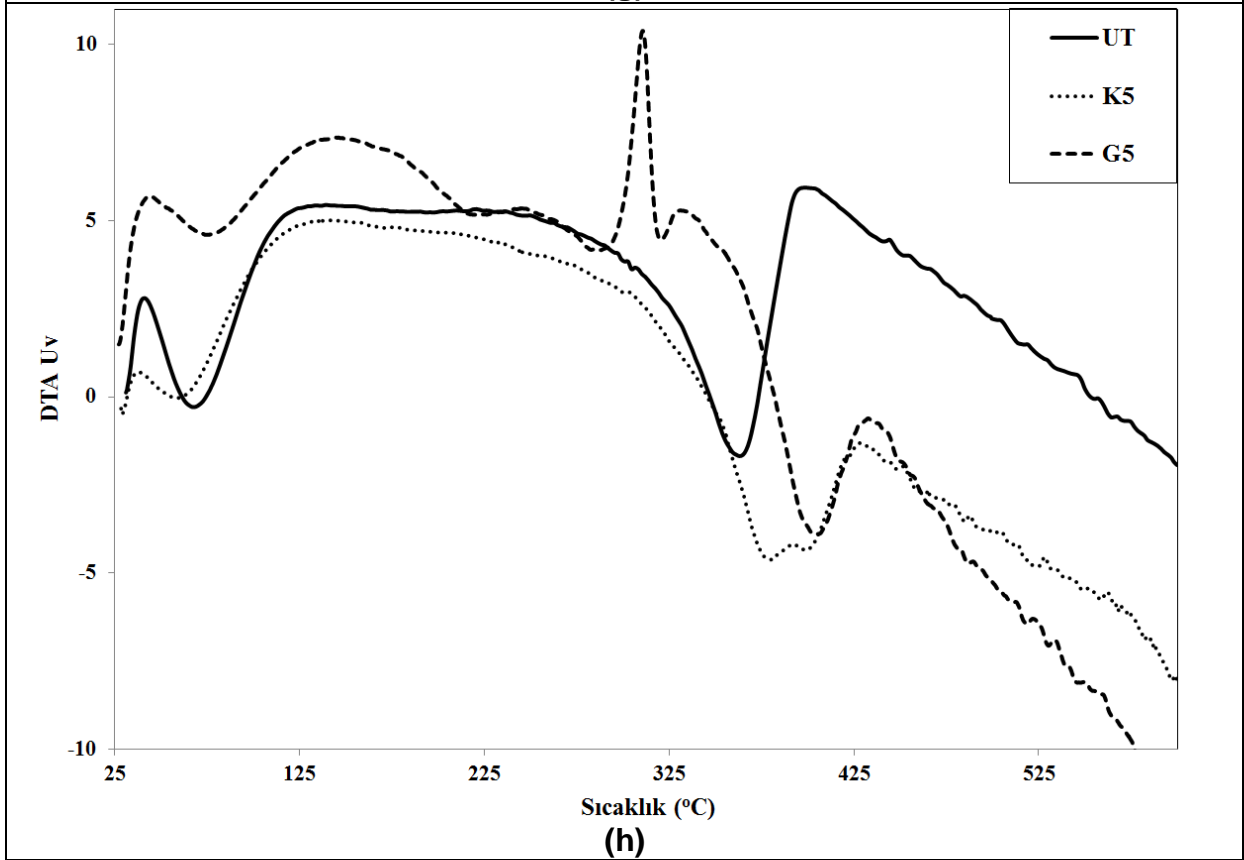
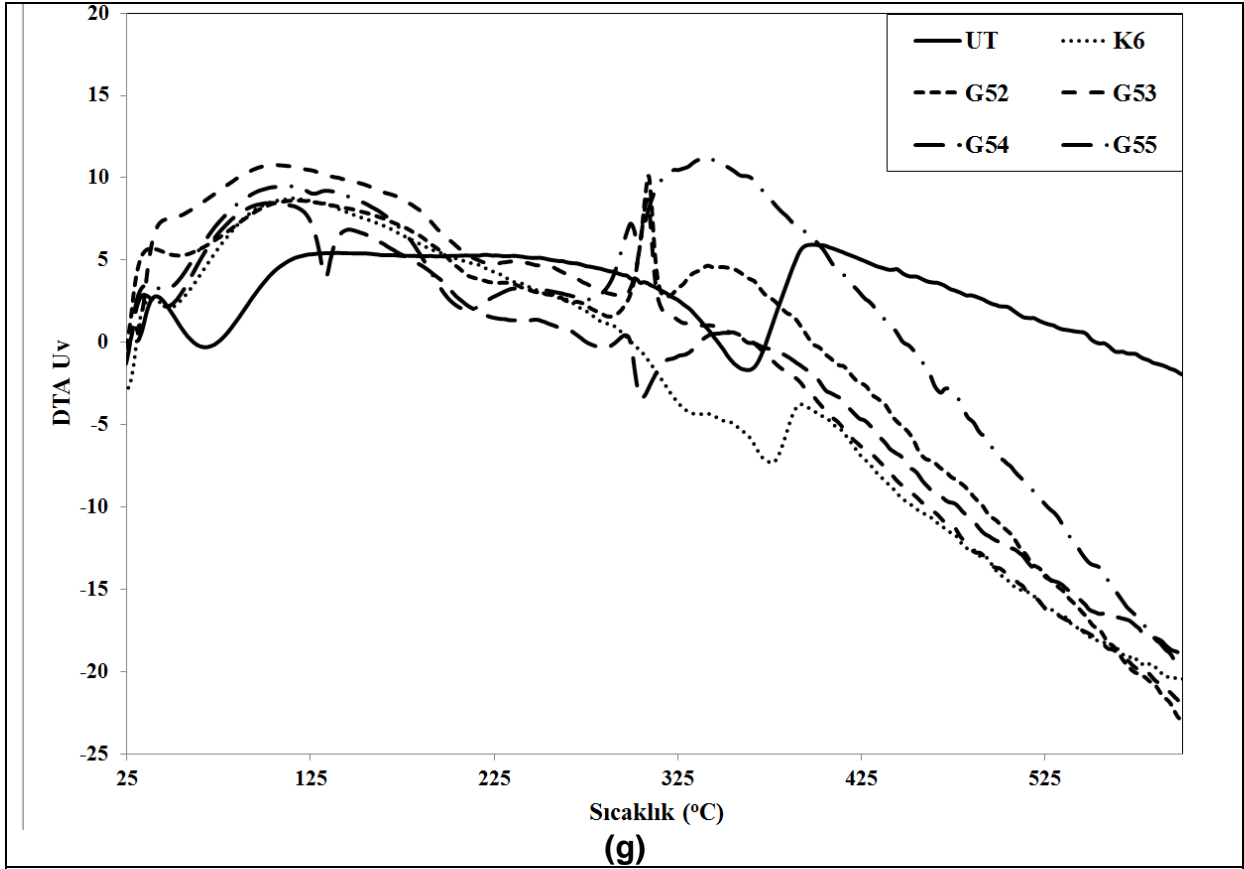
(d)



(e)



(f)

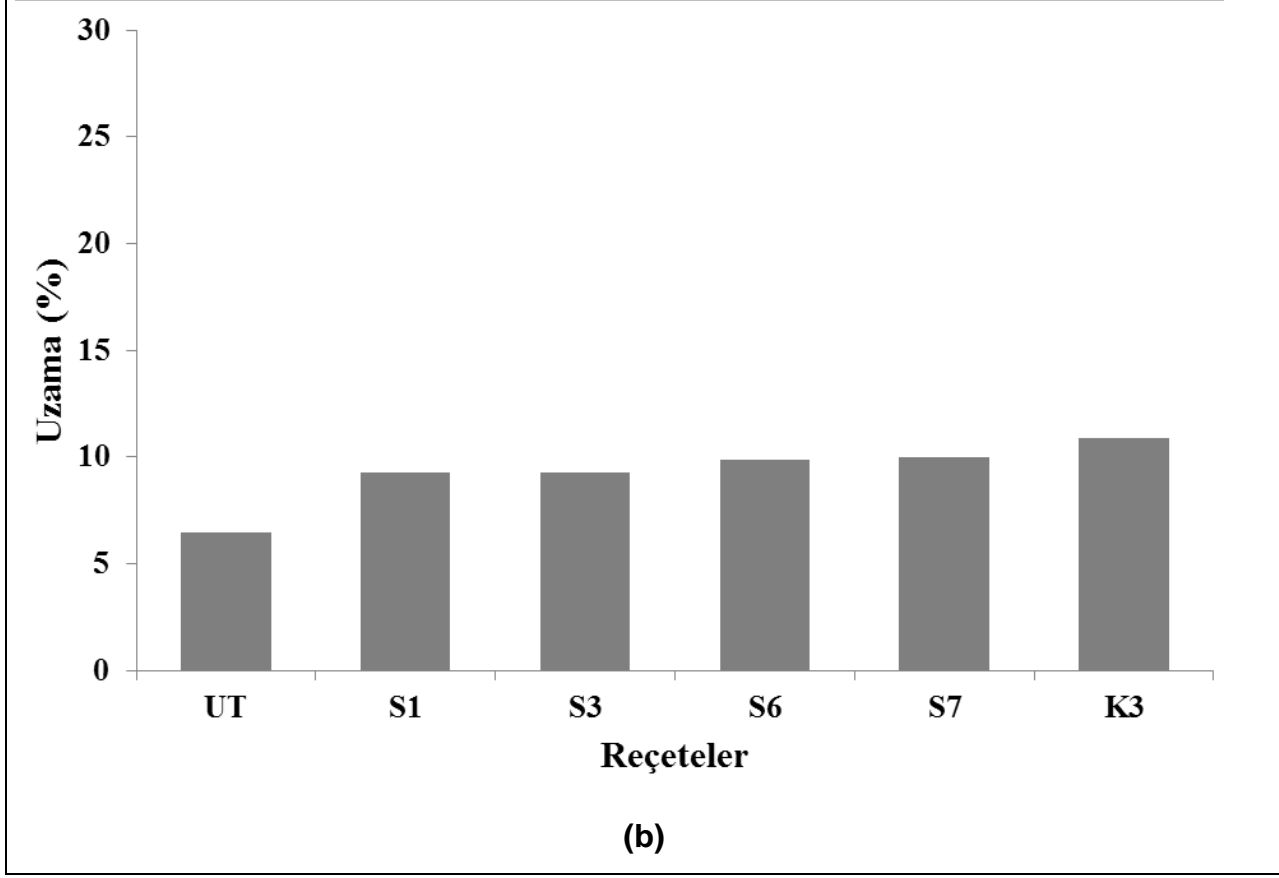
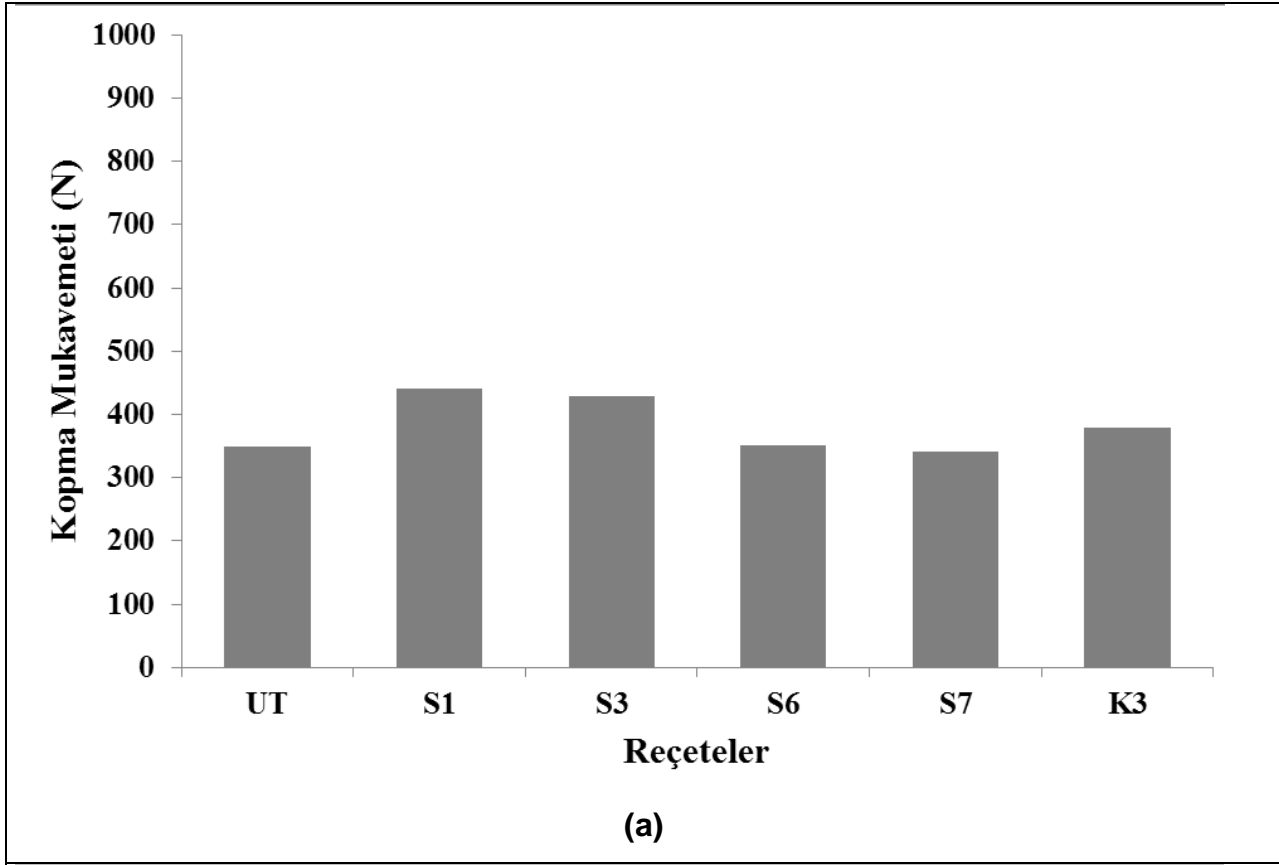


ekil 3.14 lem görmeyen kuma ve (a) Konvansiyonel su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (b, c) Polimer içermeyen seçilmi su-ya ve/veya güç

tutu ırluk i lemi reęeteleri, (d, e, f, g) Vinil asetat esaslı polimerleri ięeren su-ya ve/veya güę tutu ırluk i lemi reęeteleri, (d) Akrilat esaslı polimerleri ięeren su-ya ve/veya güę tutu ırluk i lemi reęeteleri ile i lem gören kuma örneklelerinin DTA grafikleri

3.9 Kopma Mukavemeti ve Uzama Sonuęları

Kaplama yapılan kumaların mukavemet de erlerinde önemli bir dü ü gözlenmezken, asidik pHdaki nanosol çözeltileriyle kaplanan kumaların mukavemet de erlerinde i lem görmemi kuma a göre 349,8 N'dan 441,3 (S1) ve 428,5 N (S3) önemli miktarda artı gözlendi i bulunmu tur. Bunun Si esaslı nanosol çözeltileri ile asidik ko ullarda yapılan kaplamaların, dayanım artı etkilerinden kaynaklandı ü ünülmektedir. Bununla birlikte asidik çözeltide nanosol çözeltileri h₂zli jelasyon özellikleriyle bazik çözeltilere göre daha yo un film olumuna ve kütesel artı de erlerine (%7,85 ve %14,37) sahip oldu u için daha dayanıklı bir kaplama elde edildi i ünülmektedir. Bazik pHdaki nanosol çözeltileriyle kaplanan kumaların ise kopma mukavemeti de erleri i lem görmemi kuma a göre 349,8 N'dan 351,6 (S6) ve 341,2 N (S7) önemli bir de i im göstermezken, uzama de erlerinin i lem görmemi kuma a göre %6,5'dan %10 ve 9,9'a artı ü gözlenmi tir. Bu uzama de erleri asidik nanosol ile kaplanan kuma örneklelerinin uzama de erine (%9,3) göre daha yüksektir. Konvansiyonel i lem gören kuma örne i (K3) ise nötr çalı ma ko ulları ile asidik ve bazik nanosol çözeltileriyle kaplanan kuma örneklelerinin mukavemet de erlerinin ortasında bir mukavemet de eri (379,8 N) vermi tir ve en yüksek uzama de erine (%10,9) sahip oldu u bulunmu tur (Tablo 3.1, ekil 3.15).



ekil 3.15 İyon görmeyen kuma ve seçilmiş su-yapıştırıcılık iyonlu reçeteleri ile iyon görmeyen kuma örneklerinin kopma mukavemeti (a) ve uzama (b) grafikleri

3.10 Yirtılma Mukavemeti Sonuçları

Kumalar^{ın} sol-jel kaplama işleminden sonra yirtılma mukavemetlerinde kayıplar olmuştur. TDFOS ve HDMS ile işlem gören kumalarda bazı koşullarda (S6, S7; sırasıyla 6,67N; 6,8 N) çalınanlarda asidik koşullarda (S1,S3; sırasıyla 5,84N; 5,24 N) çalınmaya göre kopma mukavemeti değerlerine ters olarak daha yüksek yirtılma mukavemet değerleri elde edilmiştir. S1m (7,64 N) ve S2 (8,6 N) reçeteleri ile elde edilen yirtılma mukavemeti değerleri hariç, S1-S24 aralığında reçeteler ile elde edilen yirtılma mukavemeti değerlerinin, konvansiyonel su-kir-ya iticilik denemesinin yirtılma mukavemeti değerine (K3; 7,36) göre daha düşük bulunmuştur (ekil 3.16a).

VTEO, FES, ZrA, TIPT, AMMO ve GLYEO katkı nanosoller (S10, S11,S12,S13,S14,S16) ile kaplanan kumaların yirtılma mukavemeti değerleri incelendiğinde VTEO katkı nanosol çözeltisi ile işlem gören kuma^{ın} mukavemetinde önemli miktarda düşüş (S10; 1,03 N) gözlenirken, diğer kuma örneklerinin mukavemet değerlerinin 4,16N ve 5,64 N arasında de^ğeri ti^ğ gözlenmiştir. FES katkı nanosol ile işlem gören kuma örneğinin mukavemet değerinin nispeten daha yüksek iken (S11; 5,64 N), GLYEO katkı nanosol ile işlem gören kuma^{ın} mukavemet değeri ise nispeten daha düşüktür (S16: 4,16N) (ekil 3.16a).

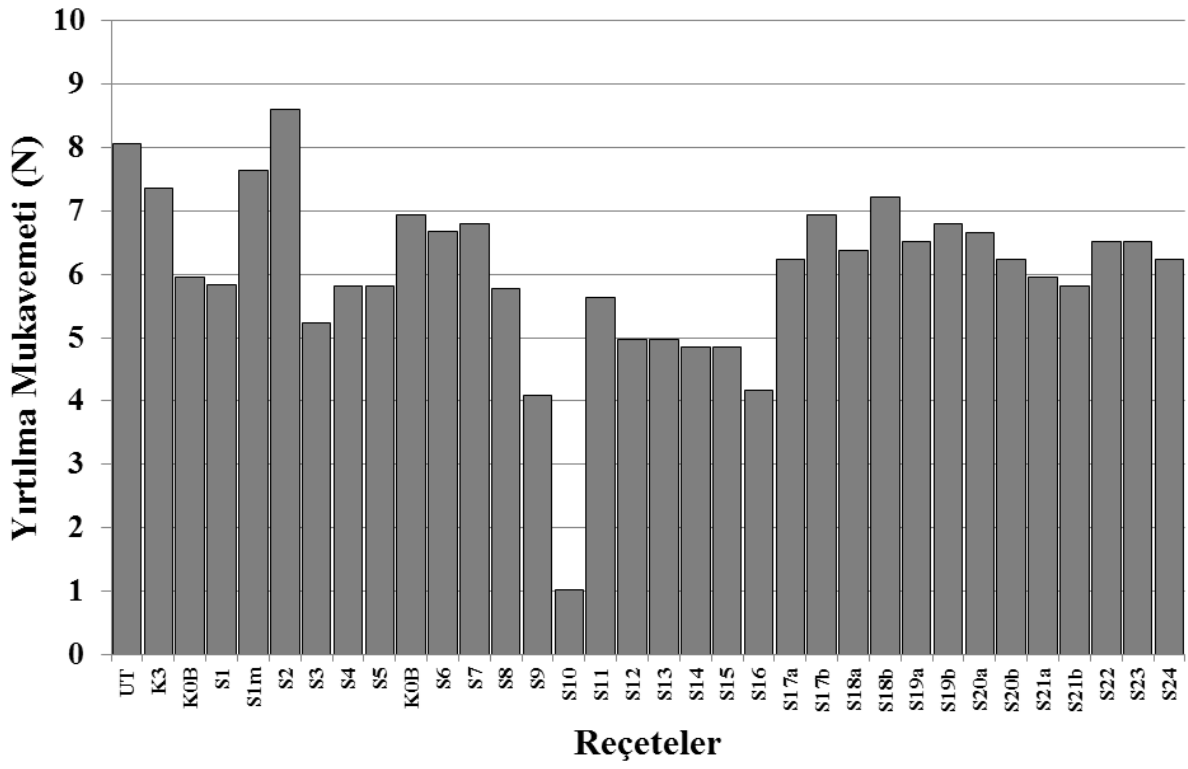
Özel su iticilik bitim işlemlerinde ise S17a- S21b aralığındaki reçetelere göre işlem gören kuma örneklerinin yirtılma mukavemeti değerlerinin (S21b reçetesi hariç-5,82 N) asidik koşullarda çalınan S1(5,84 N) ve S3 (5,24 N) reçetesi ile işlem gören kumaların yirtılma mukavemeti değerlerine göre daha yüksek olduğu (6,24 N- 7,22 N aralığında) gözlenmiştir. S22, S23 ve S24 özel su iticilik bitim işlemleri ile işlem gören kuma örnekleri ise sırasıyla 6,52; 6,52; 6,24 N yirtılma mukavemeti değerleri göstermiştir (ekil 3.16a).

Konvansiyonel su-ya iticilik ve güç tuturluk bitim işlemlerinde ise (K1, K2, K4) yirtılma mukavemeti değersiz kuma^{ın} mukavemetine göre (8,05 N) önemli bir düşüş (8,05 N'dan sırasıyla 4,69;4,82;4,83N'a) göstermiştir. Sol-jel yöntemi ile **polimer içermeyen**; üre ve formaldehit içeren G43 ve G44 reçeteleri ile işlem gören kumaların (2,37N; 2,85N'a) ve polimer içermeyen fosforik asit içeren G8 ve G10

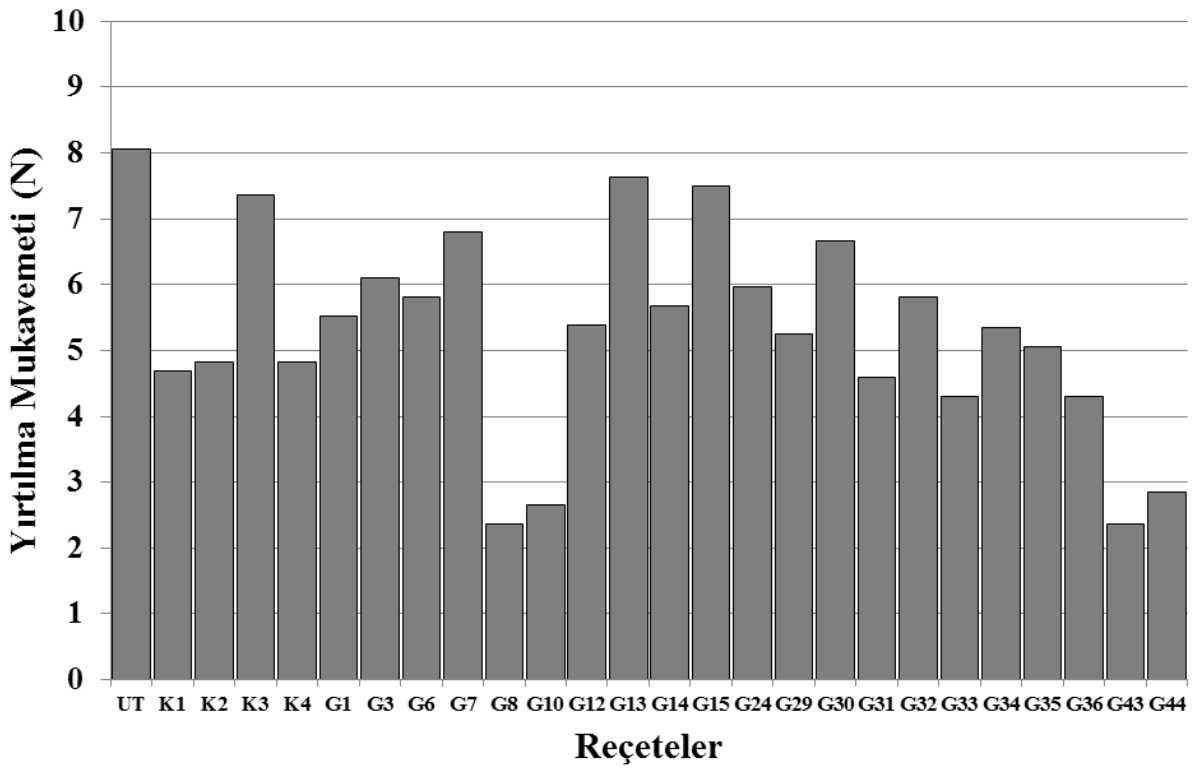
reçeteleri ile i lem gören kuma ların (2,37N; 2,66N) yrtılma mukavemeti de erlerinde de önemli miktarda dü ük gözlenmiştir. Sol-jel yöntemi ile **polimer içermeyen** G8 (2,37N), G10 (2,66N), G31 (4,59N), G33 (4,30N), G36 (4,30N), G43 (2,37N), G44 (2,85N) reçeteleri ile i lem gören kuma örnekleri d² ında, konvansiyonel yöntemlere göre i lem gören kuma lara göre yüksek yrtılma mukavemeti de erleri elde edilmiştir. Dolayısıyla sol-jel i lemi konvansiyonel yöntemlere göre mukavemet özelliklerinin korunması açısından daha avantajlıdır (ekil 3.16b).

Polimer içeren su-ya itici ve/veya güç tuturluk i lemleri için reçeteler incelendi inde ise akrilat ve flor karbon esaslı polimerleri içeren reçeteler ile i lem gören kuma örnekleri için 2,17 (G45)-4,11N (G27) aralı ında (ekil 3.16c), vinil asetat esaslı polimer içeren reçeteler ile i lem gören kuma örnekleri için 1,68 N(G46)-4,66 N(G56) aralı ında (ekil 3.16d) de i miştir.

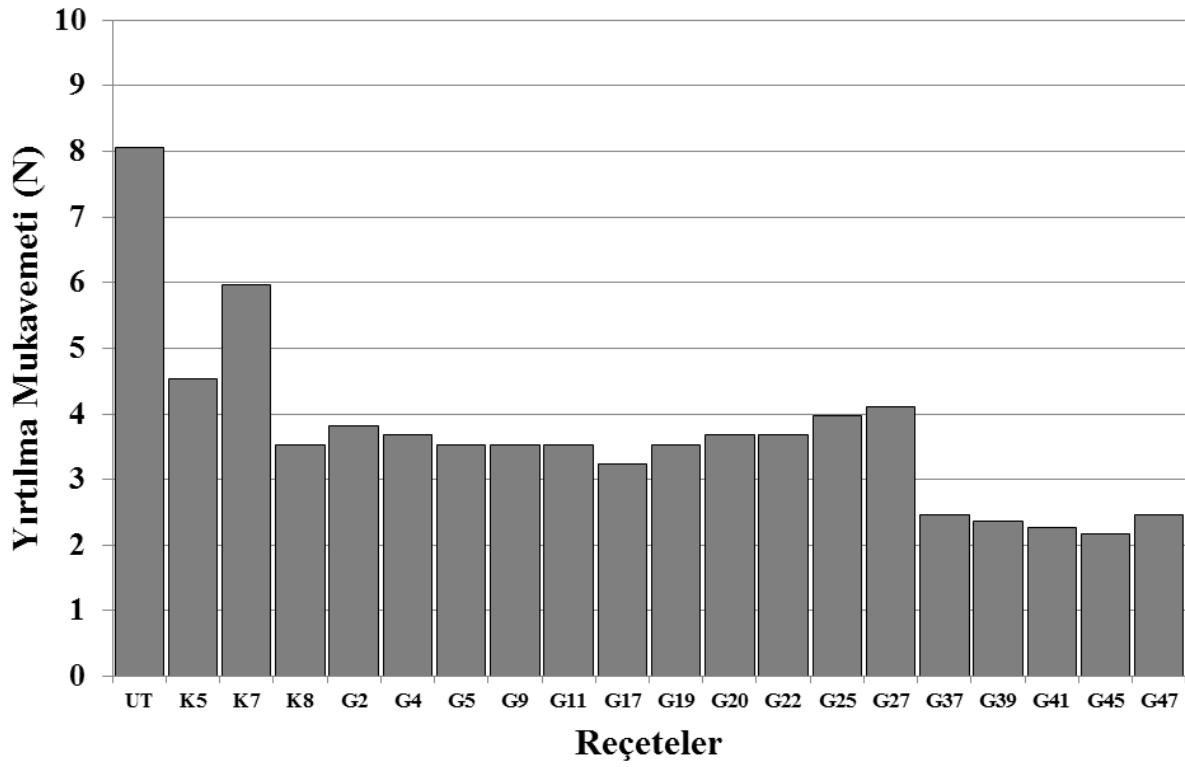
Tek başına polimerleri içeren K5 (akrilat), K6 (vinil asetat), K8 (flor karbon) reçeteleri ile i lem gören kuma ların yrtılma mukavemeti de erleri ise sırasıyla 5,54N; 4,68N; 3,53 N'dur. Yıkamaya dayanıklı su-ya iticilik ve güç tuturluk özelli i kazandıran nanosollerle i lem reçeteleri olan **G18 ve G48(2) reçeteleri** ile i lem gören kuma örnekleri için sırasıyla 3,24N ve 1,19 N yrtılma mukavemeti de erleri elde edilmiştir. Dolayısıyla polimer içermeyen nanosoller ile i lem gören kuma örneklerinin genellikle yrtılma mukavemeti de erleri artarken, polimer katkılarının kuma ların yrtılma mukavemeti de erlerini dü ürdü ü ve bu de erlerin konvansiyonel su-ya itici ve güç tuturluk bitim i lemi görmü kuma örneklerinin yrtılma mukavemeti de erlerinden (K1, K2, K4; 4,69;4,82;4,83N) dü ük oldu u tespit edilmiştir (Tablo 3.2; Tablo 3.3; Tablo 3.4; Tablo 3.5).



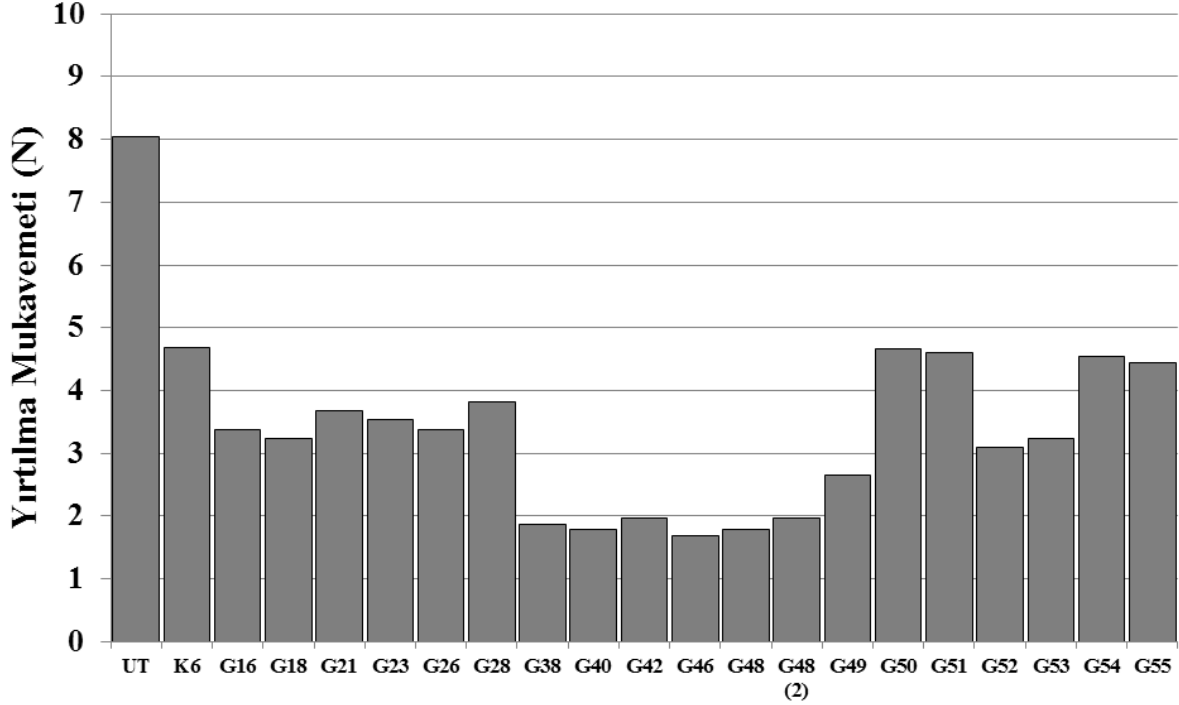
(a)



(b)



(c)



(d)

ekil 3.16 İ le m görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i le mi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri, (c) Akrlat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i le mi reçeteleri ile i le m gören kuma örneklerinin yıtılma mukavemeti de erleri

3.11 Beyazlık ve Sarılık Ölçümü Sonuçları

Polimer katkı ve katkısz nanosol reçeteleri ile i le m gören kuma örneklerinin beyazlık de erleri dü mü , sarılık de erleri ise artmı tır. Su-ya iticilik i le mi reçeteleri ile (ekil 3.17a) S1-S16 arasındaki reçete uygulamalarında beyazlık de erindeki en yüksek dü ü (Stensby göre 80,92den 61,65) ve sarılık de erindeki en yüksek artı (7,62den 18,30) AMMO içeren S15 reçetesi ile kaplanan kuma örneklerinde gözlenmi tir. Bu sarımanın kuma yüzeyinde olu an azot dioksitlerden kaynaklandı ü ünümü tür. Beyazlık de erlerindeki en yüksek de erler ise sırasıyla S1m (80,19) ve S8 (77,54) TDFOES içeren reçeteler ile elde edilmi tir.

Su iticilik de erleri bakımından optimum ko ullar olarak belirlenen S3 reçetesine göre HDMSın ba latıcı madde olarak kullanıldı ı reçeteye göre i le m gören kuma ların beyazlık de erindeki di er denemelere göre daha iyi beyazlık (Stensby göre 80,92den 76,38) elde edilmi tir. Bu kuma ın sarılık de erindeki artı da kabul edilebilir düzeyde kalmı tır. Fakat iyi su iticilik ve ya iticilik de erleri için optimum ko ullar olarak belirlenen S3 reçetesine Ruco Guard AFB ilavesi ile üretilen S5 reçetesine göre i le m gören kuma ın beyazlık de erinde önemli bir de i im gözlenmemi tir (Stensby göre 80,92den 75,68).

VTEO, FES, ZrA, TIPT, AMMO ve GLYEO katkı nanosoller (S10, S11,S12,S13,S14,S16) ile kaplanan kuma ların beyazlık de erleri 61,65 (S15-AMMO katkı) ve 74,38 (S12: ZrA katkı) ve sarılık de erleri 18,3-8,77 arasında de i mi tir (ekil 3.17a, 3.18a).

S17a-S21b aralığındaki özel su iticilik bitim i lemleri ile S19a (76,76) ve S19 b (74,59) reçeteleri d2'nde beyazlık de erlerinde önemli dü ü ler gözlenmi tir. Genellikle (S19 hariç) (b) reçetelerinin (a) reçetelerine göre daha yüksek beyazlık de erleri gösterdi i tespit edilmi tir. En dü ük beyazlık de eri S20a (30,41) ile en yüksek beyazlık de eri ise S19a (76,76) reçetesi ile i lem gören kuma larda tespit edilmi tir (ekil 7a). En yüksek sarlık de eri 20b (57,05) ve en dü ük sarlık de eri S19a (9,88) reçeteleri ile i lem gören kuma örne inde elde edilmi tir (ekil 3.18a).

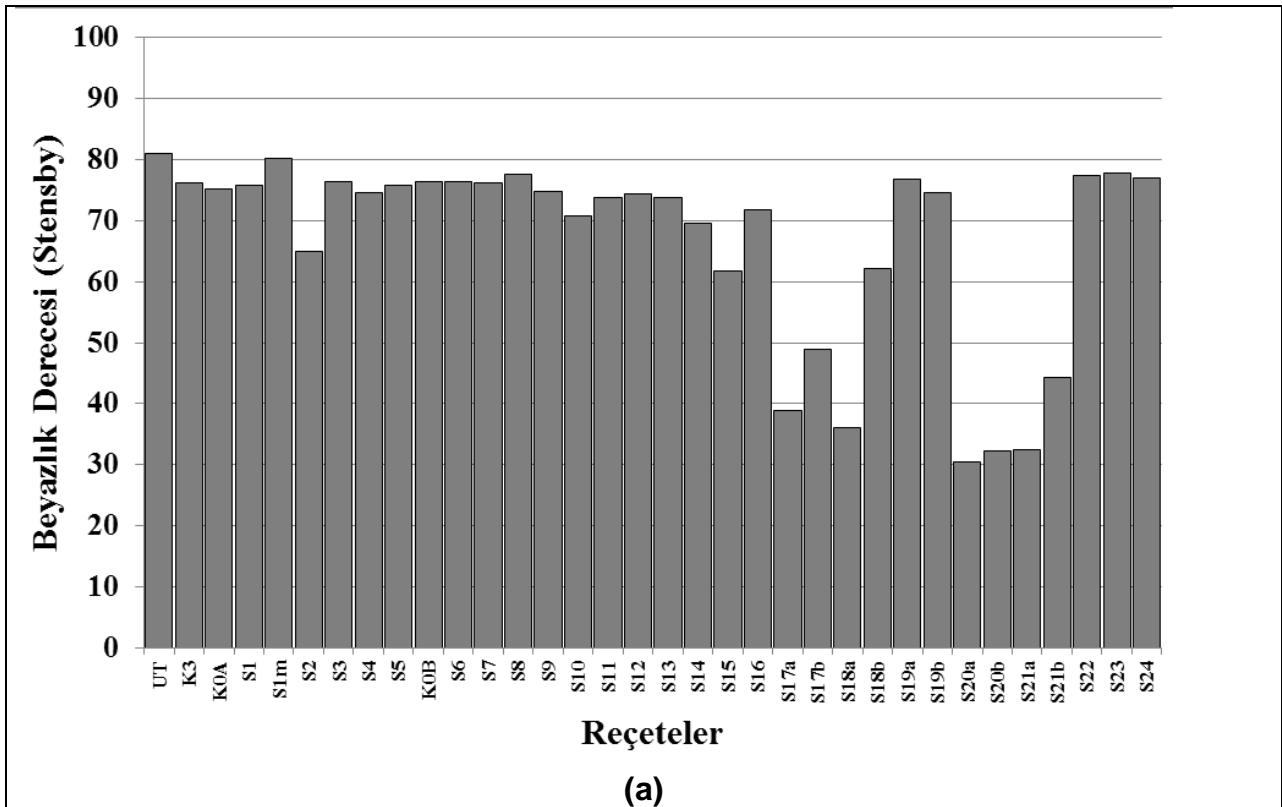
S22, S23 ve S24 özel su iticilik bitim i lemlerinde ise sırasıyla 77,28; 77,70; 77,02 gibi yüksek beyazlık de erleri ve sırasıyla 9,17;9,11; 9,41 gibi dü ük sarlık de erleri elde edilmi tir (ekil 3.17a, 3.18a).

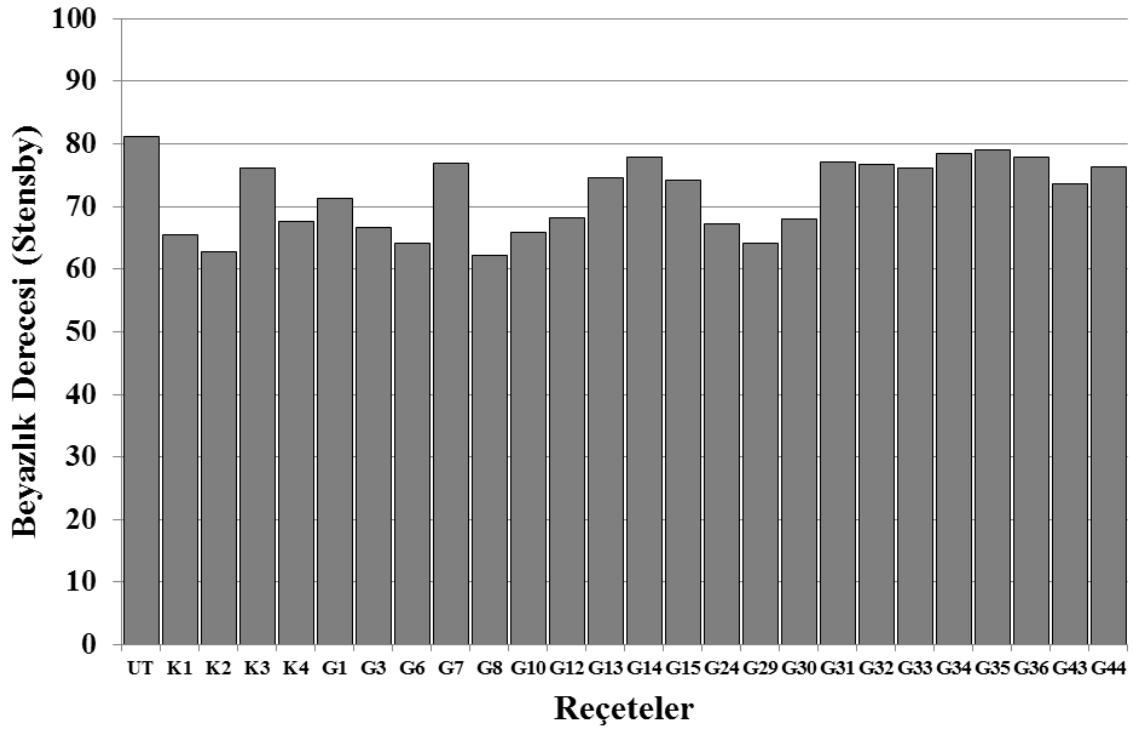
Konvansiyonel güç tuturluk reçeteleri (K1,K2,K4) ile elde edilen beyazlık de erlerine sırasıyla 65,45; 62,85;67,59 olarak tespit edilmi tir. Polimer içermeyen su-ya iticilik ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma ların (ekil 7b) beyazlık ve sarlık de erleri incelendi inde ise en dü ük beyazlık de eri G8 (62,13) ve en yüksek beyazlık de eri G35 (79,02) reçetesi ile elde edilmi tir. G8 reçetesi d2'nde di er nanosol reçeteleri ile i lem gören kuma ların beyazlık de erinin K2 reçetesi ile i lem gören kuma örne inin beyazlık de erinden yüksek oldu u bulunmu tur.

Akrilat ve flor karbon esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinden en yüksek beyazlık de eri G41 (78,02; akrilat esaslı polimer içeren), en dü ük beyazlık de eri G19 (62,70; flor karbon esaslı polimer içeren) reçetesi ile i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir (ekil 7c). En dü ük sarlık de erleri G47 (7,28); en yüksek sarlık de erleri G19 (16,56) reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir (ekil 3.18c).

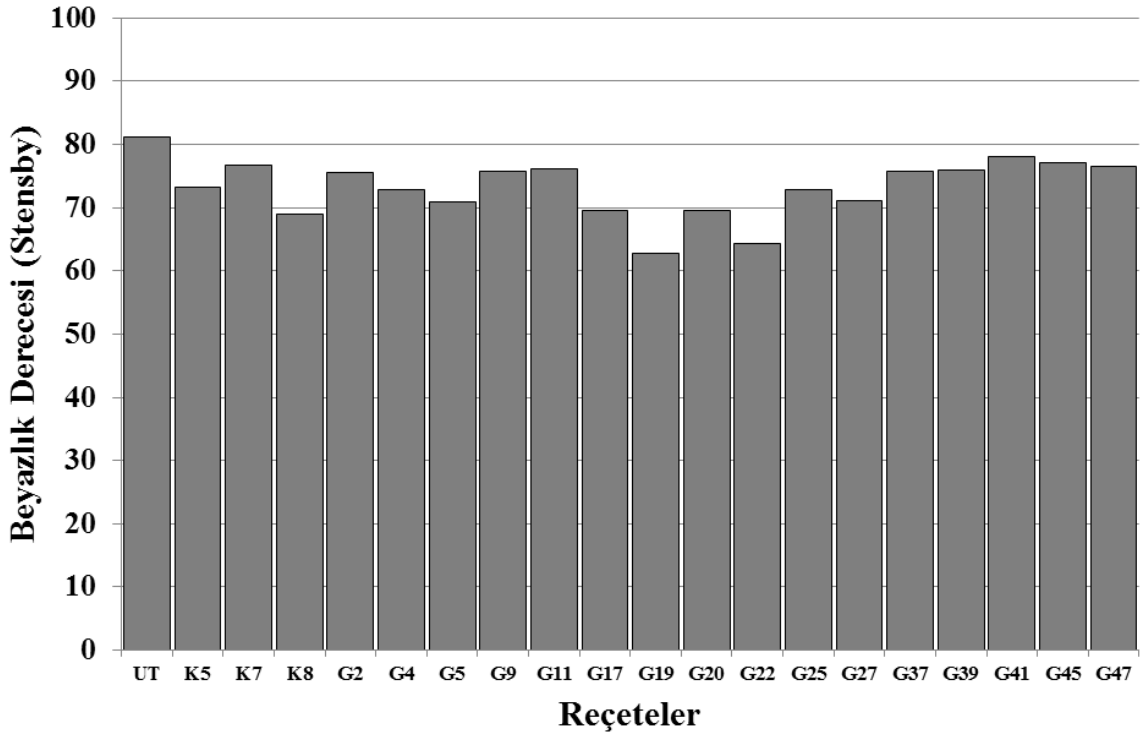
Vinil asetat esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinden en yüksek beyazlık de eri G51 (80,16), en dü ük beyazlık de eri G55 (70,94) reçetesi ile i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir (ekil 3.17d). En dü ük sarlık de erleri G48(2) (4,69) ve en yüksek sarlık de eri G53 (10,52) reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir (ekil 3.18d).

Y²kamaya dayanıklı su-ya iticilik ve güç tutu urluk etkisi elde edilen **G18 ve G48(2)** reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin beyazlık de erleri s²ras²yla 73,91; 79,00 ve ve sar²k de erleri s²ras²yla 8,09; 4,69 olarak bulunmu tur. Bu de er konvansiyonel K1 reçetesiyle i lem gören kuma örneklerinin beyazlık de erlerinden daha yüksektir (65,45) ve sar²k de erlerinden (17,04) dü üktür. Dolay²s²yla nanosol ile haz²rlanan hibrid organik-inorganik kaplamalar ile konvansiyonel reçetelerle i lem gören kuma örneklerine göre daha iyi beyazlık de erleri elde edilmi tir. Hem iyi su-ya iticilik, hem de iyi güç tutu urluk özelli i gösteren **G48(2) reçetesi** ile i lem gören kuma lar²n beyazlık de erlerinde nispeten yüksek dü ü olmad² 2 tespit edilmi tir (Tablo 3.2; Tablo 3.3; Tablo 3.4; Tablo 3.5).

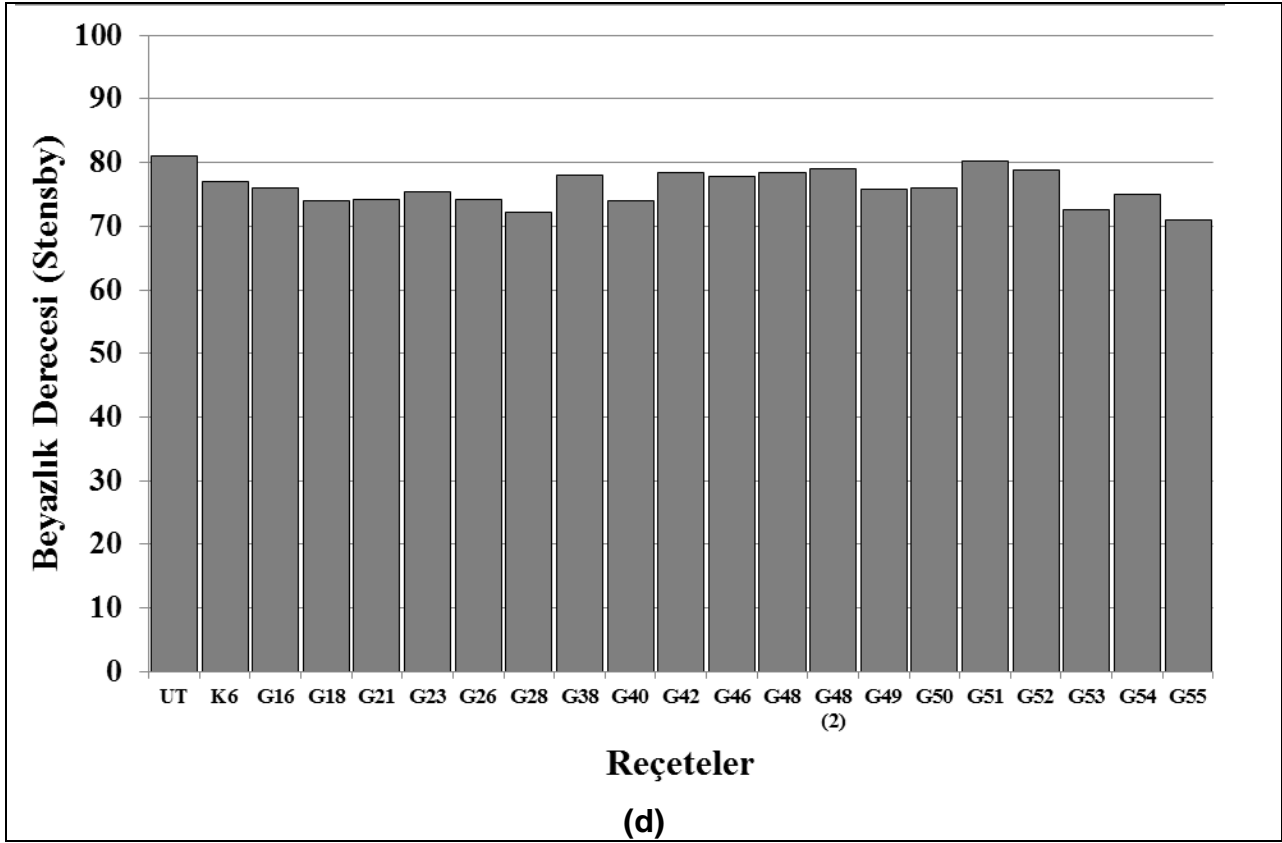




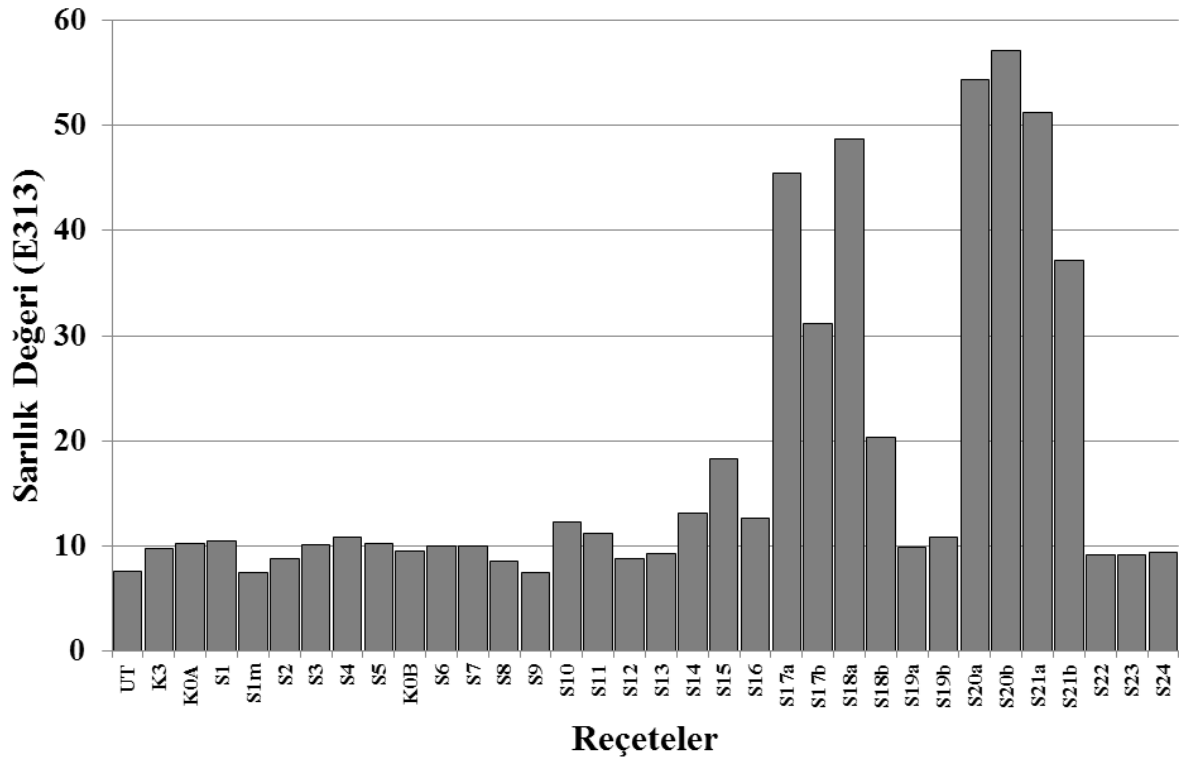
(b)



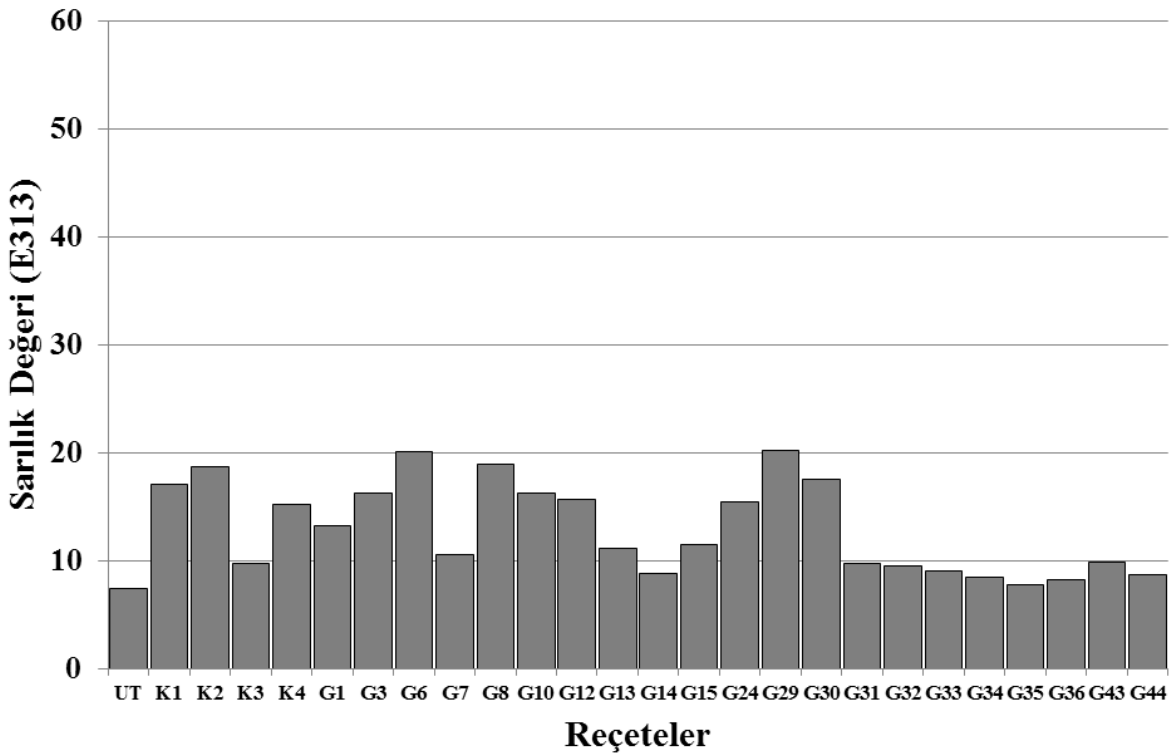
(c)



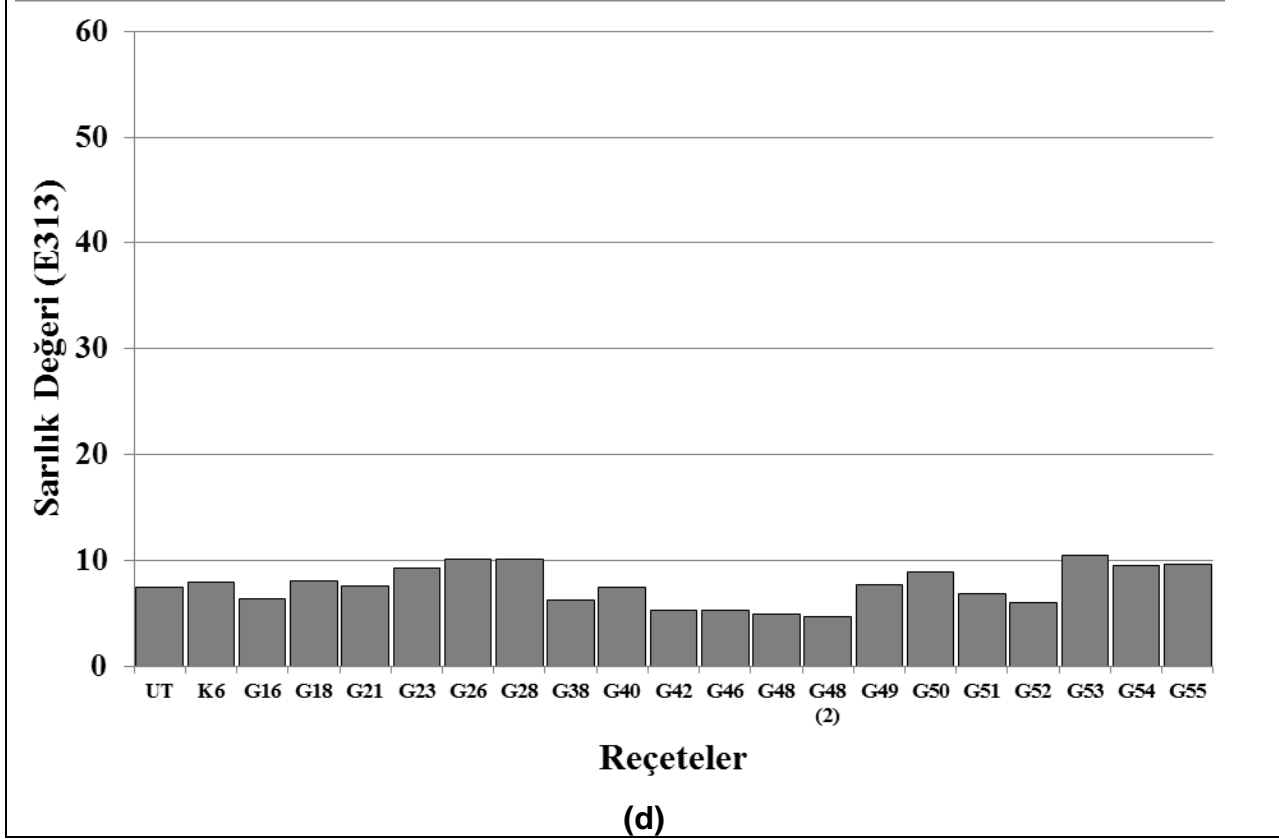
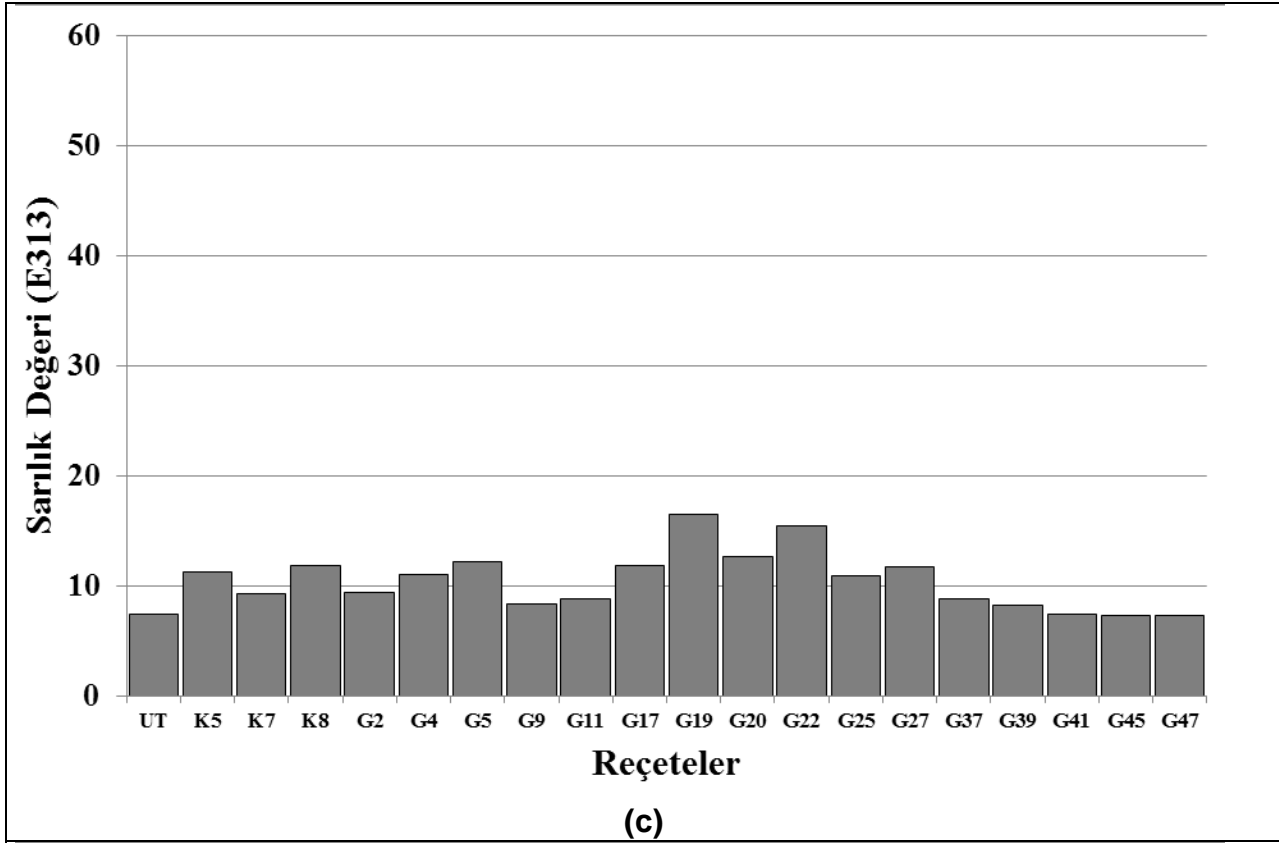
ekil 3.17 İnem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrlat ve Florkarbon esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı² polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri ile İnem gören kuma örneklerinin Stensbya göre beyazlık de erleri



(a)



(b)



ekil 3.18 İstem görmeyen kumaş ve (a) Su-ya geçiricilik istemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutuculuk istemi reçeteleri, (c) Akrilat ve Florkarbon

esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk ilmi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk ilmi reçeteleri ile ilim gören kuma örneklerinin E313'e göre sarılık değerleri

3.12 E ilme Uzunluğu Sonuçları

Asidik nanosol çözeltileri ile ilim gören mukavemet ve kütleli art ölçümleri sonuçlarına paralel olarak kumalar kaplama kalınlığı ile birlikte sertlik kazanımı ve e ilme uzunluğu değerleri ilim görmemi kuma a göre 2,3 cmsg'den 4,9 cms (S1) ve 4,4 cmsg'e (S3) en yüksek art göstermektedir. Bazı nanosol çözeltiler ile kaplanan kumaların e ilme uzunluğunda ilim görmemi kuma a göre önemli bir art gözlenmezken (2,3 cmsg'den 1,7 (S6) ve 1,9 cmsg'e (S7)), konvansiyonel yöntemle göre ilim gören kuma bu iki grup numunenin sonuçlarının arasında bir değer (2,35 cms (K3)) vermektedir (ekil 3.19a).

Dolayısıyla asidik kollarında ilimin kuma a belli oranda sertlik kazandırdığı sonucuna varılmaktadır. Fakat bu sertlik S3 reçetesine Ruco Guard AFB ilave edilen S5 reçetesinde bir miktar düşülmüştür (4,4'den 3 cmsg'e) (ekil 3.19a).

VTEO, FES, ZrA, TIPT, AMMO ve GLYEO katkı nanosoller (S10, S11,S12,S13,S14,S16) ile kaplanan kumaların e ilme uzunluğu değerleri 2 cms (FES katkı: S11) ve 4,2 cms (VTEO katkı: S10) arasında değişmektedir. S11 reçetesi ile ilim gören kuma ta sertleşme gözlenmezken, diğer kuma örneklerinde 2,9-4,2 cms arasında değişen e ilme uzunlukları ile sertleşme ilimi gözlenmektedir (ekil 3.19a).

S17a-S21b aralığındaki özel su iticilik ilimlerinde ise en düşük e ilme uzunluğu değeri S17b reçetesi ile (1,67 cms) ve en yüksek e ilme uzunluğu değeri S18a (3,22 cms) reçetesi ile elde edilmiştir. S17a, S18a, S20a ve S21a (sırasıyla 2,75;3,22;2,67;2,47 cms) reçeteleri ile ilim gören kumalarda ilim görmemi kuma a göre sertleşme ilimi gözlenirken; diğer S17b, S18b, S19a, S19b, S20b ve S21b reçeteleri ile ilim gören kumalarda sertleşme ilimi gözlenmemiştir (ekil 3.19a).

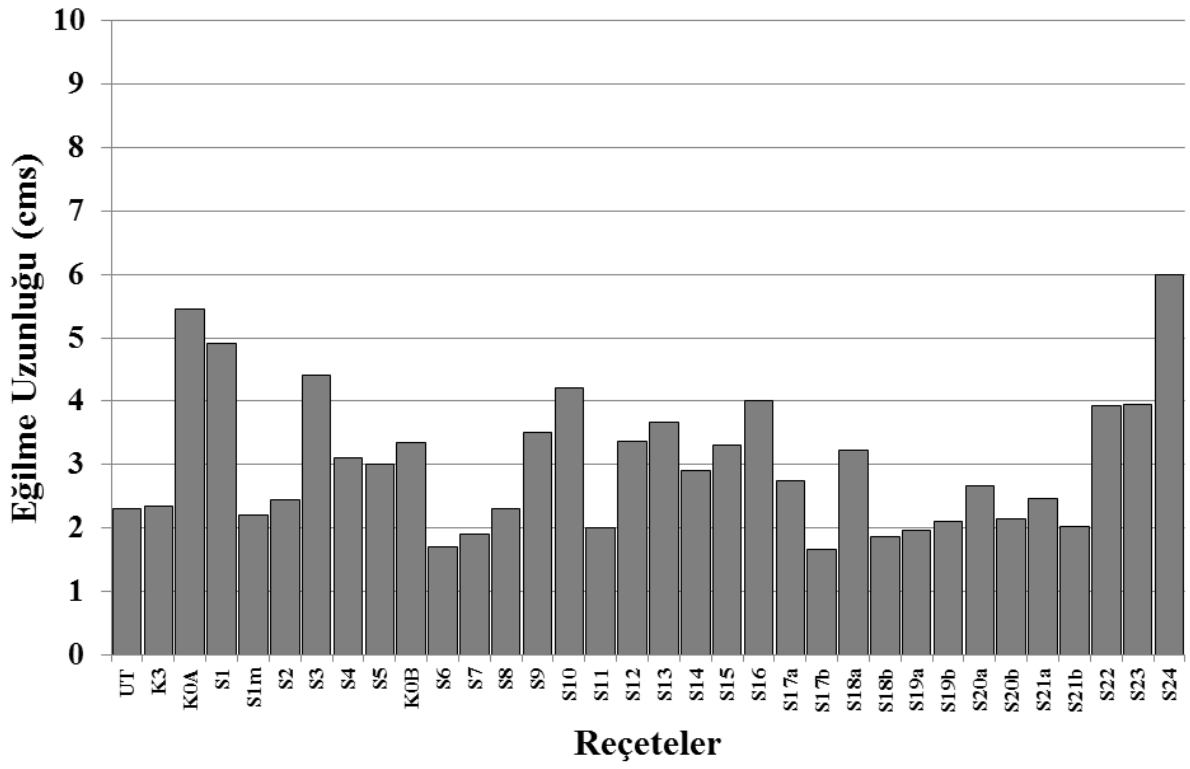
S22, S23 ve S24 reçetelerine göre özel su iticilik bitim i lemleri ile i lem gören kuma ların e ilme uzunlukları² (s²ras²yla 3,92;3,95;6 cms) i lem görmemi kuma a göre önemli miktarda artm² ve bu kuma örneklerinde sertle me gözlenmi tir (ekil 3.19a).

Konvansiyonel su-ya iticilik ve güç tutu urluk bitim i lemleri (polimer içermeyen) olan K1, K2 ve K3 reçeteleriyle i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu u de erleri (s²ras²yla 2,25; 2,20; 2,17 cms) i lem görmemi kuma a göre önemli miktarda de i memi tir (ekil 9b). Polimer içermeyen su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk bitim i lemlerinde G13 (2,2), G15 (2,32), G34 (2,35), G35 (2,40) reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu unda i lem görmemi kuma a göre önemli miktarda de i me gözlenmezken, di er reçetelerle (G1, G3, G6, G7, G8, G10,G12, G14, G24, G29, G31, G32, G33, G36, G43, G44) i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu u de erlerinde önemli miktarda art² gözlenmi tir. En yüksek e ilme uzunlu u de erler ise s²ras²yla G43 (6,68)>G44 (5,63)>G33 (5,65) reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir. Sonuç olarak guanidin fosfat özellikle yüksek konsantrasyonda kullanıld² ında G24 (4,3 cms) ve G29 (4,37 cms) ve üre ve formaldehit ilavesi çal² ıld² ında kuma örneklerinin e ilme uzunlu unu nispeten art²m² tır (G43 (6,68 cms); G44 (5,63 cms)) (ekil 3.19b).

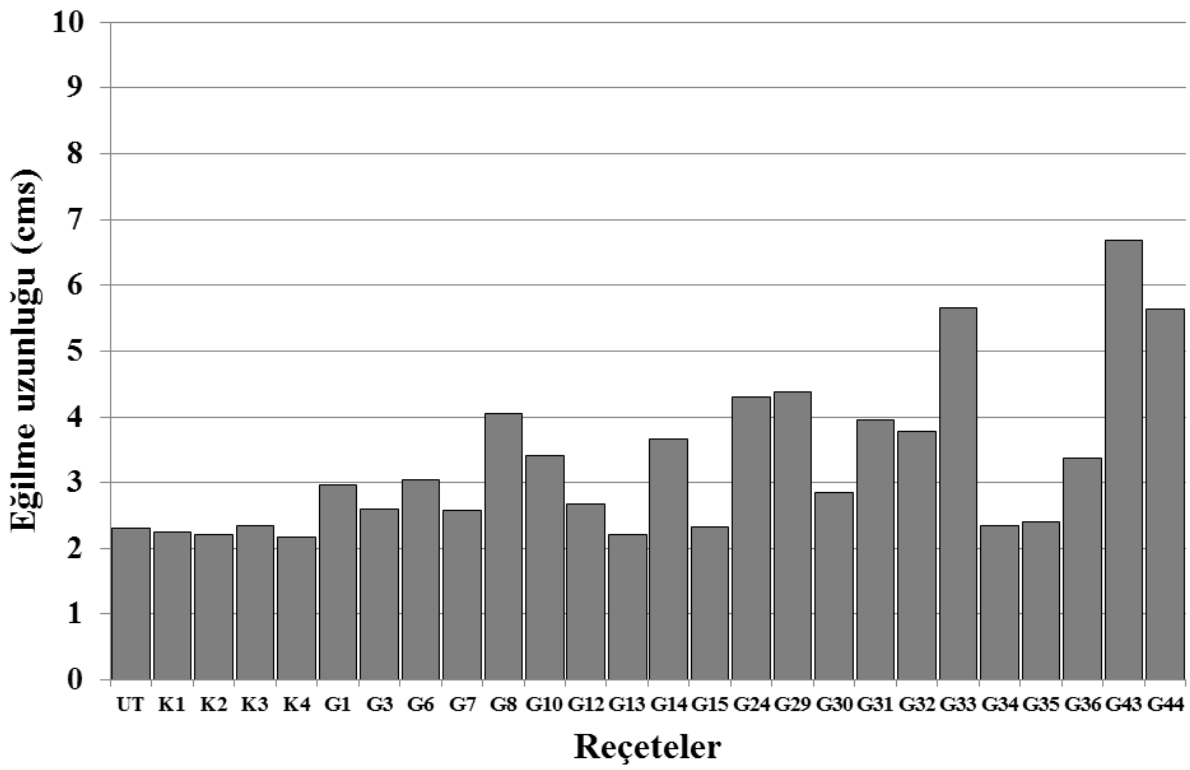
Tek ba ına akrilat (K5) ve florkarbon (K8) esaslı² polimerlerle konvansiyonel i lem gören kuma örnekleri s²ras²yla 4,47 ve 8 cms e ilme uzunlu u de erleri vermi lerdir. Akrilat ve florkarbon esaslı² polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinden en yüksek e ilme uzunlu u de erleri florkarbon esaslı² polimer içeren G17, G22 G19 (s²ras²yla 8; 8; 7,95 cms) reçeteleriyle i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir. En dü ük e ilme uzunlu u de erleri ise G2, G41, G39 ve G37 reçeteleriyle (s²ras²yla 4,15; 4,72; 4,73; 4,82 cms) i lem gören kuma örneklerinde elde edilmi tir. Sonuç olarak florkarbon esaslı² polimerler ile nanosollerin kombinasyonunun en yüksek oranda sertle meye neden oldu u, akrilat esaslı² polimerle nanosollerin kombinasyonunun ise i lem gören kuma örneklerinde nispeten daha az sertle meye neden oldu u sonucuna varılm² tır (ekil 3.19c).

Tek başına vinil asetat (K6) esaslı polimerle konvansiyonel i lem gören kuma örnekleri 6,02 cms e ilme uzunlu u de eri vermi tir. Vinil asetat esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinde hazır ticari vinil asetat esaslı polimer kullanıldığında tüm örneklerde (G16, G18, G21, G23, G26, G28, G38, G40, G42, G46, G48, G48(2)) yaklaşık 8 cms e ilme uzunlu u de eri elde edilirken, emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile vinil asetat polimerinin üretimi sırasında nanosol içermeyen G49 (5,25 cms) ve nanosollerle kombinasyonun gerçekleştirildi i G50 (5 cms), G51(4,75 cms), G52 (8 cms), G53 (8 cms), G54 (5 cms) ve G55 (4,8 cms) reçeteleriyle i lem gören kuma örneklerinde G52 ve G53 reçeteleriyle i lem gören kuma örnekleri dâhinde nispeten düşük e ilme uzunlu u de erleri elde edilmi tir (ekil 3.19d). Ticari vinil asetat esaslı polimerle çalâ mada florkarbon esaslı polimerlerle nanosollerin kombinasyonuna benzer, akrilat esaslı polimerlerle nanosollerin kombinasyonu ile elde edilen e ilme uzunlu u de erlerinden yüksek e ilme uzunlu u de erleri elde edilmi tir.

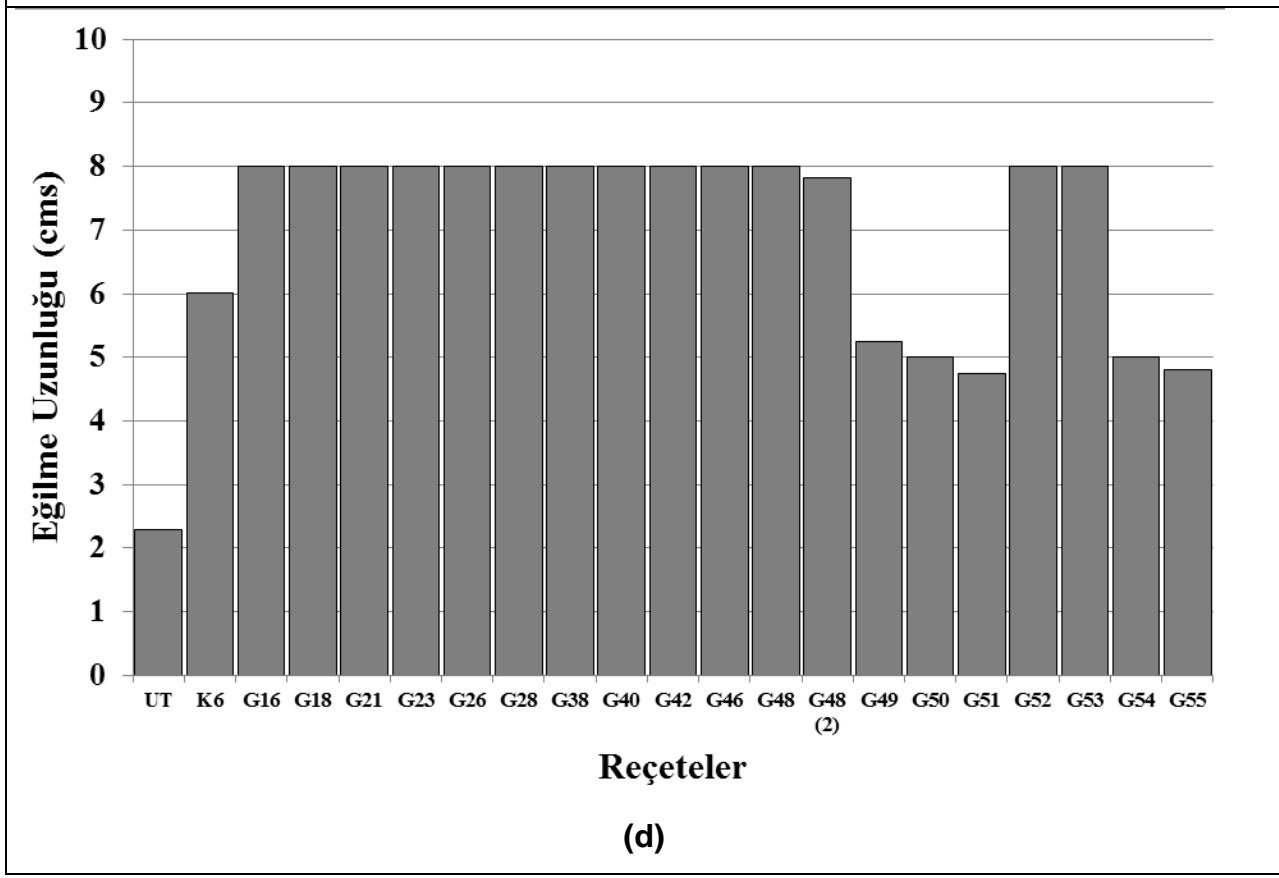
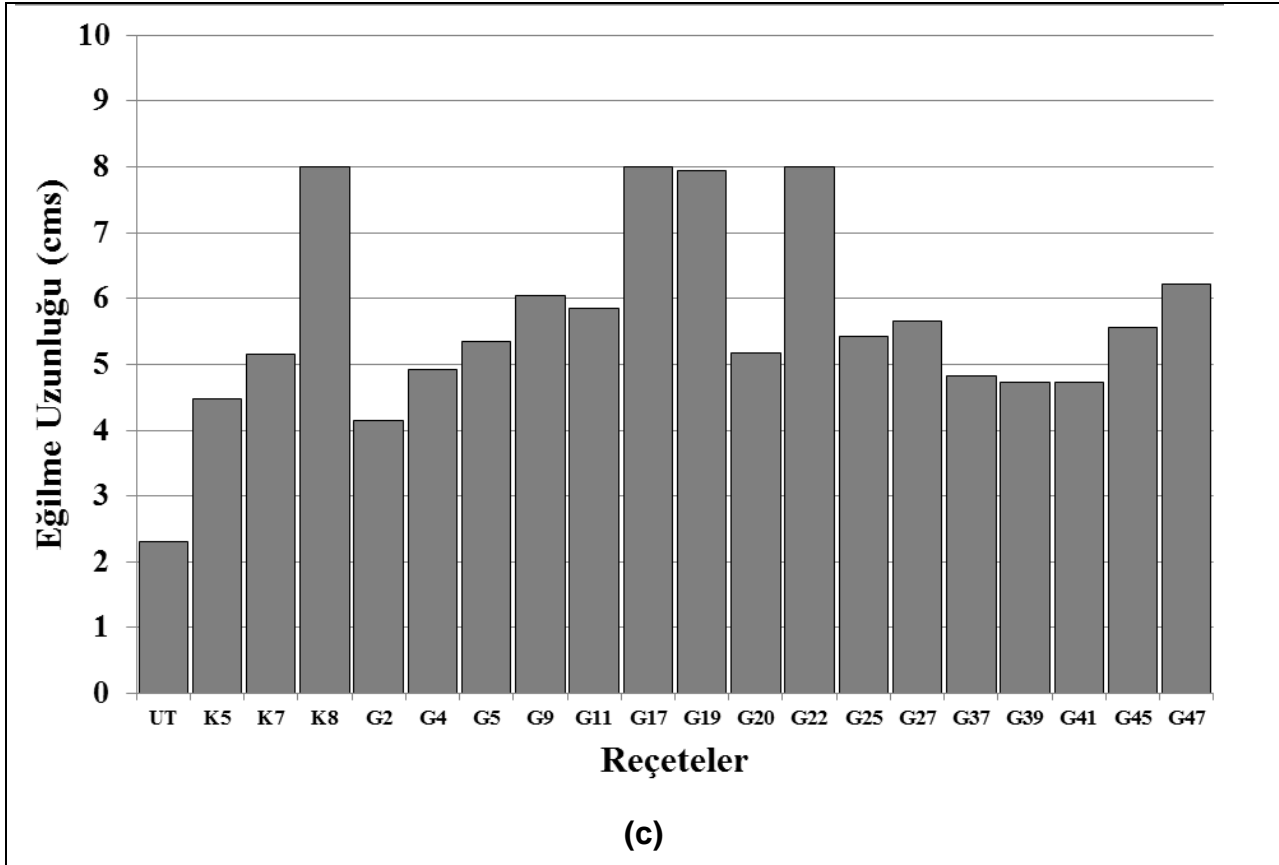
Yâkamaya dayanıklâ su-ya iticilik ve güç tutu urluk etkisi elde edilen **G18 ve G48(2)** reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu u de erleri ise sârasâyla 8; 7,83 cmsdir. Kuma örnekleri sertle me e ilimi göstermi tir (Tablo 3.2; Tablo 3.3; Tablo 3.4; Tablo 3.5).



(a)



(b)



ekil 3.19 lem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reçeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reçeteleri, (c) Akrlilat ve Florkarbon

esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tuturluk i lemi reçeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin e ilme uzunlu u de erleri

3.13 Buru mazlık Açısı Sonuçları

Buru mazlık açısı ölçümü sonuçlarına göre TDFOES ve HDMS katkı asidik nanosol çözeltileri ile i lem gören kuma ların genel olarak i lem görmemi kuma a göre daha düşük buru mazlık açısı de erine sahip oldu u (90° den $58,5^\circ$ ve 86° arası [S1den S5]) bulunmu tur. Ayrıca TDFOES katkı bazik nanosol çözeltileri ile i lem gören kuma lar daha düşük buru mazlık açısı de erine (64° [S6]) sahipken, HDMS katkı bazik nanosol çözeltileri ile i lem gören kuma lar ise yüksek buru mazlık açısı de erine (101° [S7]) sahip oldu u bulunmu tur. Hekzadesiltrimetoksisilanın (HDMS) uzun karbon zinciri sayesinde buru mazlık etkisi gösterdi i dü ünülebilir. **Konvansiyonel i leme** göre kaplanan kuma ların da buru mazlık açısı de erinin i lem görmemi kuma a göre düşük oldu u (90° dan $79,5^\circ$ (K3)) tespit edilmi tir. TDFOES ve HDMS miktarının 2 katına artırılması buru mazlık de erlerinin artmasına (97° ve 108° [S8 ve S9]) neden olmu tur (ekil 3.20a).

Buru mazlık açısı de erlerinde i lemsiz kuma a göre bazı reçetelerde azalma bazı reçetelerde ise artma gözlenmi tir. TDFOES ve HDMS ile asidik ko ullarda i lem gören kuma örneklerinin (S1 ve S3) buru mazlık açısı de erleri i lem görmemi kuma a göre erken (sırasıyla 90° den 85° ve 75° ye) TDFOES ve HDMS'in konsantrasyonu artırıldı ında (S8 ve S10) buru mazlık açısı de erleri (sırasıyla 90° dan 97° ve 108°) i lem görmemi kuma a göre artmış tir. yi su iticilik ve ya iticilik de erleri için optimum ko ullar olarak belirlenen S3 reçetesine Ruco Guard AFB ilavesi ile üretilen S5 reçetesine göre i lem gören kuma ın buru mazlık de erinde de önemli bir de i im gözlenmemi tir (90° den 86°). Sonuç olarak kuma ın do al özelliklerin önemli bir de i im olmamış tir (ekil 320a).

VTEO, FES, ZrA, TIPT, AMMO ve GLYEO katkı nanosoller ile kaplanan kuma ların buru mazlık de erlerinde ise (S10dan S16) AMMO katkı nanosol ile i lem gören kuma d ında (61° , [S15]) önemli bir dü ü gözlenmemi tir. Özellikle VTEO, FES ve

GLYEO ba lat²c² maddeleri kullanarak hazırlanan çözeltiler (S10, S11, S16) ile i lem gören kuma ların buru mazlık açışında erlerinin i lem görmemi kuma a göre artmış (sırasıyla 131°, 104° ve 110°) tespit edilmiştir. Buru mazlık açışında erlerinde en fazla artış (90°den 131°e) VTEO ba lat²c² maddesini içeren çözelti ile i lem gören kuma ta (S10) ile i lem görmü olan kuma ta görülmü tür. Bu maddeler ile özellikle sol-jel yöntemi ile kuma lara buru mazlık özellik kazandırmak amacıyla çalışabilece i sonucuna varılmıştır. Buru mazlık açışında erlerinde en fazla düşüş (90°den 61°e) ise AMMO ba lat²c² maddesi içeren çözelti (S15) ile i lem görmü kuma ta görülmü tür (ekil 3.20a).

S17a-S21b arasındaki reçeteler özel su iticilik i lemleri görmü kuma örneklerinin buru mazlık de erleri 53° (S18a) - 69° (S17b) arasında de i miştir ve düşük buru mazlık açışında erleri göstermektedir (ekil 3.20a).

S22, S23, S24 reçeteleri ile özel su iticilik i lemleri görmü kuma örneklerinin buru mazlık de erleri sırasıyla 65°, 79°, 55,5° olarak tespit edilmiştir ve bu örnekler de nispeten düşük buru mazlık açışında erleri vermiştir (ekil 3.20a).

Güç tutu urluk konvansiyonel bitim i leminde (K1) buru mazlık açışında eri i lem görmemi kuma a göre az miktarda azalırken (90°den 86°e), su-kir-ya iticilik ve güç tutu urluk kombine konvansiyonel bitim i lemleri ile (K2 ve K4) i lem gören kuma ların buru mazlık açışında erleri artmıştır (90°den 101,5 ve 107°e) (ekil 3.20b)

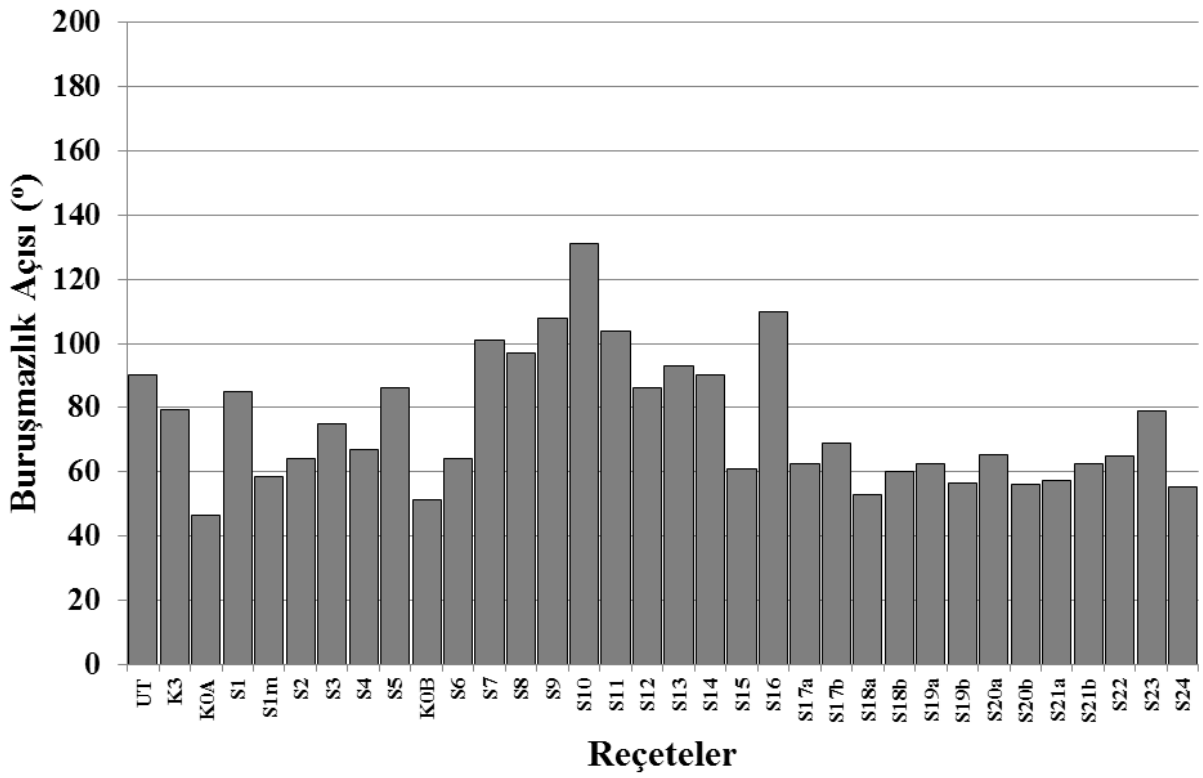
Polimer içermeyen su-ya iticilik ve/veya güç tutu urluk bitim i lemlerinde G3, G6, G31, G34 ve G44 (sırasıyla, 93°;101°; 96,5°; 100°;111,5°) dışında di er örneklerde (sırasıyla G29 (43,5°) < G24 < G15 < G12 < G15 < G13 < G30 < G8 < G32 < G14 < G10 < G7 < G1 < G33 < G35 < G36 < G43 (89,17°)) i lem görmemi kuma ın buru mazlık açışında erinden düşük buru mazlık açışında erleri elde edilmiştir (ekil 3.20b).

Tek başına akrilat (K5) ve florkarbon (K8) esaslı polimerlerle konvansiyonel i lem gören kuma örnekleri sırasıyla 135,50° ve 49,50° buru mazlık açışında erleri

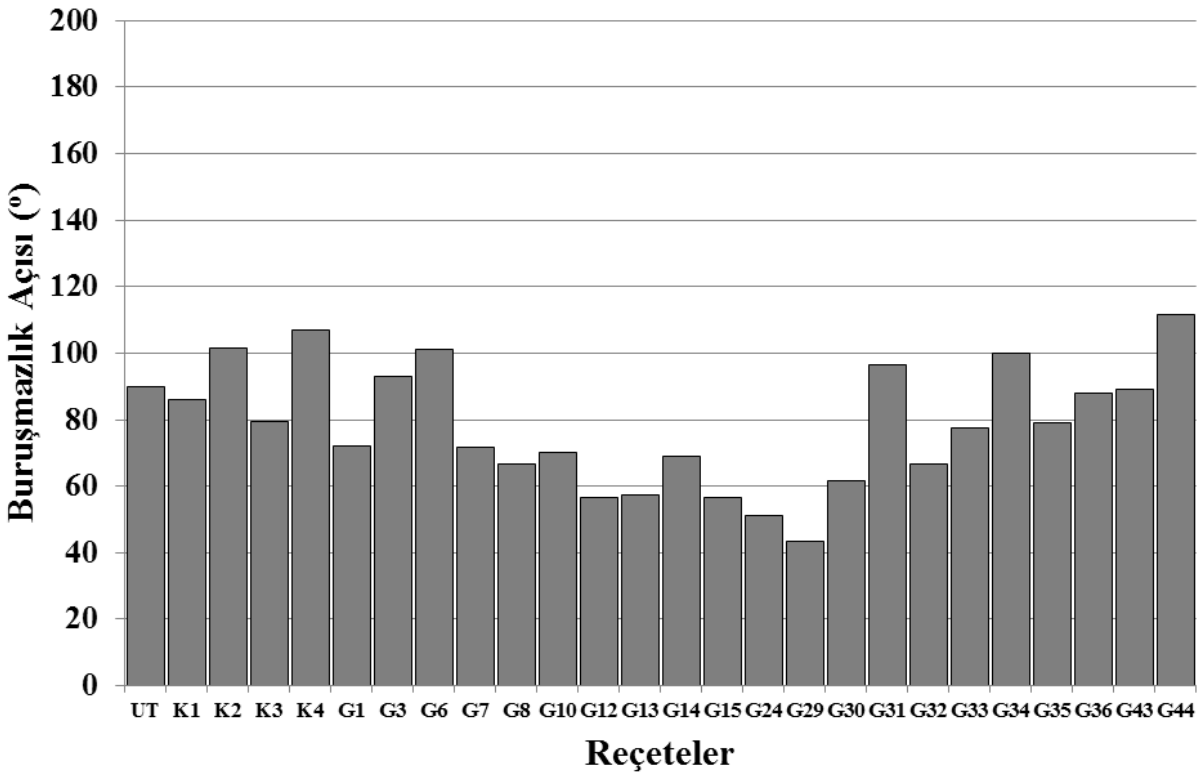
vermi lerdir. Florkarbon esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile ilgili örnekler için nispeten düşük buru maziık açış de erleri (G17, G19, G22; sırasıyla 94°; 92°; 90°) elde edilirken, akrilat esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile ilgili örnekler için 120°-142,33° aralıında yüksek buru maziık açış de erleri elde edilmiştir (ekil 3.20c).

Tek başına vinil asetat (K6) esaslı polimerle konvansiyonel ilgili örnekler 48,50° olarak düşük buru maziık açış de eri vermiştir. Vinil asetat esaslı polimerleri içeren nanosol reçeteleri ile ilgili örneklerinde hazır ticari vinil asetat esaslı polimer kullanıldığıında (G16, G18, G21, G23, G26, G28, G38, G40, G42, G46, G48, G48(2) reçeteleri için) 40,17° (G46)-66,17° (G38) aralıında düşük buru maziık açış de erleri elde edilirken, emülsiyon polimerizasyonu yöntemi ile vinil asetat polimerinin üretimi sırasında nanosol içermeyen G49 reçetesi ile ilgili örneklerde 40° buru maziık açış de ve nanosollerle kombinasyonun gerçekleştirildiği G50-G55 reçeteleri arasında 49° (G55)-78,25° (G53) gibi yine düşük buru maziık açış de erleri elde edilmiştir (ekil 3.20d). Polimer katkı nanosollerle ilgili örneklerde en düşük buru maziık açış de erleri vinil asetat esaslı polimerlerle kombinasyonla, daha sonra florkarbon esaslı polimerlerle kombinasyonla elde edilirken, en yüksek buru maziık açış de erleri akrilat esaslı polimerlerle nanosollerin kombine edildiği reçetelerle ilgili örneklerde elde edilmiştir.

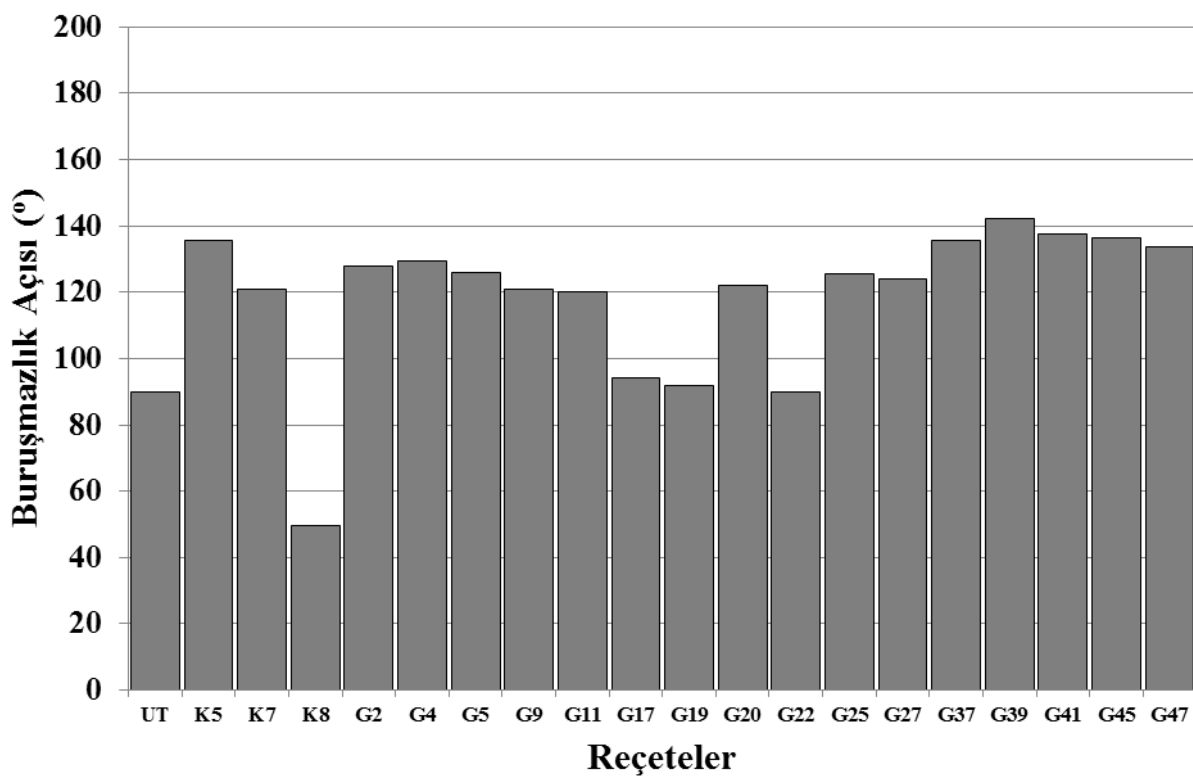
Yükamaya dayanıklı su-ya iticilik ve güç tuturluk etkisi elde edilen **G18 ve G48(2)** reçeteleri ile ilgili örneklerinin buru maziık açış de erleri ise sırasıyla 50; 54,5°dir. Bu örneklerinin buru maziık açış de eri ilgili görmemi kuma göre dü mü tür (Tablo 3.2; Tablo 3.3; Tablo 3.4; Tablo 3.5).



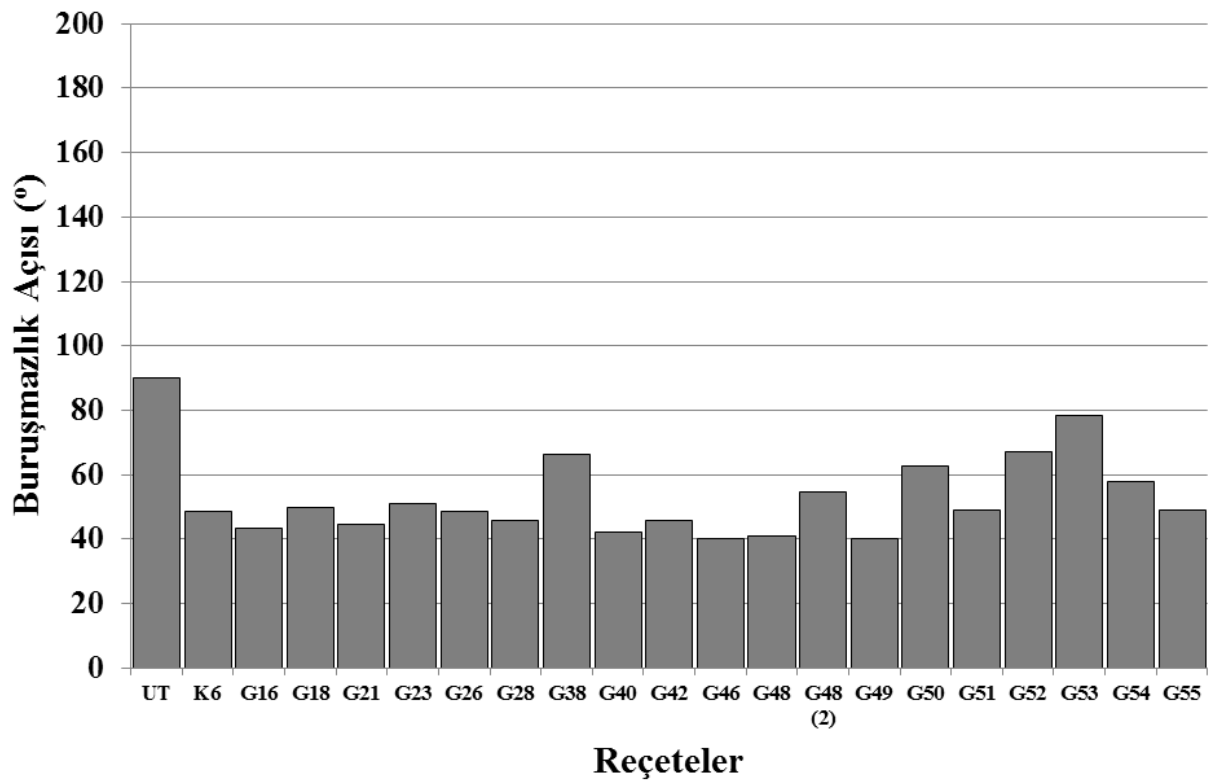
(a)



(b)



(c)



(2)

(d)

ekil 3.20 İem görmeyen kuma ve (a) Su-ya iticilik i lemi reęeteleri, (b) Polimer içermeyen su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reęeteleri, (c) Akrlat ve Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reęeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-ya ve/veya güç tutu urluk i lemi reęeteleri ile i lem gören kuma örneklerinin buru mazlık açış de erleri

3.14 SEM ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları

Çeşitli seçilmiş su-yağ iticilik ve/veya güç tutuşurluk işlemleri görmüş kumaş örneklerinin SEM görüntüleri Şekil 3.21; Şekil 3.22; Şekil 3.23; Şekil 3.25'de verilmiştir. Nanosoller ile ve konvansiyonel reçeteye göre işlem gören kumaşların yüzeyinde pürüzlü veya pürüzsüz film kaplamaları SEM görüntülerinde gözlenmiştir.

Şekil 3.22; Şekil 3.23; Şekil 3.24'te kaplanan malzemelerin SEM görüntülerine göre kaplanan liflerin yüzeyinin daha pürüzsüzleştiği ve böylece kaplamanın varlığı gösterilmiştir. İşlem görmemiş liflerin enine kesitleri 12 µm civarında iken, kaplanan liflerin kalınlıklarının 12-15 µm arasında değiştiği gözlenmiştir. Polimerik malzemeler içeren çözeltilerle kaplanan kumaşların gözeneklerinin kapanarak sürekli bir film oluşturacak şekilde kaplamaların oluştuğu tespit edilmiştir. Ayrıca melamin içeren G7 reçetesine göre kaplanan kumaşların yüzeyinde partiküler formda taneciklerin düzensiz olarak dağılmış olduğunun görülmesinden dolayı homojen bir kaplama üretilmediği ve melaminin çözelti içerisinde düzgün bir şekilde çözülmemiş olduğu ispatlanmıştır. Ayrıca su-yağ iticilik işlemlerinde; S12 (ZrA içeren) ile işlem gören kumaş örneği yüzeyinde çeşitli kırılmalar (cracks), S14 (TIPT içeren) örneğinin yüzeyinde partiküler formda birikintiler, S17b (çinko nitrat ve HMDS içeren) ve S19b (alüminyum sülfat ve HDMS içeren) örneklerinde de partiküler formda çökeltiler gözlenirken, S23 (çinko sülfat ve GLYEO içeren) örneğinde daha homojen ve düzgün bir yüzey kaplaması gözlenmiştir (Şekil 3.21).

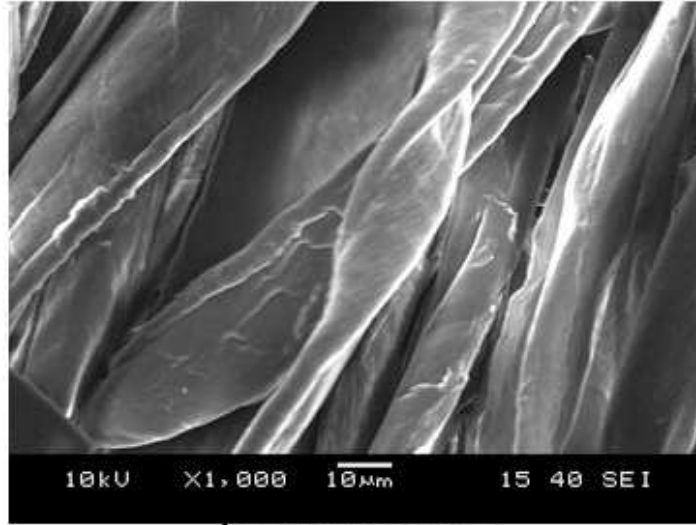
Konvansiyonel polimer içermeyen su-yağ iticilik ve/veya güç tutuşurluk işlemleri ile (K1, K2, K3, K4) kumaş yüzeyinde homojen ve düzgün bir yüzey kaplaması gözlenmiştir.

Polimer içermeyen su-yağ iticili ve/veya güç tutuşurluk işlemi gören G1, G3, G6, G8, G10, G12, G14, G24, G29, G30, G33 ve G36 (genel olarak AHF, TF, fosforik asit, guanidin fosfat ve borik asit içeren örnekler) örneklerinde düzgün ve homojen bir kaplama gözlenirken, G31 (antimon asetat içeren), G32 (çinko asetat içeren) ve G34 (antimon asetat içeren) örneklerinde yüzeyde partikül birikintileri, G43, G44

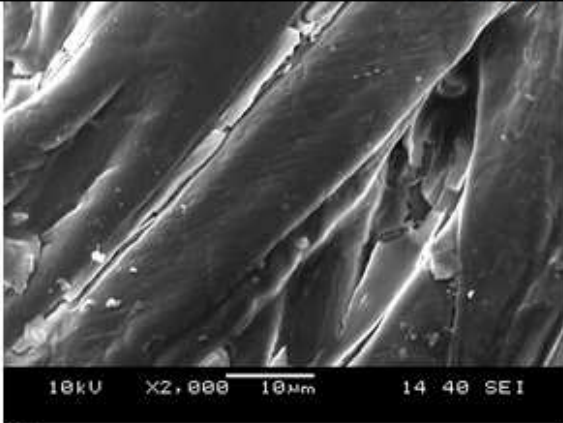
örneğinde ise üre-formaldehitin de çapraz bağlayıcı etkisi ile gözenekleri de dolduran bir film tabakası gözlenmiştir (Şekil 3.22).

SEM görüntülerine göre tek başına polimerleri içeren reçeteler (K5, K6, K8) ve akrilat, flor karbon ve vinil asetat esaslı polimerleri içeren reçetelerle işlem gören kumaş örnekleri daha çok gözenekleri de kapatan yoğun bir film tabakası ile kaplanmıştır. (Şekil 3.23, Şekil 3.24).

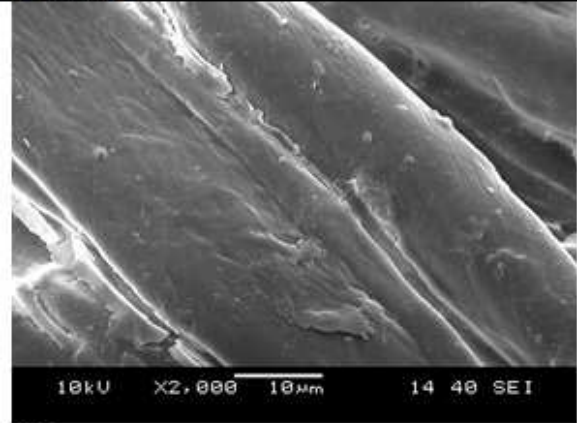
Yıkamaya dayanıklı su-yağ itici ve güç tutuşur kaplamaların geliştirildiği G18 ve G48(2) reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinde de belirgin şekilde lifler arasındaki boşlukları da dolduran yoğun bir film tabakası görülmüştür (Şekil 3.24).



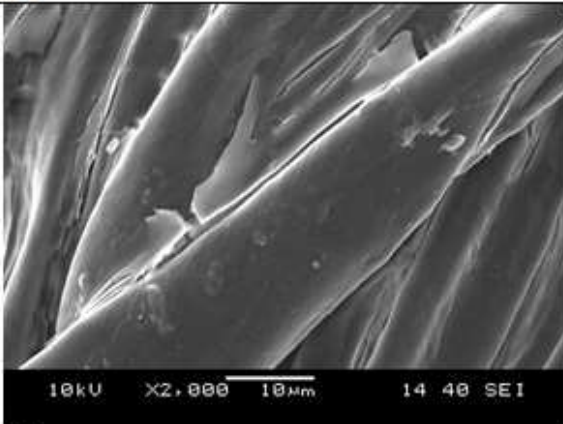
İşlemsiz kumaş



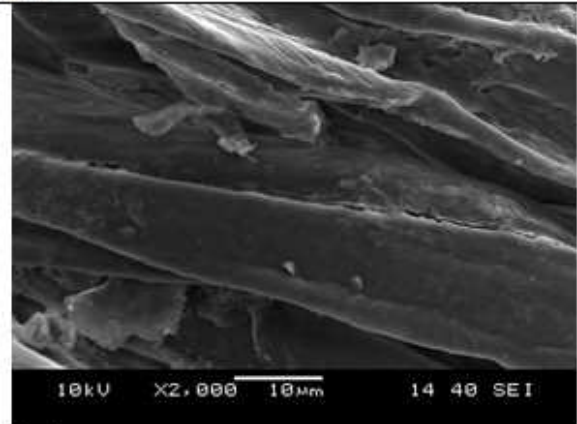
S1



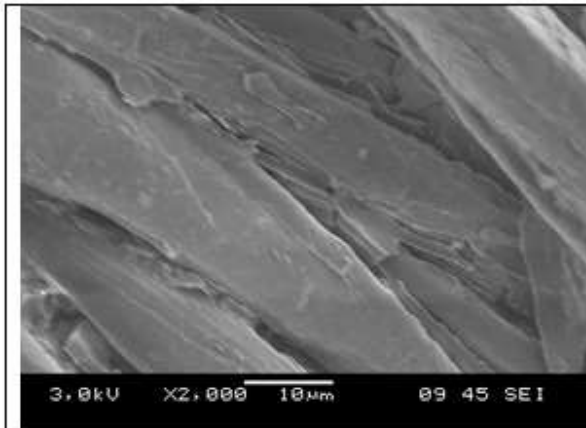
S2



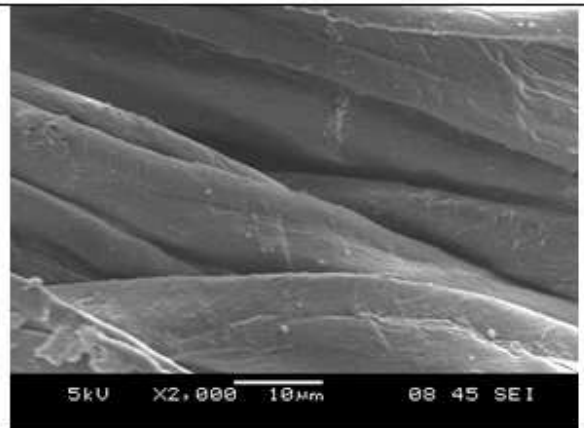
S3



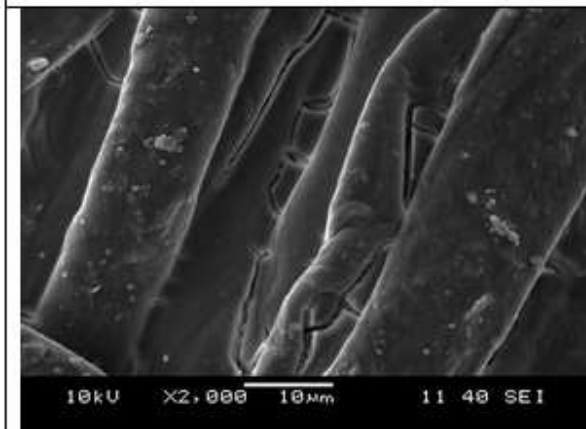
S4



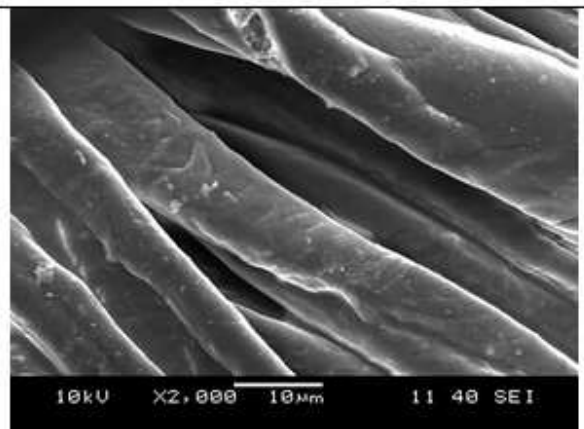
S5



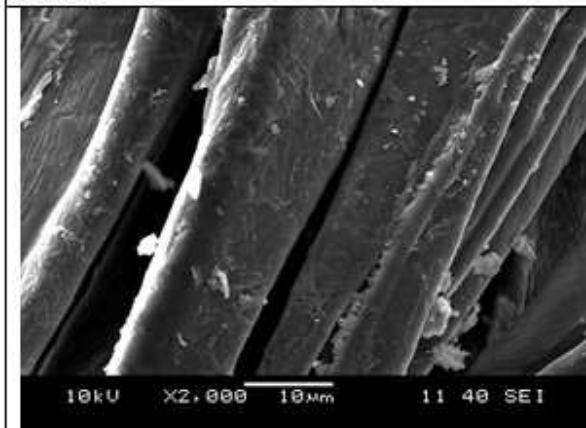
K3



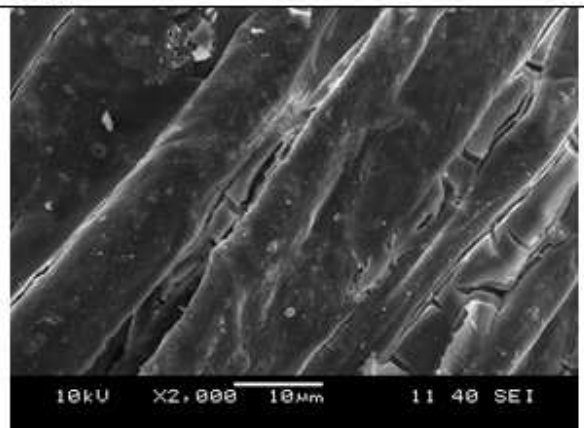
K0A



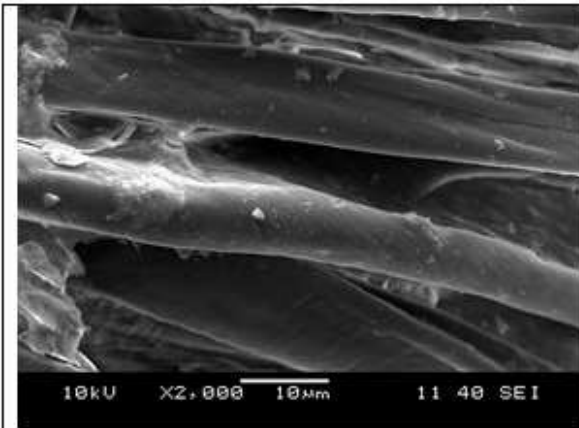
S10



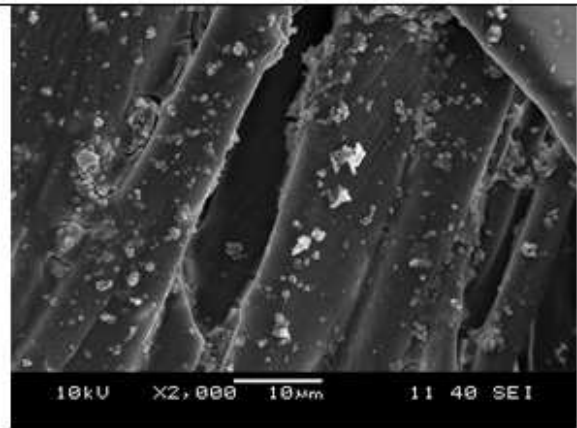
S11



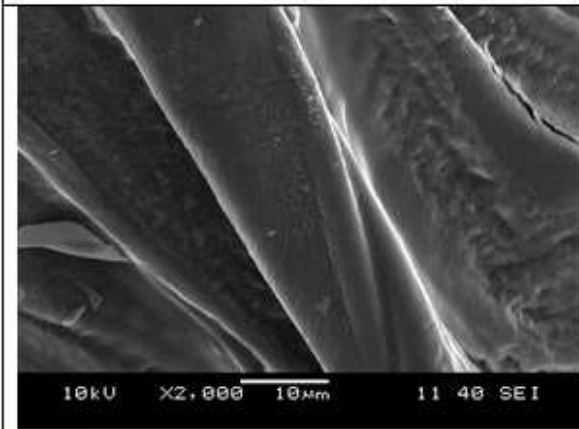
S12



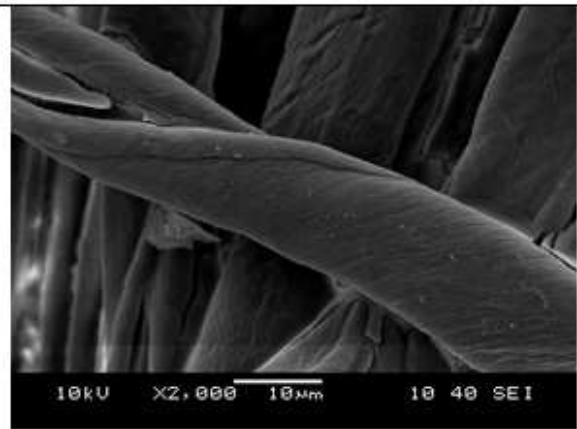
S13



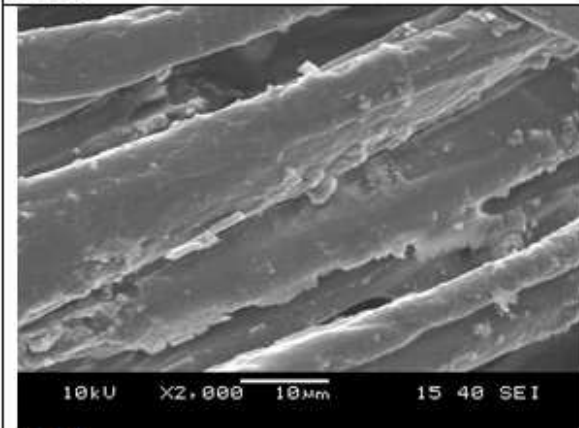
S14



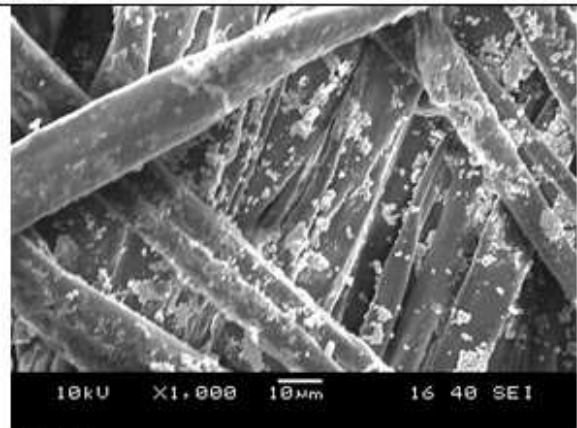
S15



S16



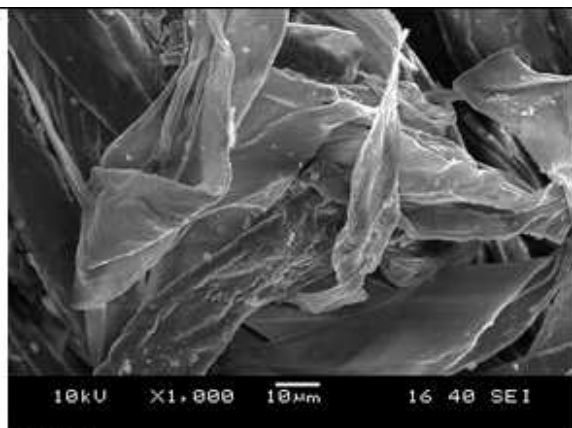
S17a



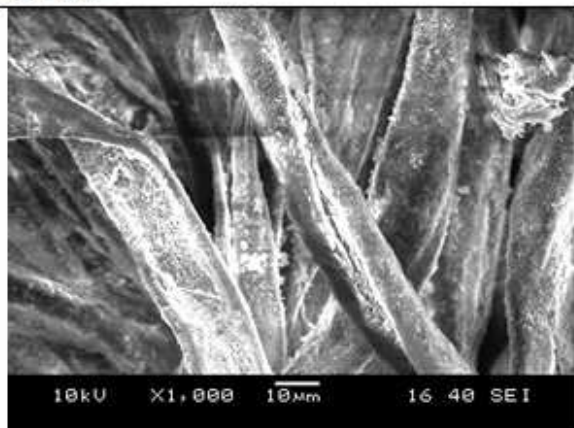
S17b



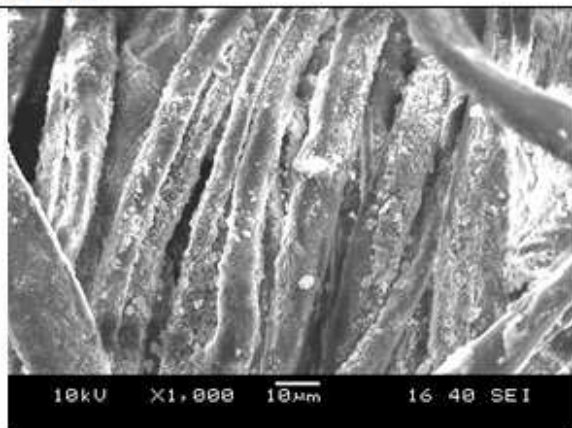
S18a



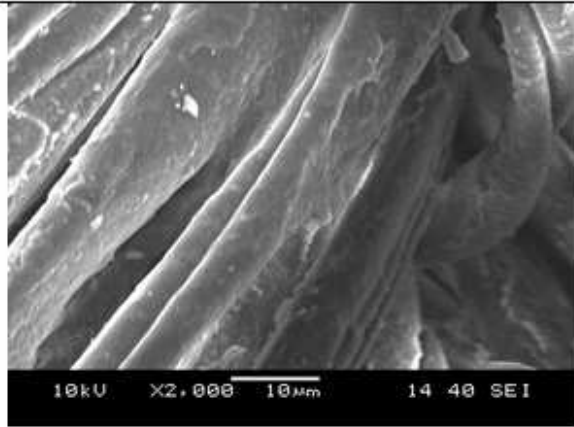
S18b



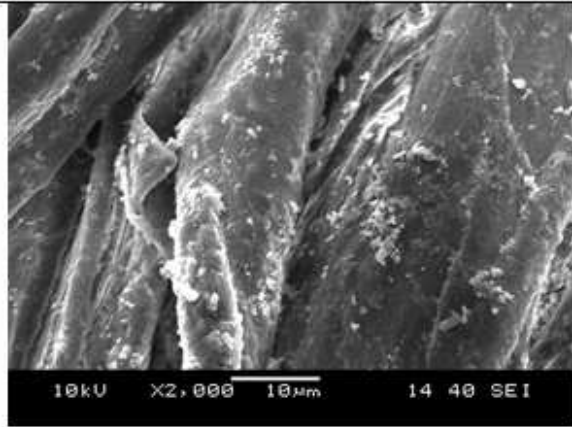
S19a



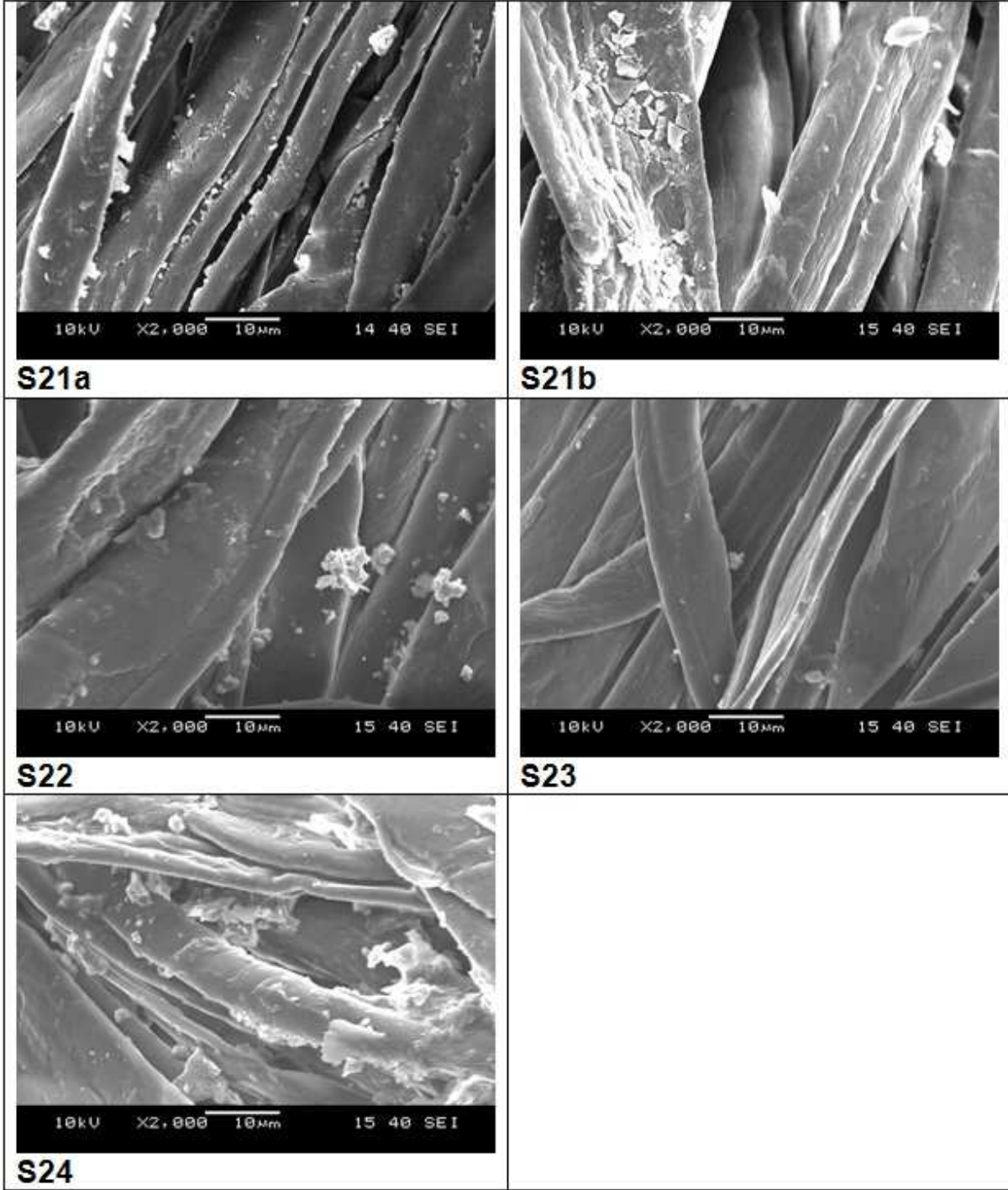
S19b



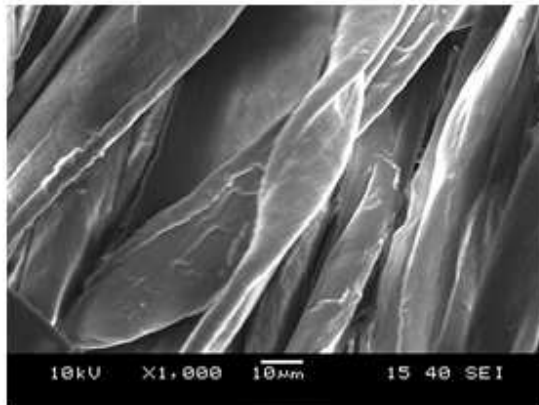
S20a



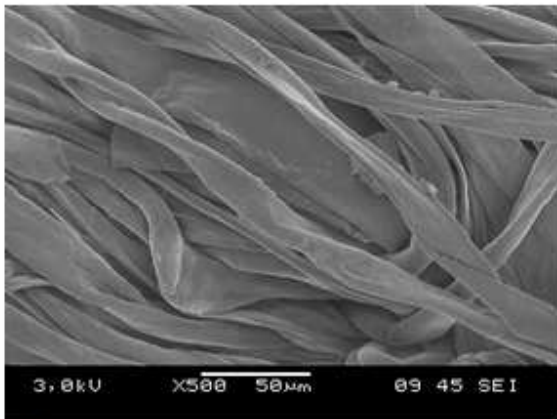
S20b



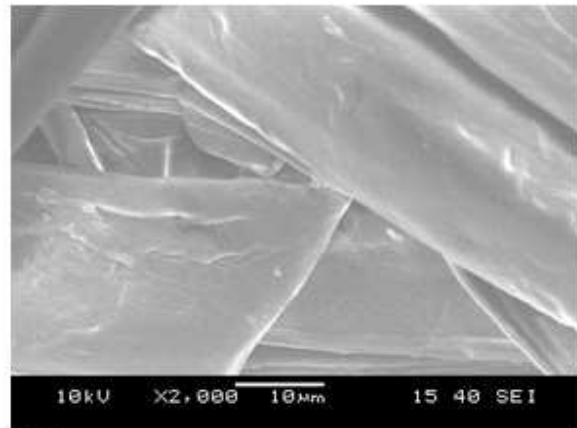
Şekil 3.21 İşlem görmeyen kumaş ve çeşitli su-yağ iticilik işlemleri görmüş kumaş örneklerinin SEM görüntüleri



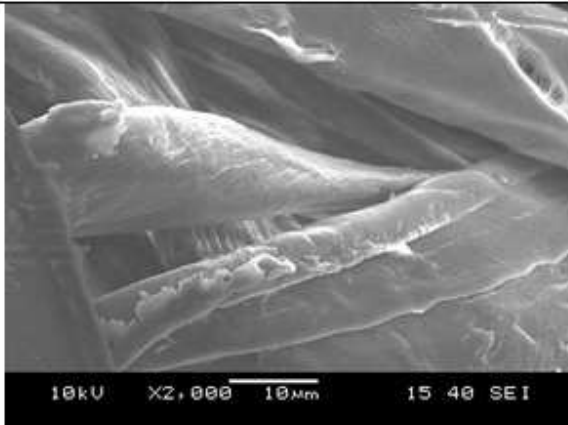
UT



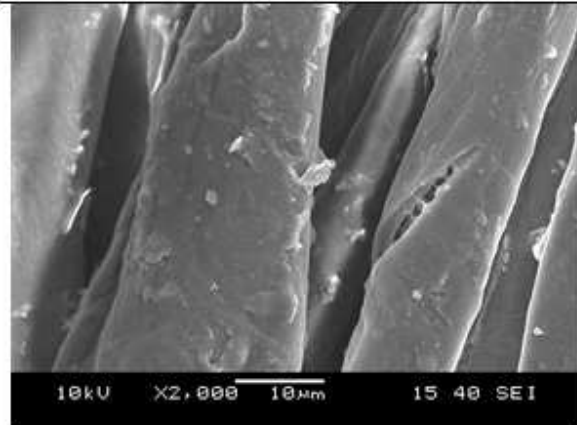
K1



K2



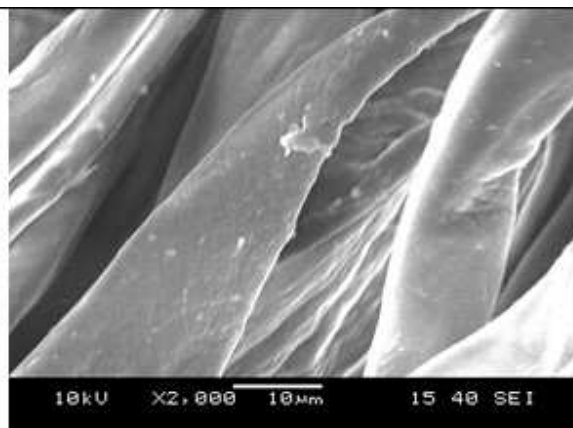
K4



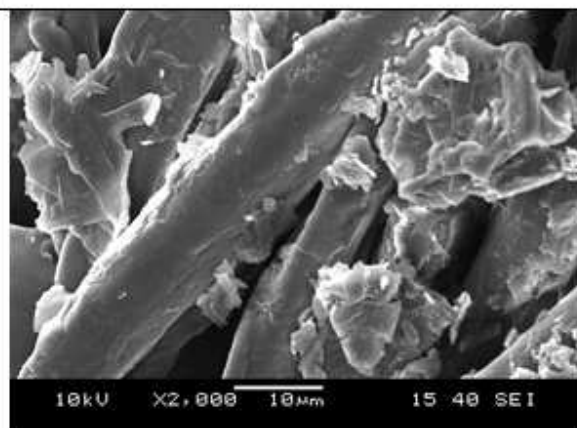
G1



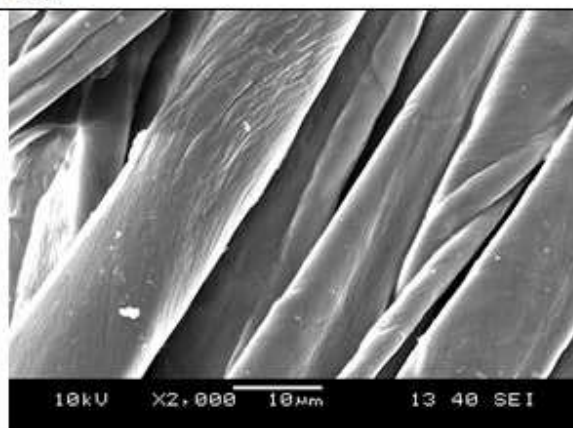
G3



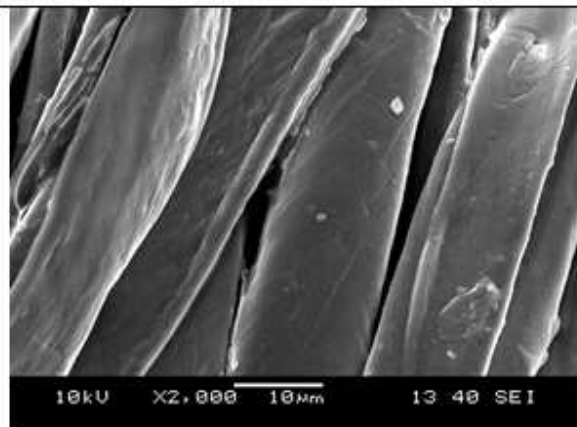
G6



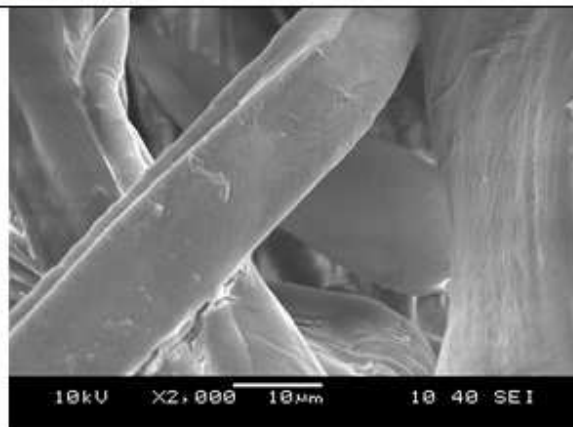
G7



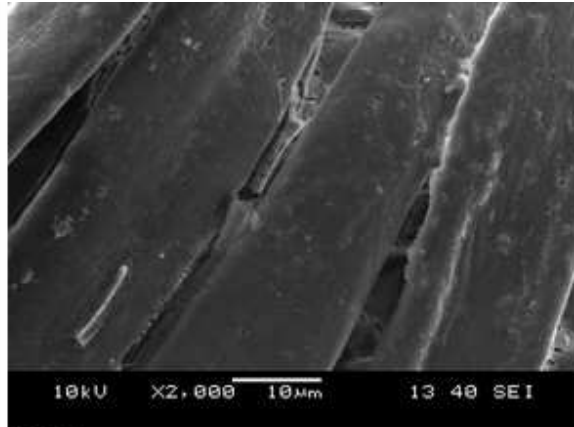
G8



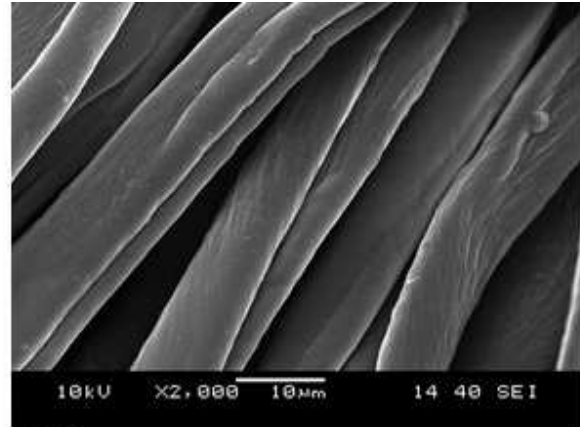
G10



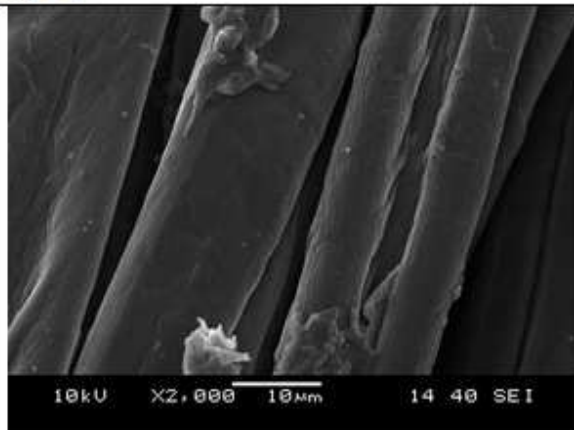
G12



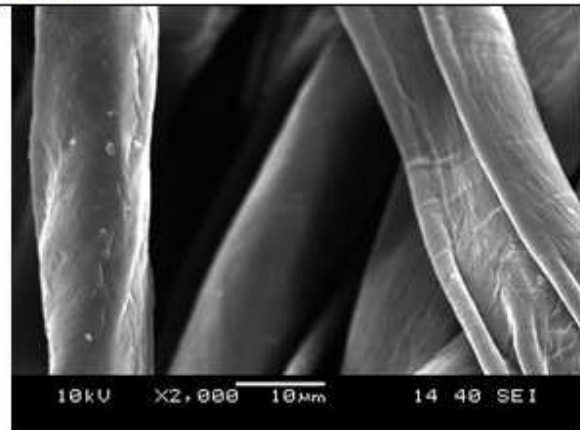
G14



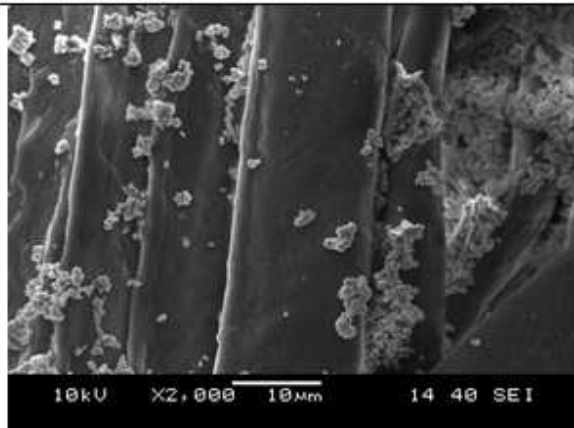
G24



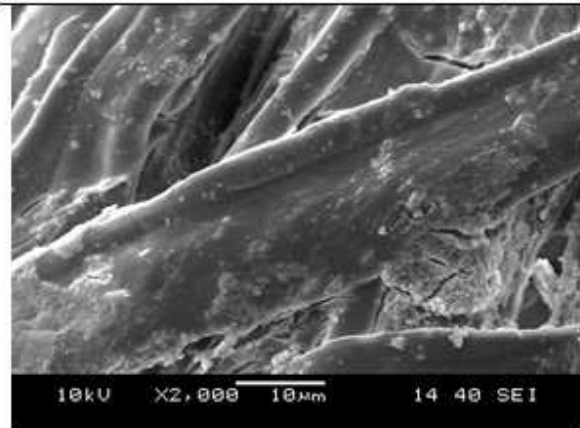
G29



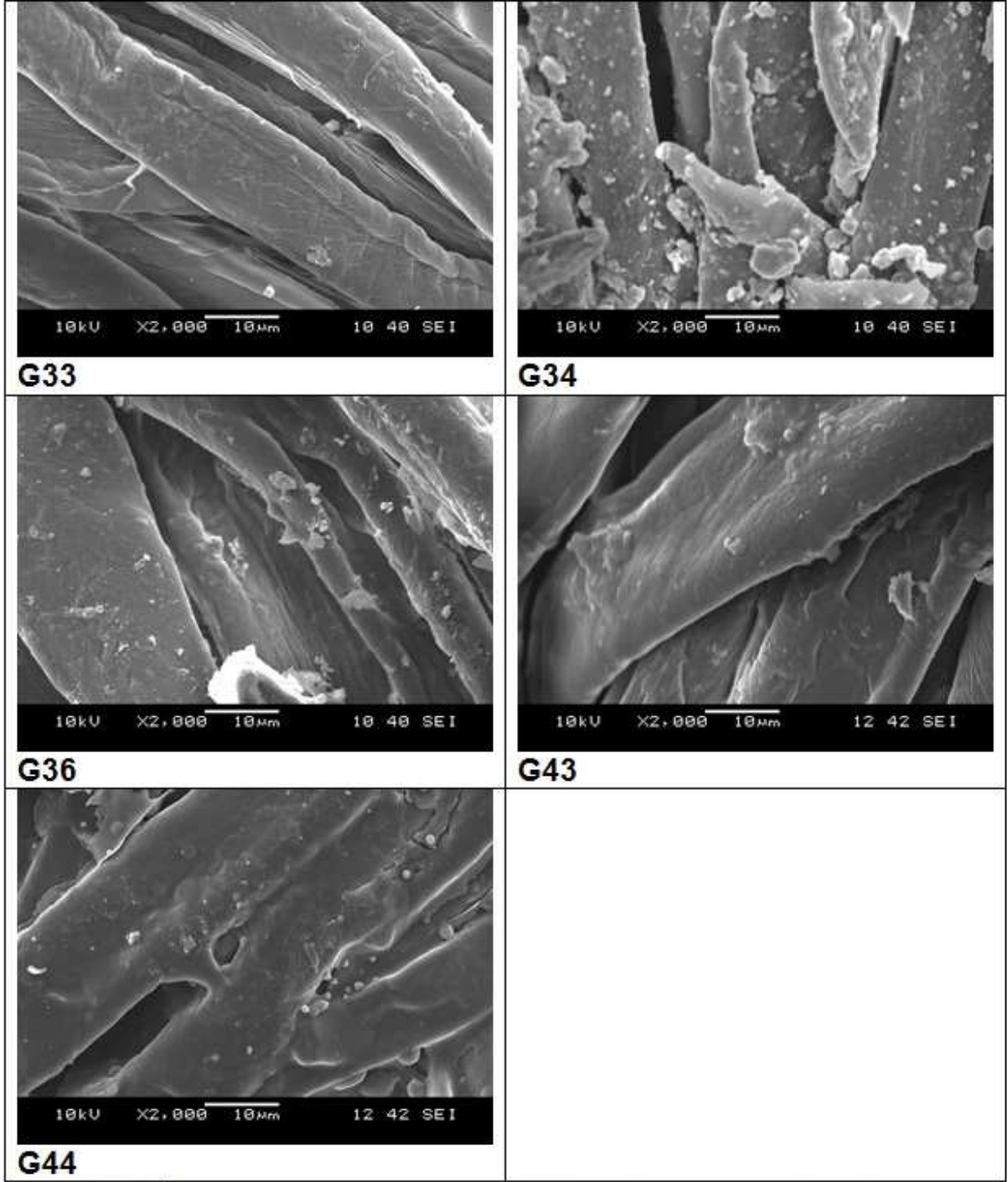
G30



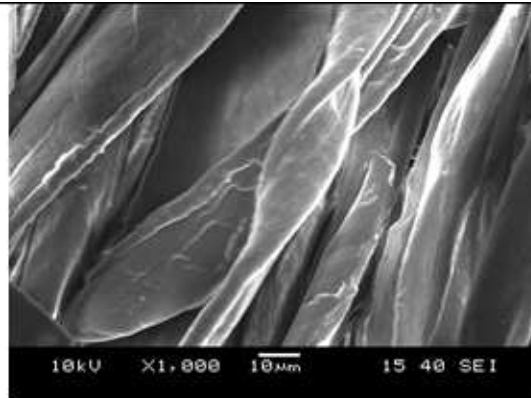
G31



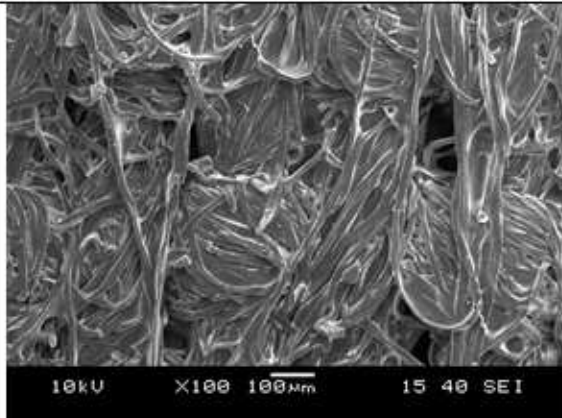
G32



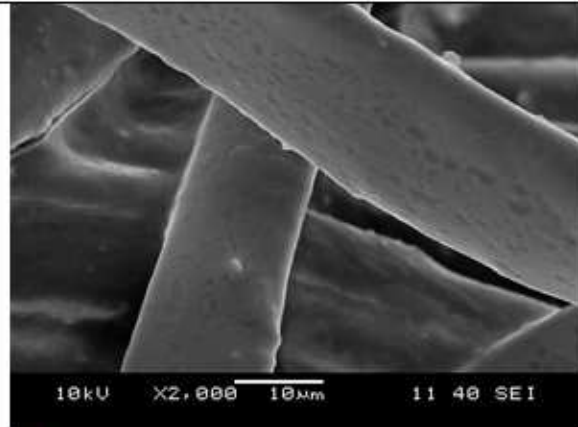
Şekil 3.22 İşlem görmeyen kumaş ve polimer içermeyen su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin SEM görüntüleri



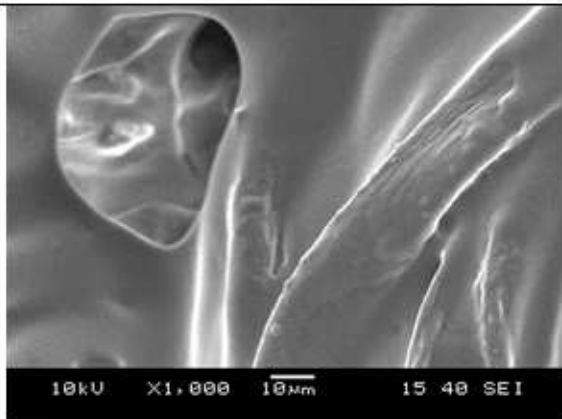
UT



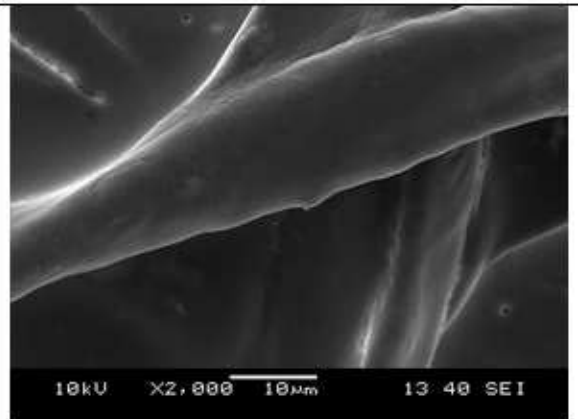
K5



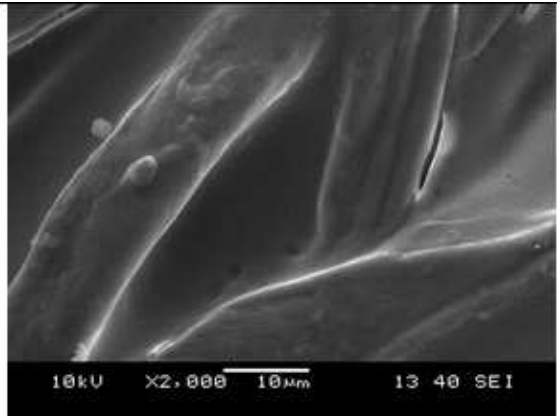
K8



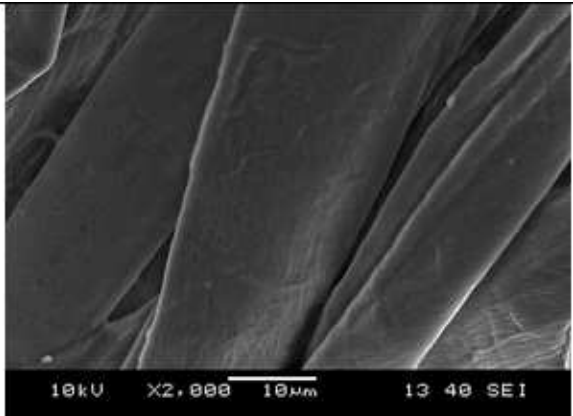
G5



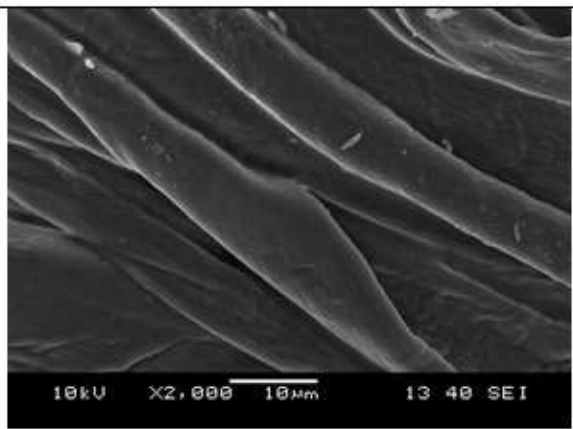
G9



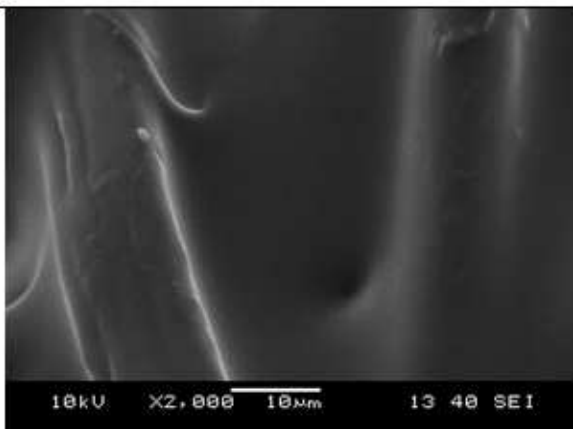
G11



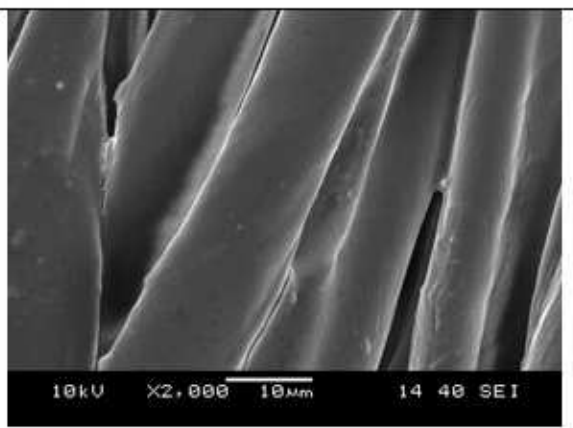
G17



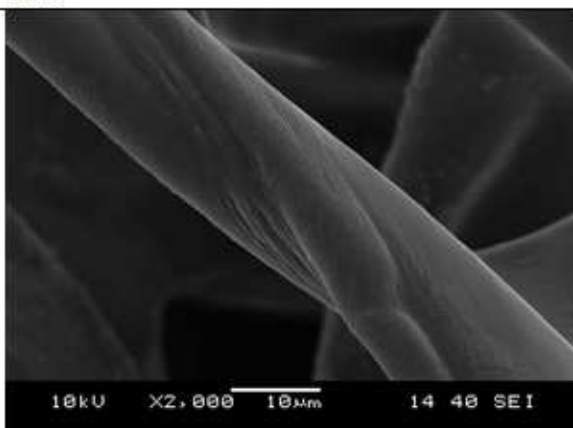
G19



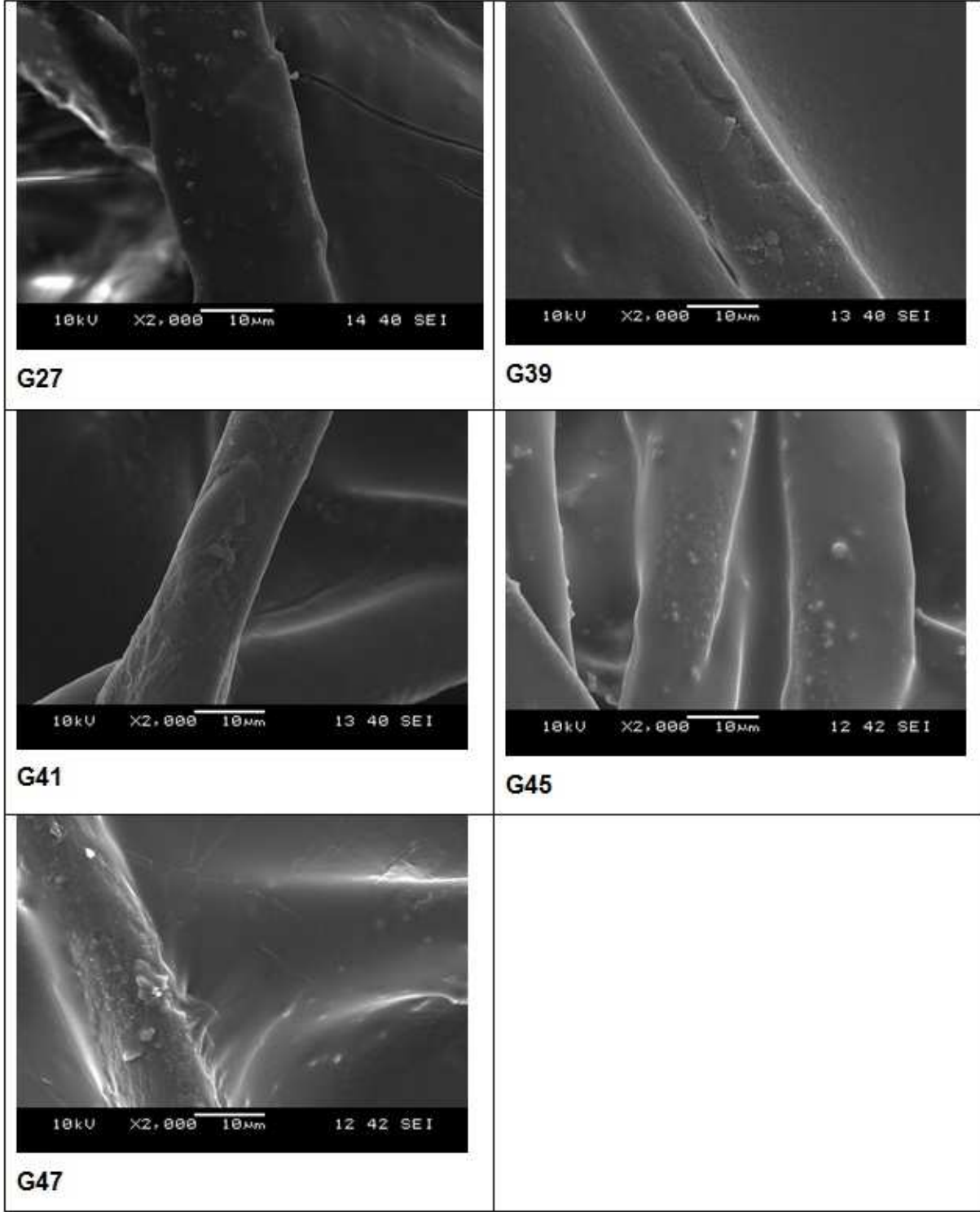
G20



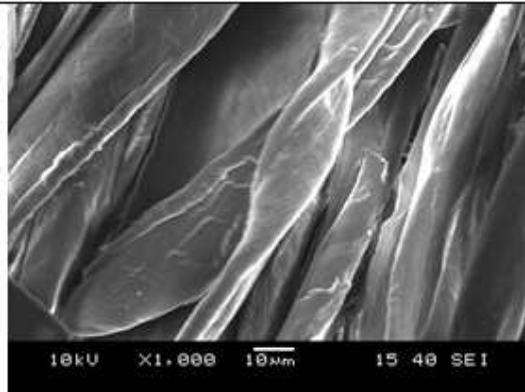
G22



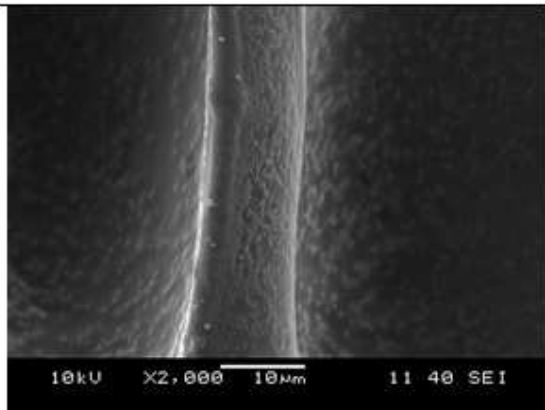
G25



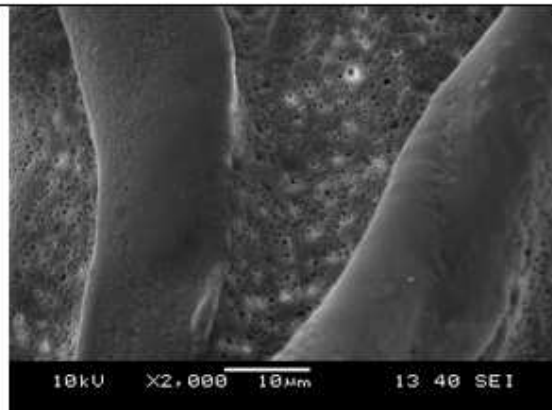
Şekil 3.23 İşlem görmeyen kumaş ve akrilat ve florarbon esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin SEM görüntüleri



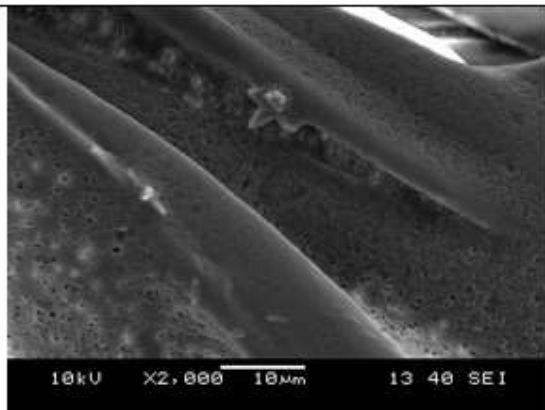
UT



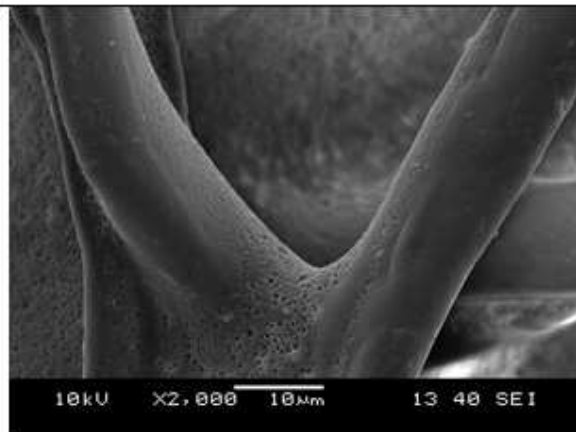
K6



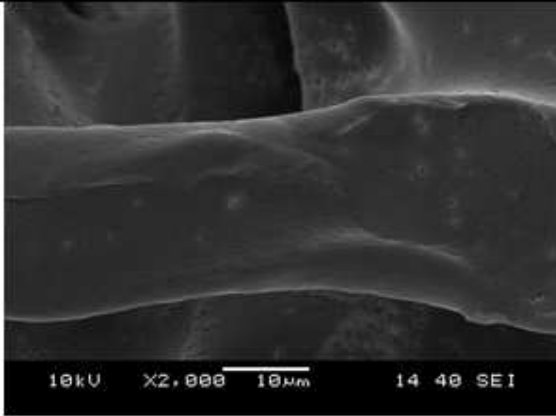
G16



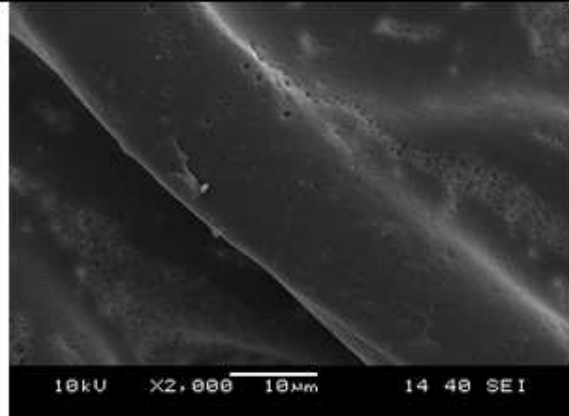
G18



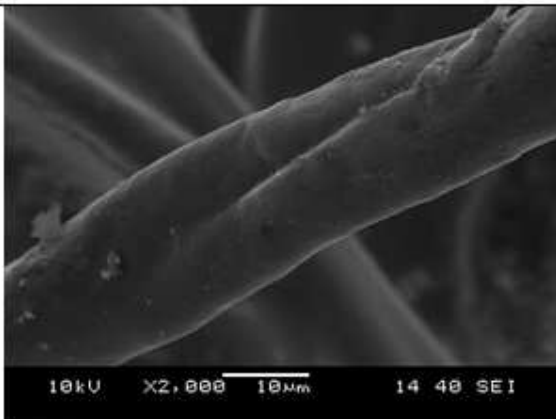
G21



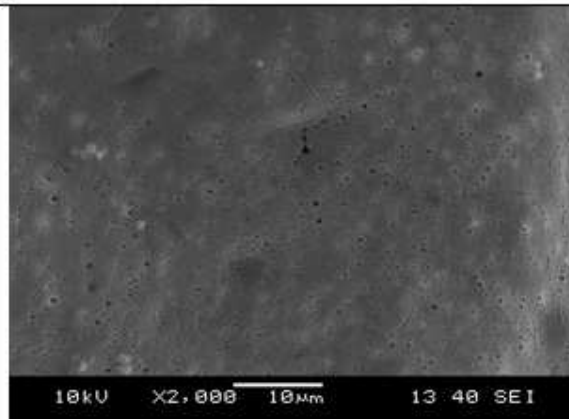
G23



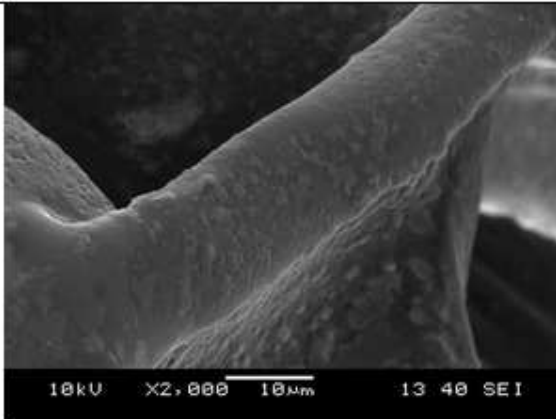
G26



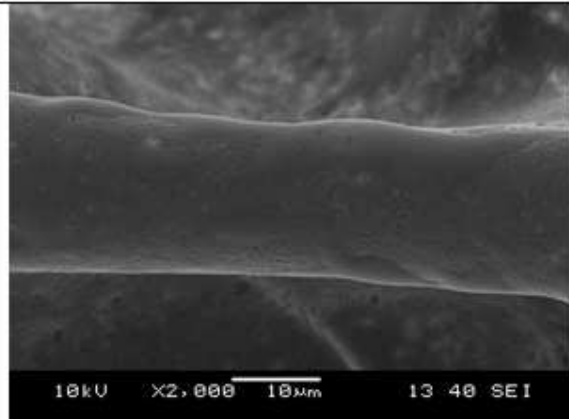
G28



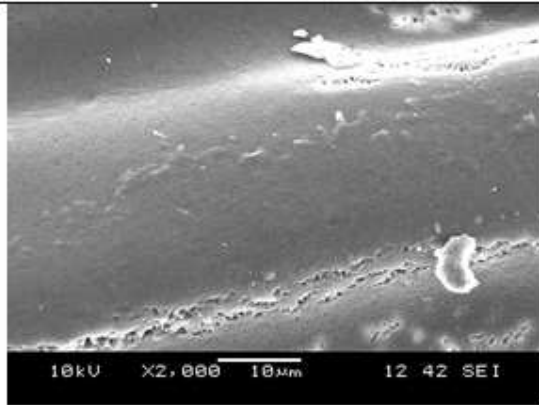
G38



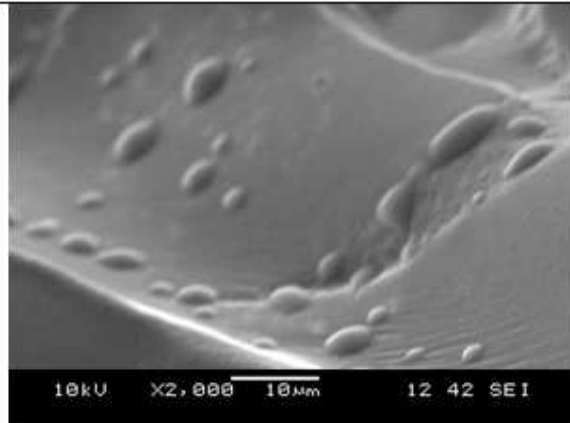
G40



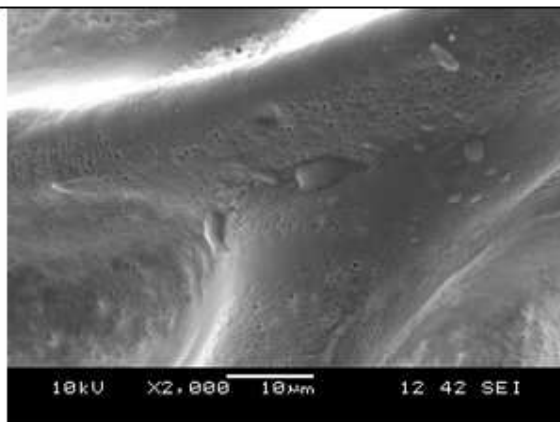
G42



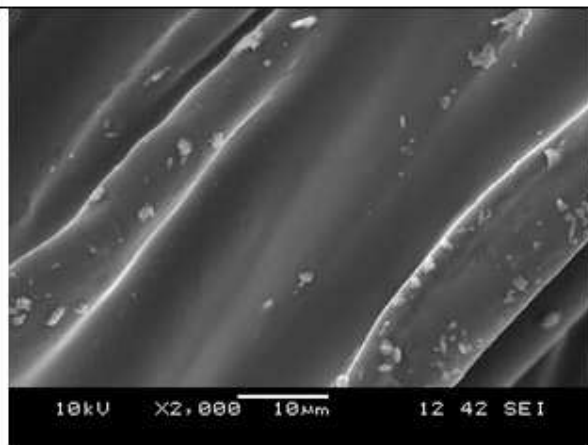
G46



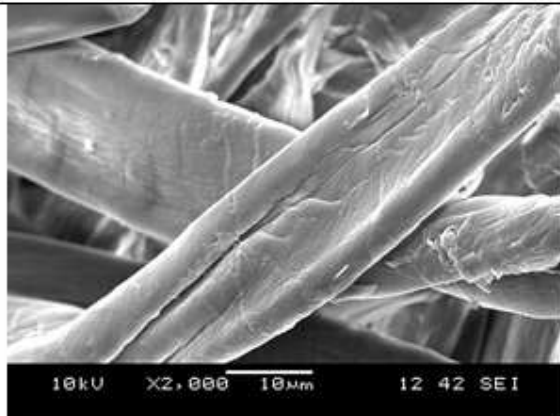
G48



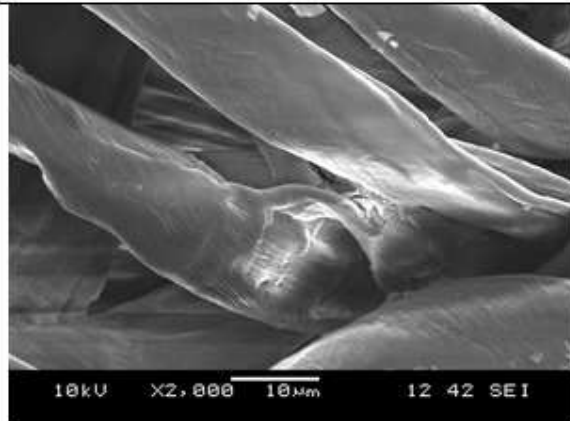
G48(2)



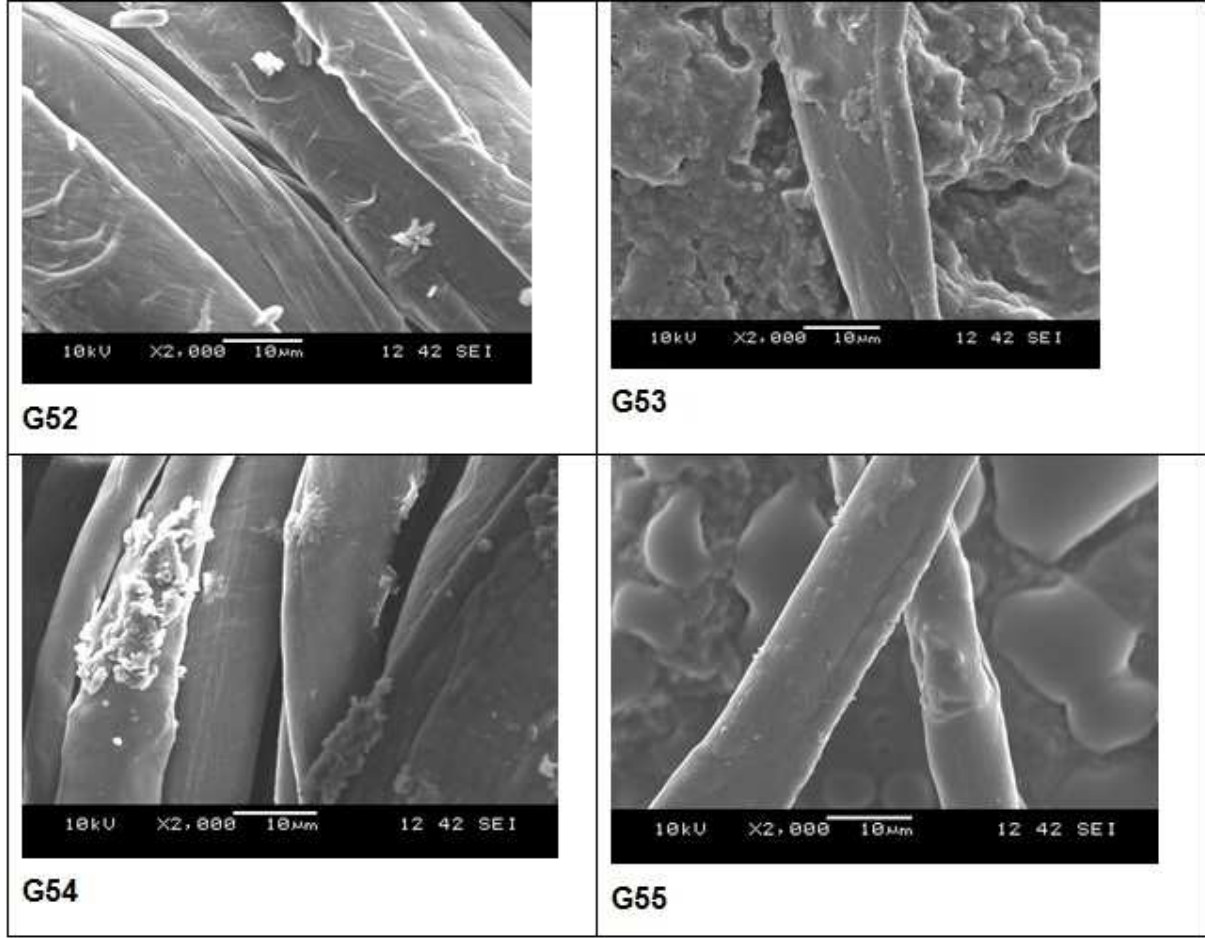
G49



G50



G51



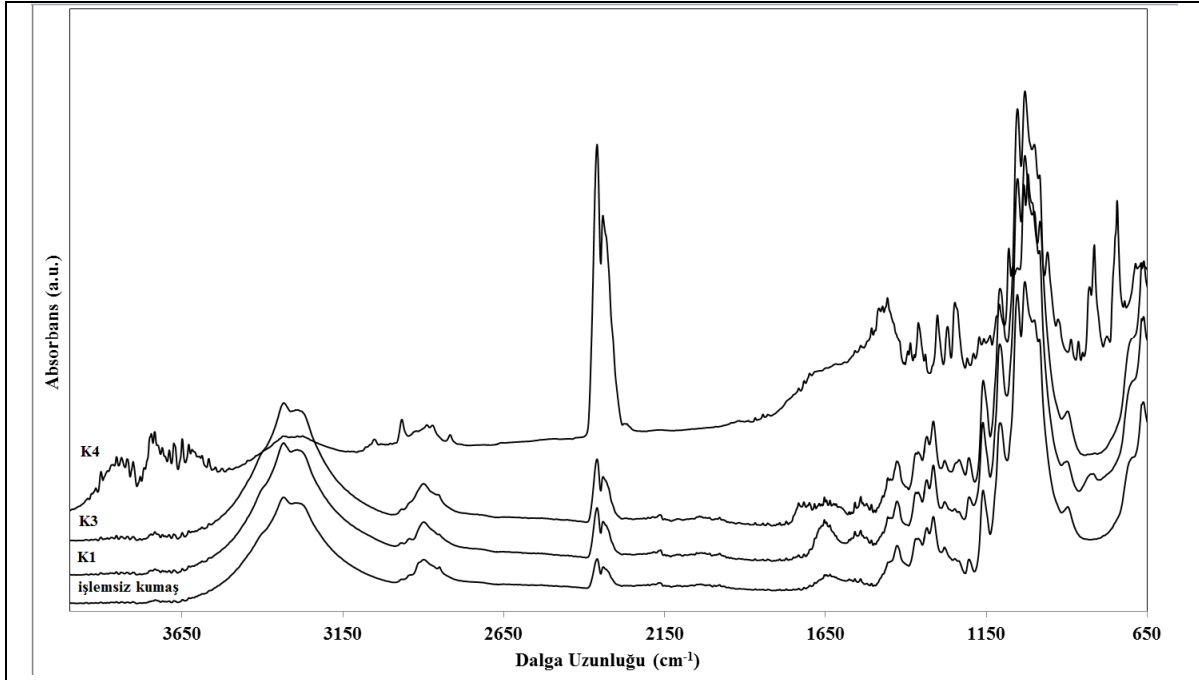
Şekil 3.24 İşlem görmeyen kumaş ve vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin SEM görüntüleri

3.15 FTIR-ATR ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları

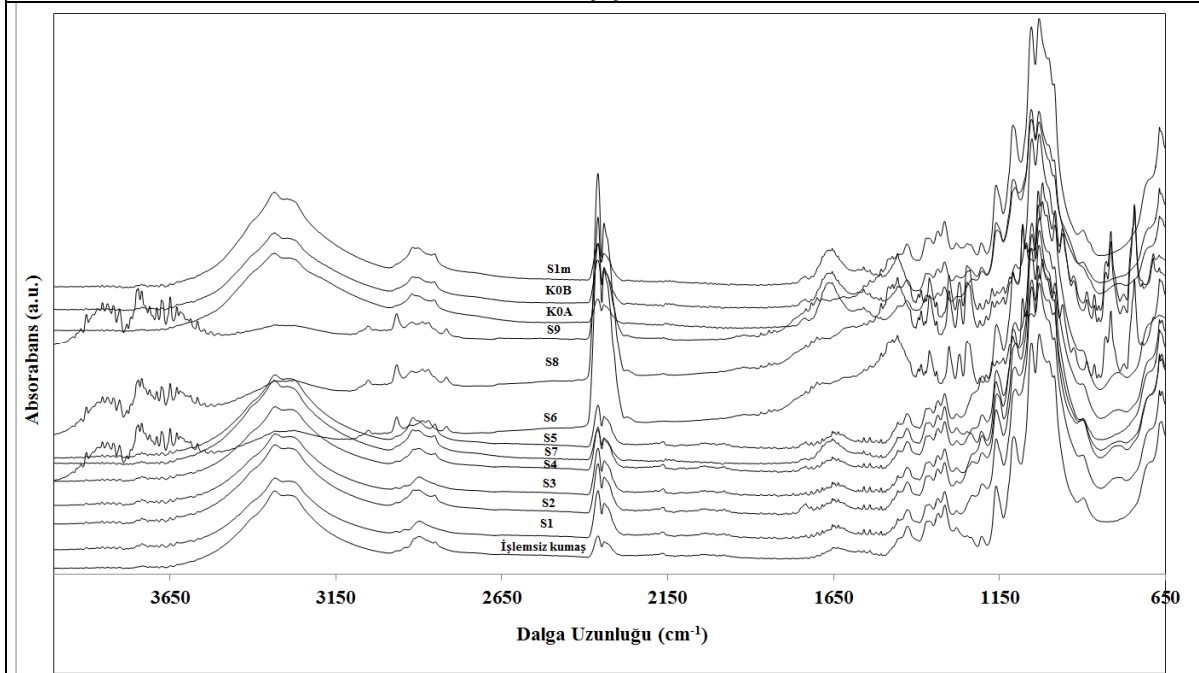
FTIR-ATR spektralleri sonucuna göre (Şekil 3.25; Şekil 3.26) $3200-3600\text{ cm}^{-1}$ bandı O-H gerilmesi nedeniyle, $2200-2600\text{ cm}^{-1}$ bandı C-H gerilmesi nedeniyle, CH_2 ve CH_3 gruplarının varlığı $2400-2900\text{ cm}^{-1}$ bölgesinde oluşan titreşim moduyla gözlemlenebilir. Bu bölgelerde tüm örneklerin spektralleri yaklaşık olarak benzerdir. $1000-1110\text{ cm}^{-1}$ band bölgesinde Si-O bağlarının katkısı görülür [CIRELI ve ark., 2007].

Fosfat içeren silika esaslı nanosol kaplamalarında $1400-3600\text{ cm}^{-1}$ frekans aralığında görülen O-H bandı daha düşük frekanslara kaymıştır. Fosfor bileşiklerinin ilavesi ile O-H ve C-H bandlarının frekansları azalmıştır. $1000-1110\text{ cm}^{-1}$ band bölgesinde Si-O

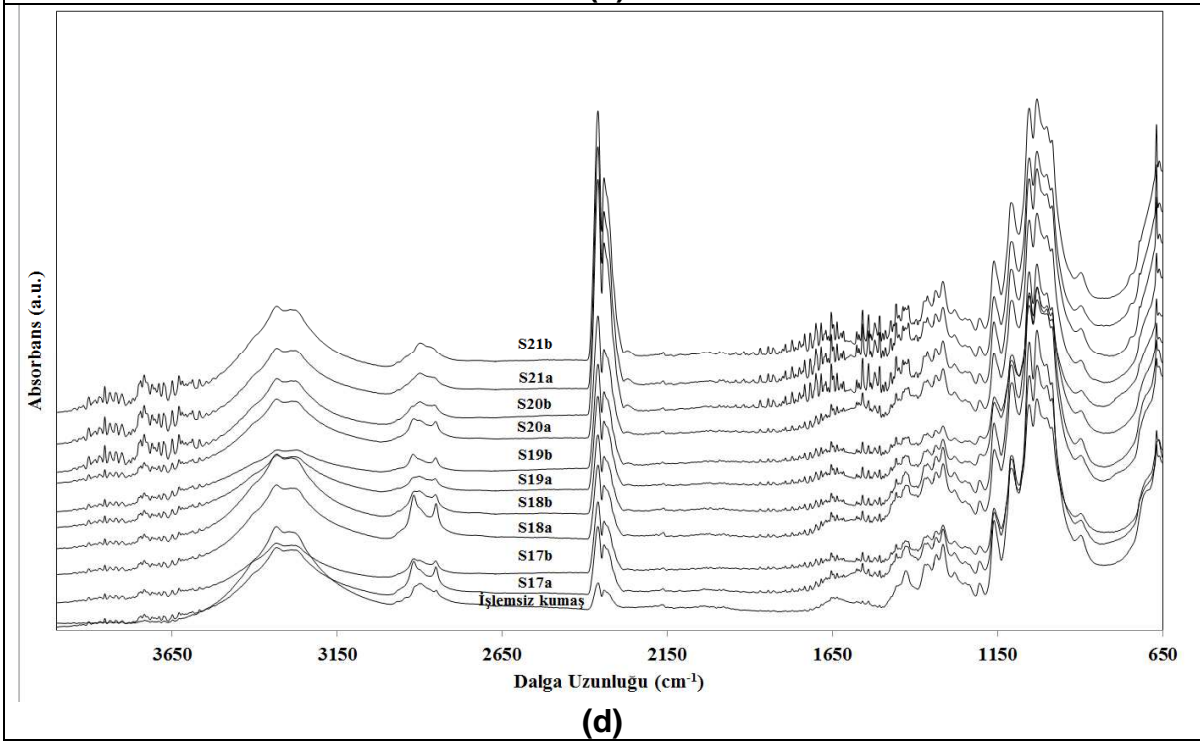
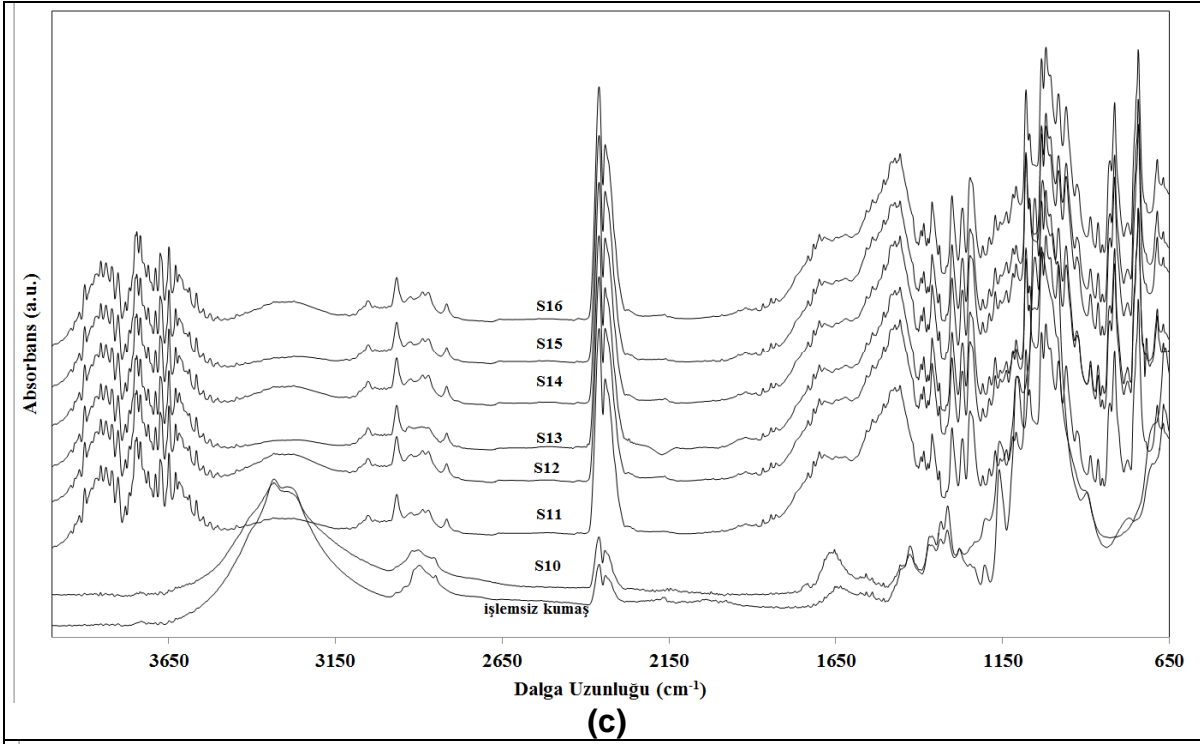
bağlarının katkısı görülür. Fosfor içeren kaplamalarda 900-600 cm^{-1} bandı Si-O bağının katkısı nedeniyle. Fosfor içermeyen silika solların kullanımı için Si-O piki düşük absorbansa sahip iken, fosfor katkılı silika sollar için ise Si-O piki yüksek absorbansa sahiptir. 700-1400 cm^{-1} frekansı arasındaki Si-O bandının fosfor katkılı nanosollerde daha yüksek frekanslara doğru yer değiştirdiği görülmüştür. Bunun nedeni fosfor katkılı silika nanosollerde P-O-R ve P-OH bağları nedeniyle 1100-950 cm^{-1} ve $\sim 1050 \text{ cm}^{-1}$ 'de bandların gözlenmesi nedeniyle olabilir [CIRELI ve ark., 2007].

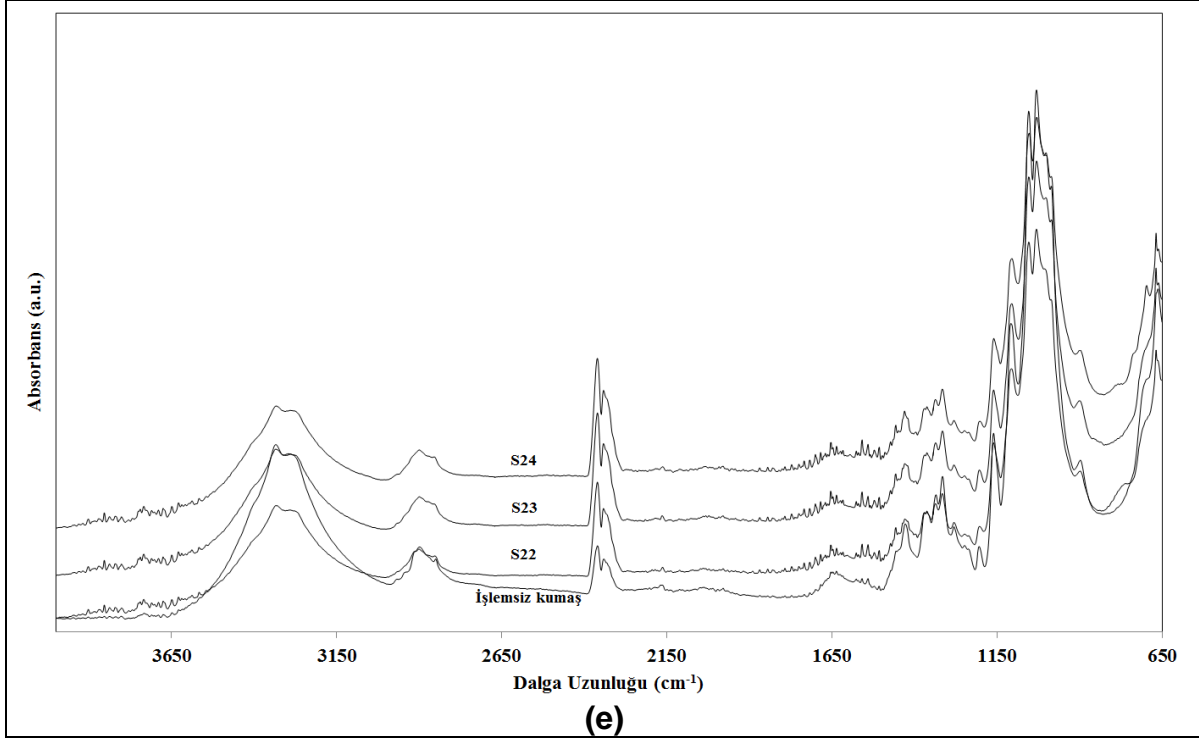


(a)

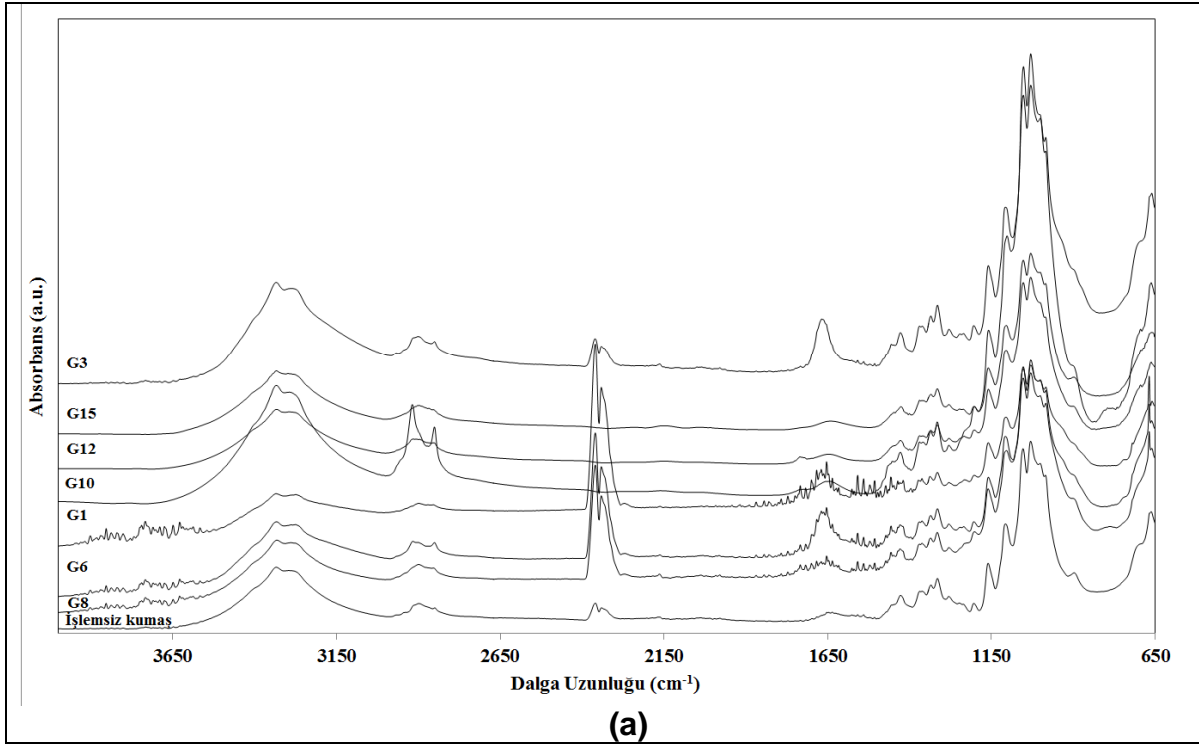


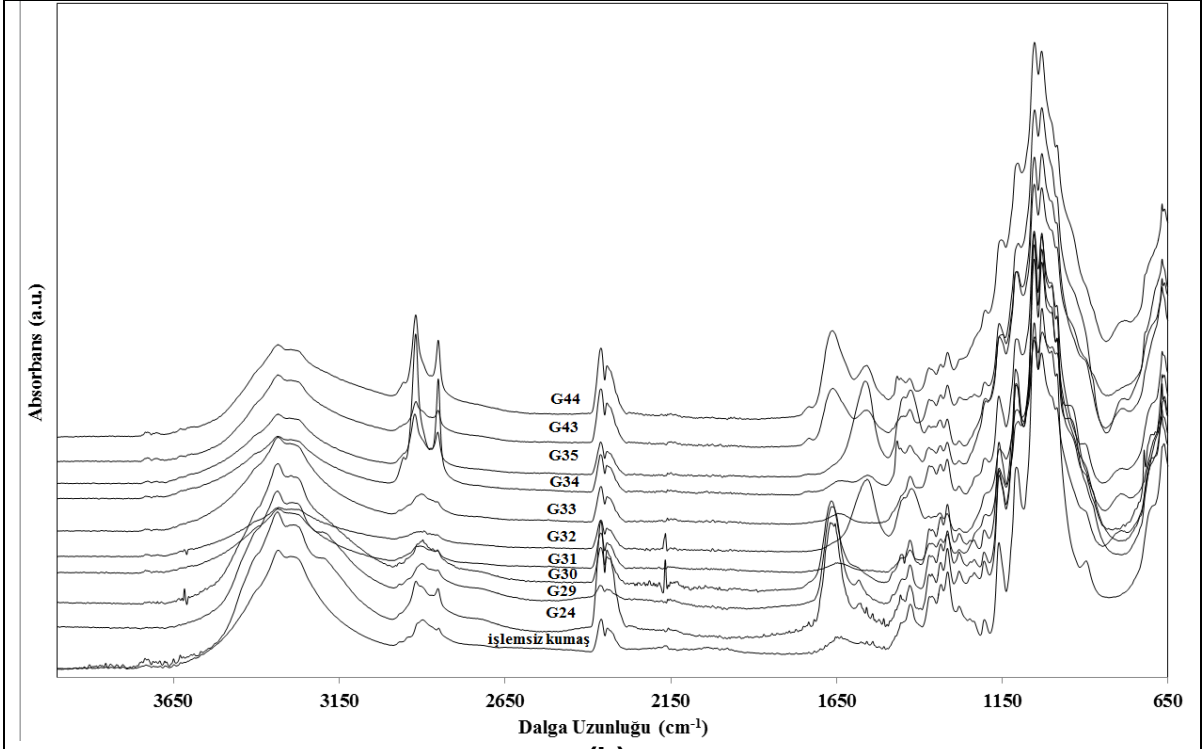
(b)



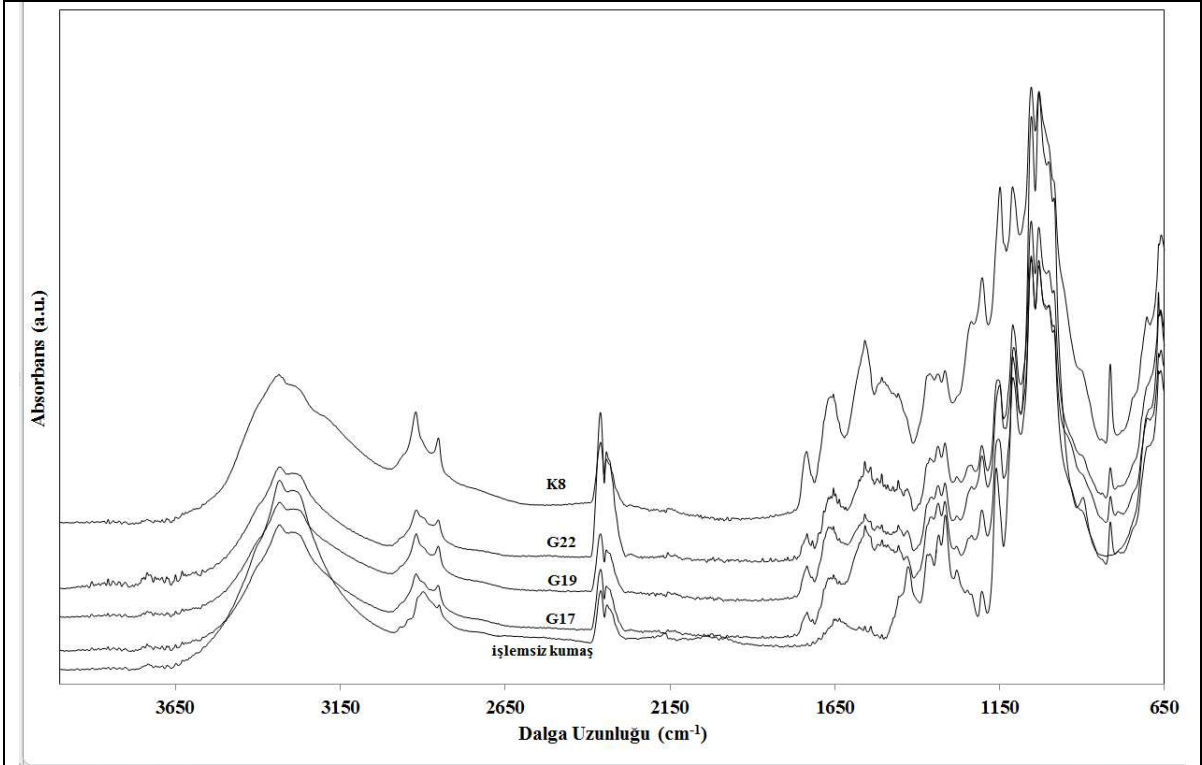


Şekil 3.25 İşlem görmemiş kumaş, (a) konvansiyonel su-yağ iticilik ve/veya güç tutuşurluk reçetelerine göre işlem gören kumaş örnekleri, (b, c, d, e) nanosoller ile su-yağ iticilik işlemini görmüş kumaş örneklerinin FTIR-ATR grafikleri

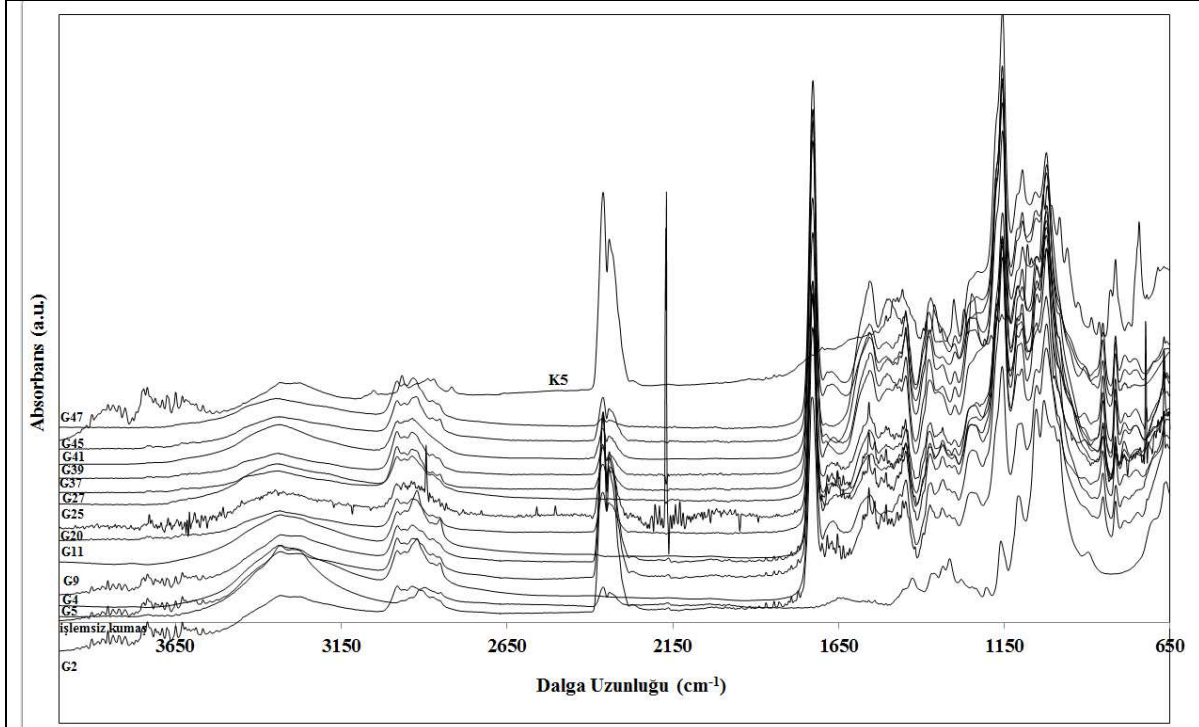




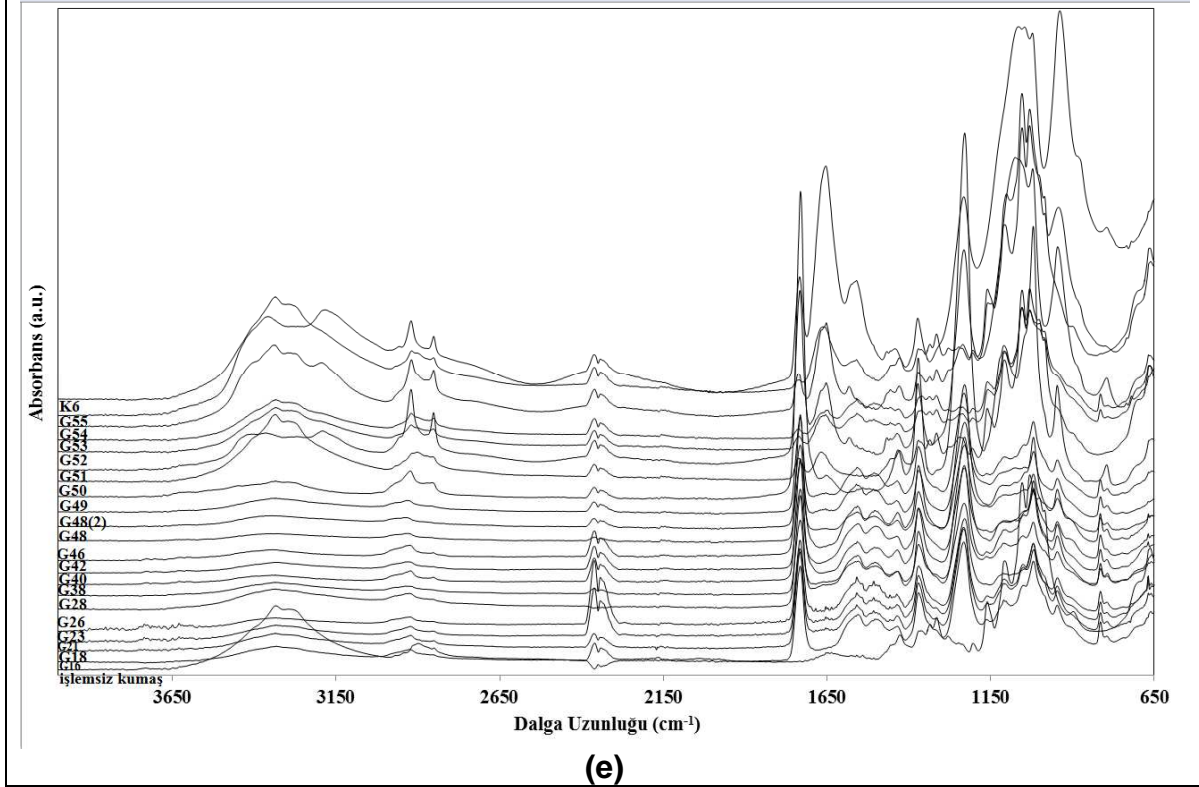
(b)



(c)



(d)

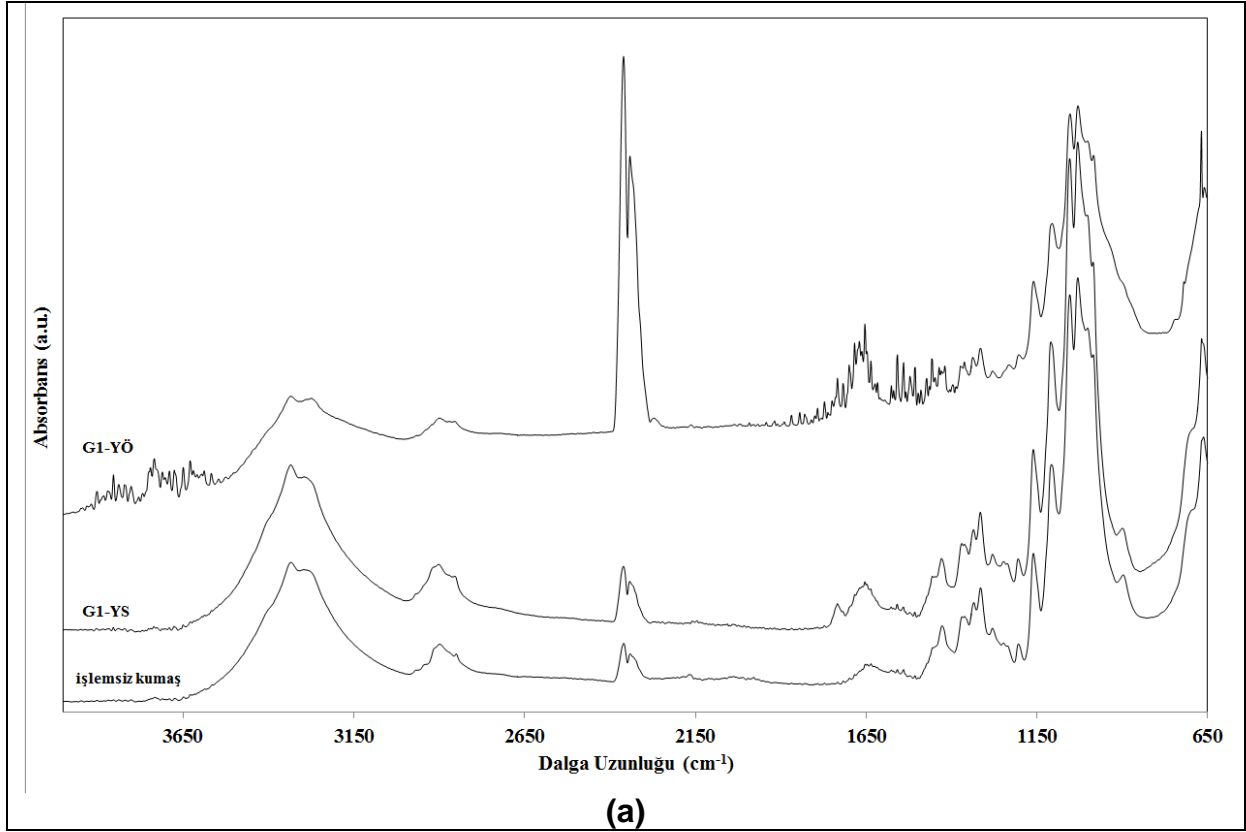


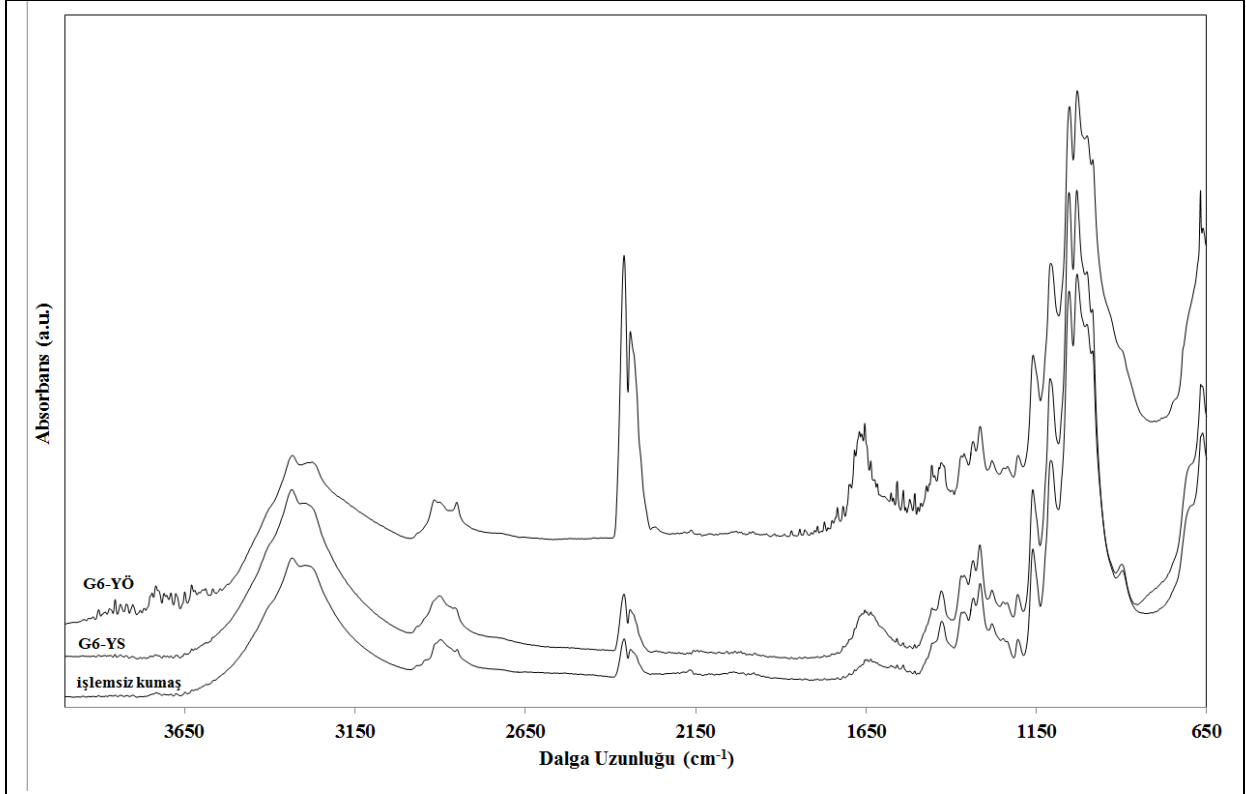
(e)

Şekil 3.26 İşlem görmeyen kumaş ve (a, b) Polimer içermeyen su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işleme reçeteleri, (c) Florkarbon esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işleme reçeteleri, (d) Akrilat esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işleme reçeteleri, (e) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-yağ

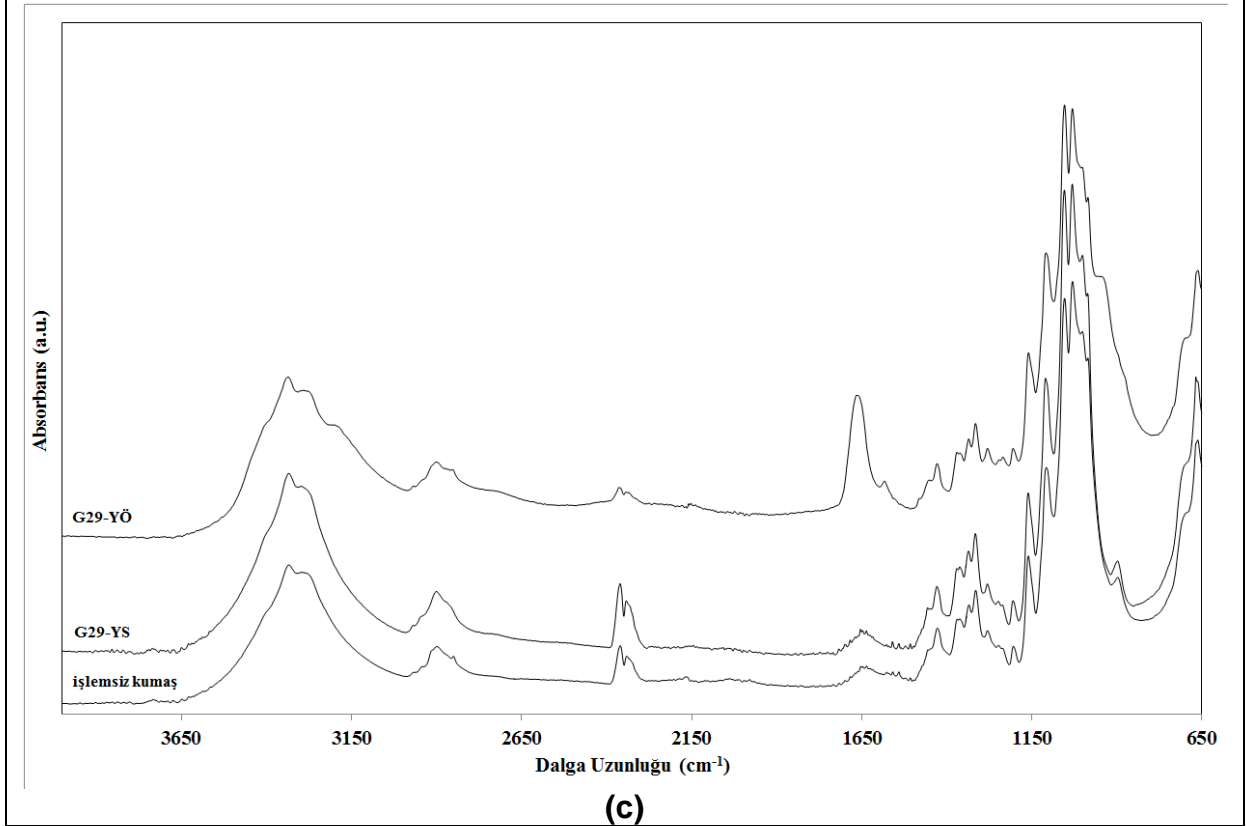
ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin FTIR-ATR grafikleri

Yıkamadan sonra seçilmiş örneklerin FTIR-ATR analizleri aşağıdaki şekilde incelenmiştir (Şekil 3.27; Şekil 3.28; Şekil 3.29).

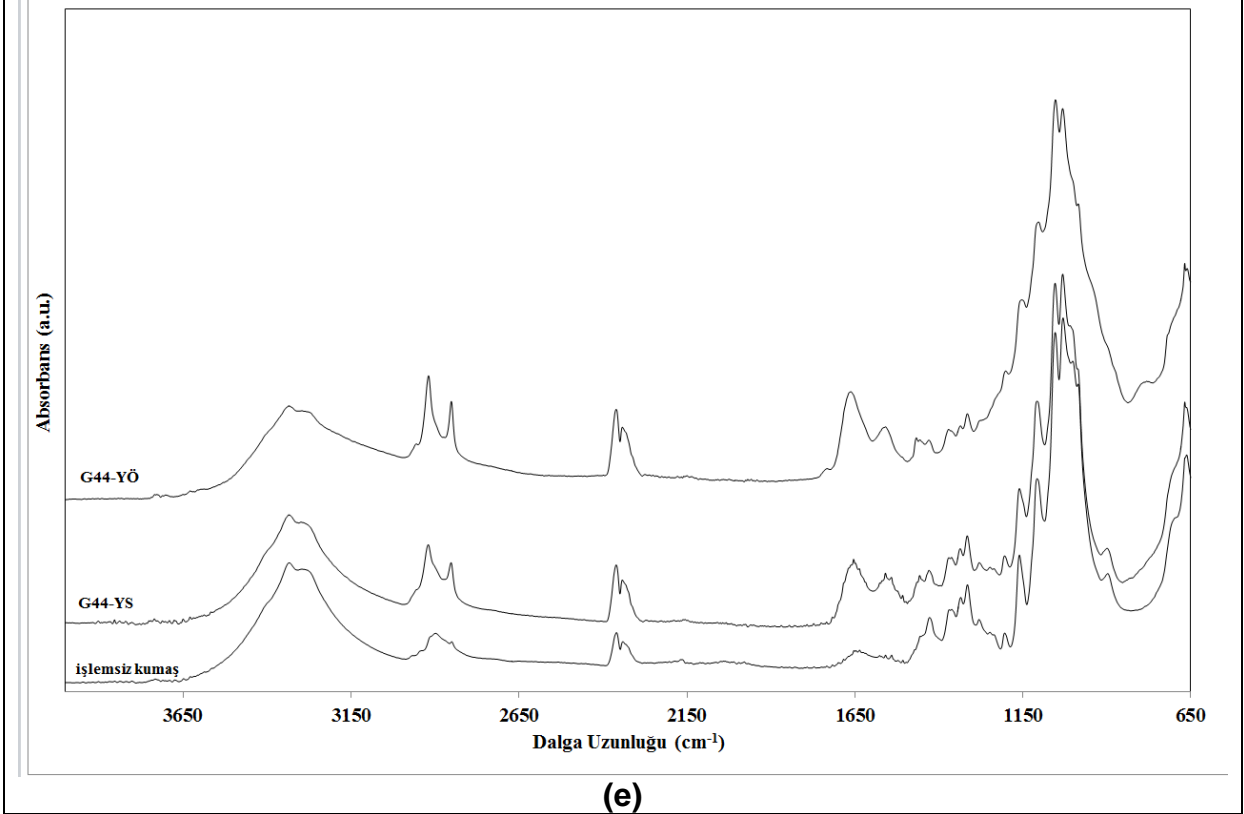
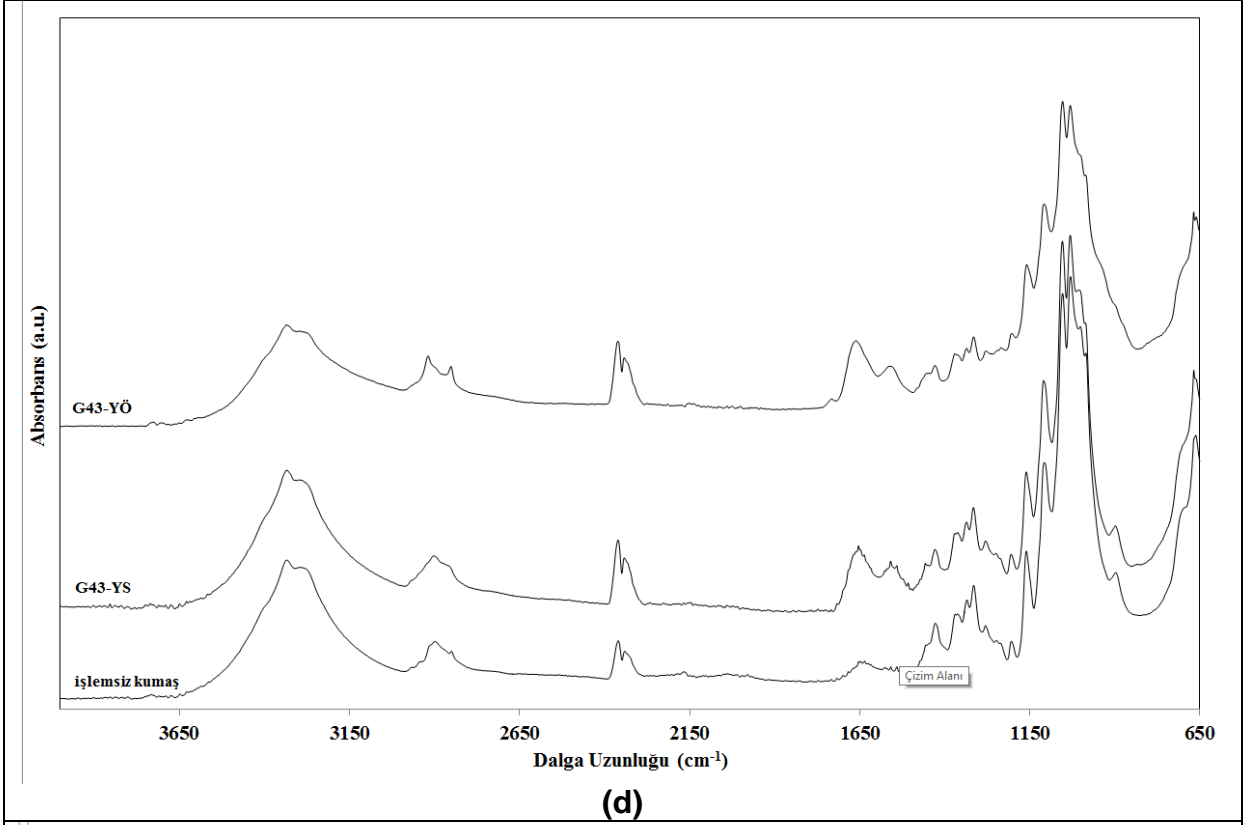




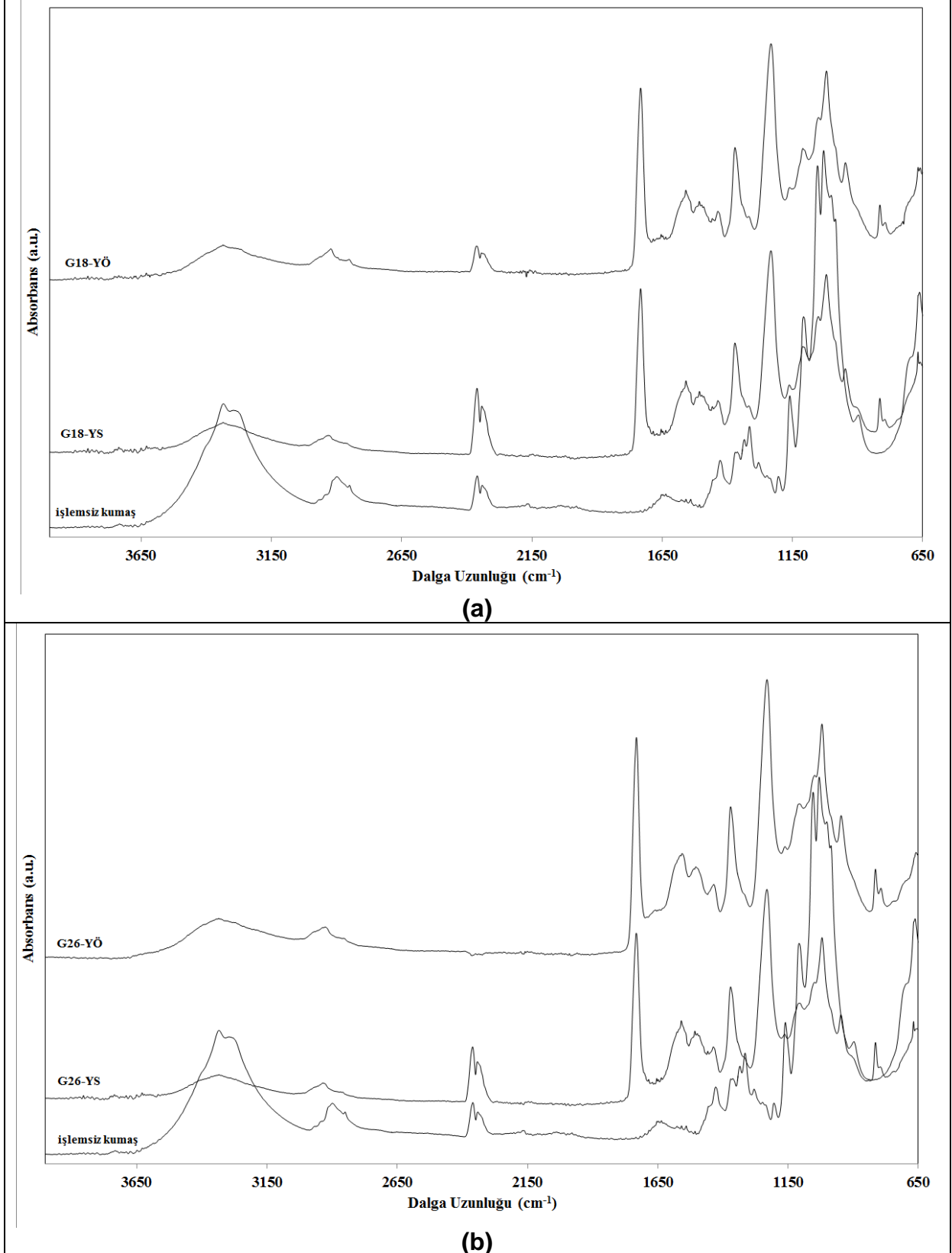
(b)

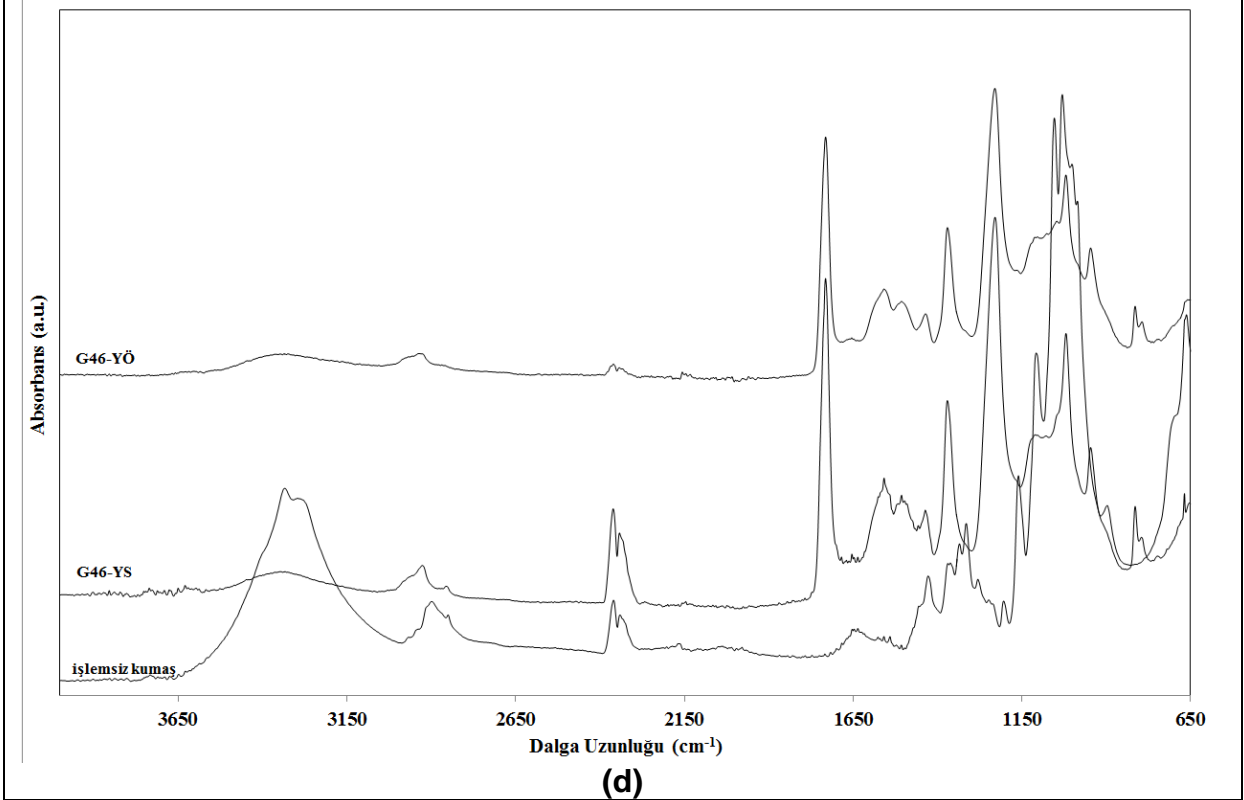
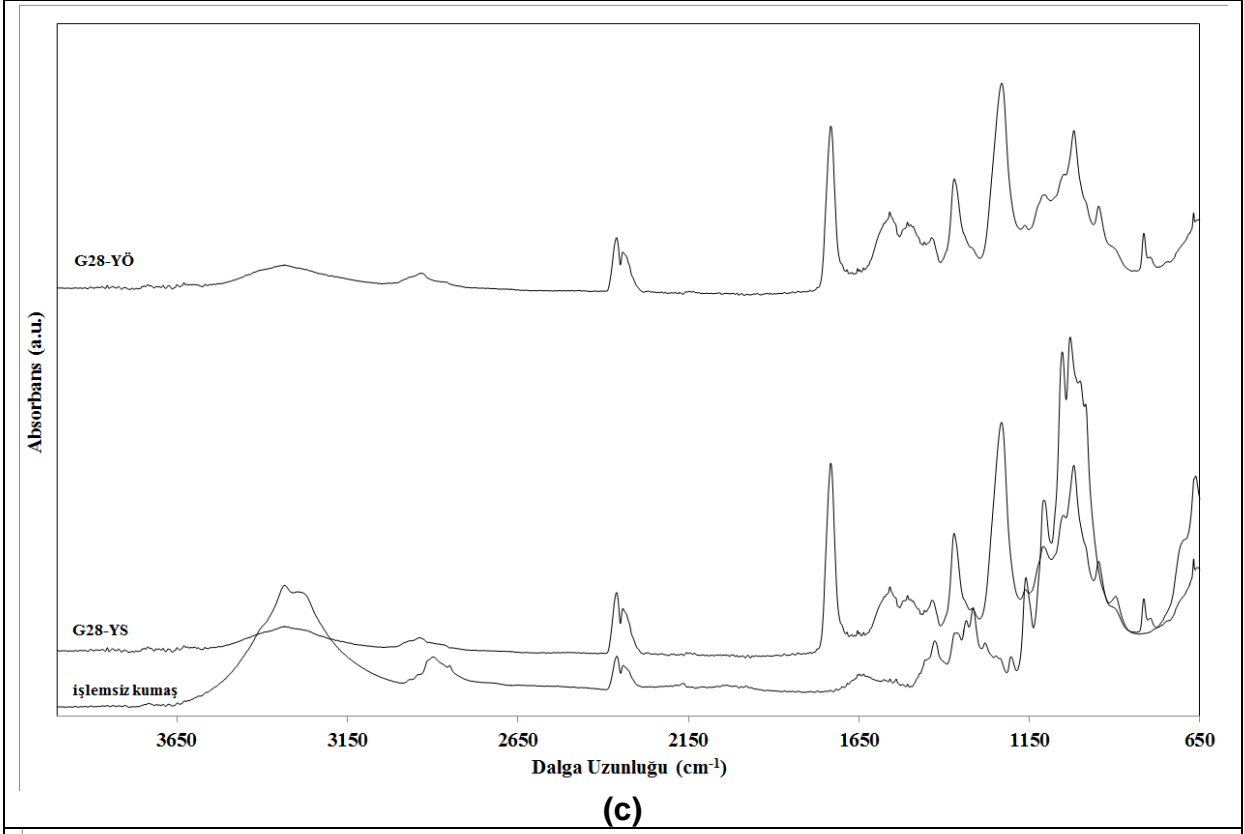


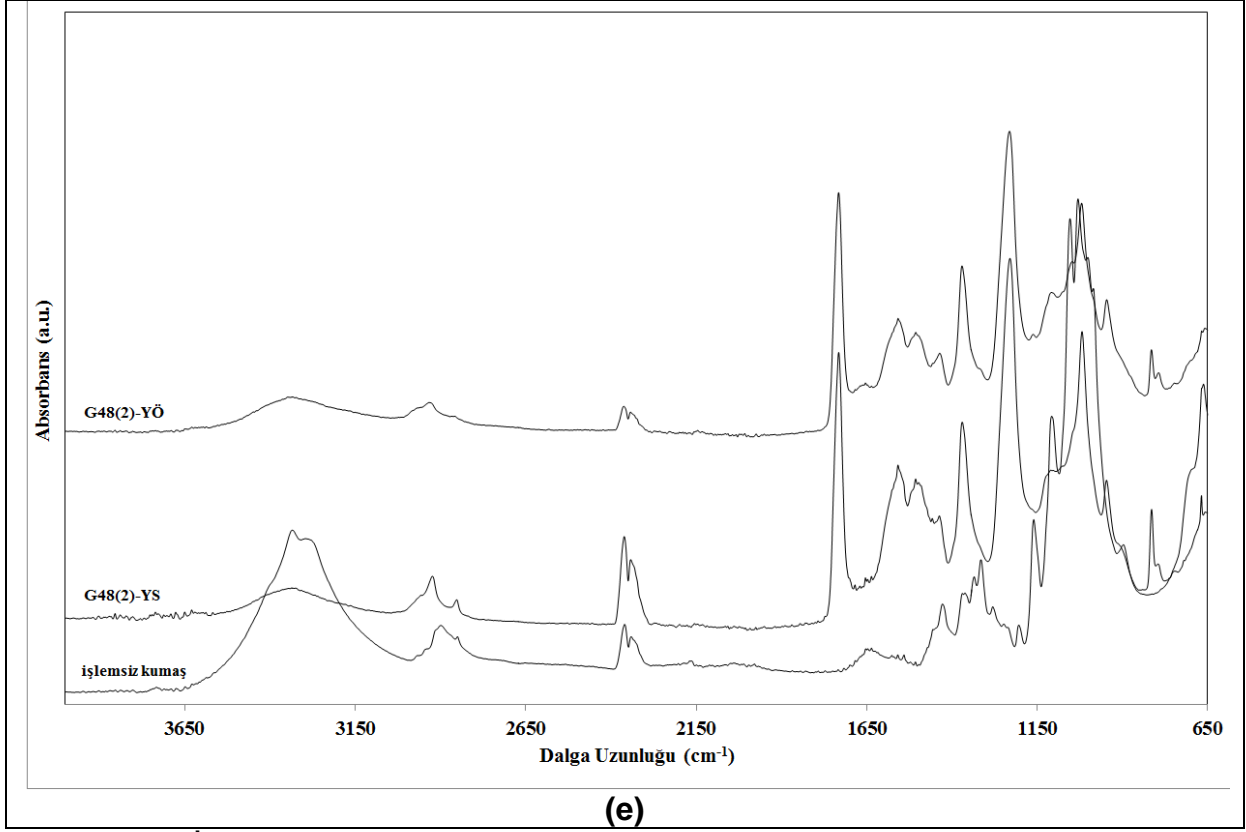
(c)



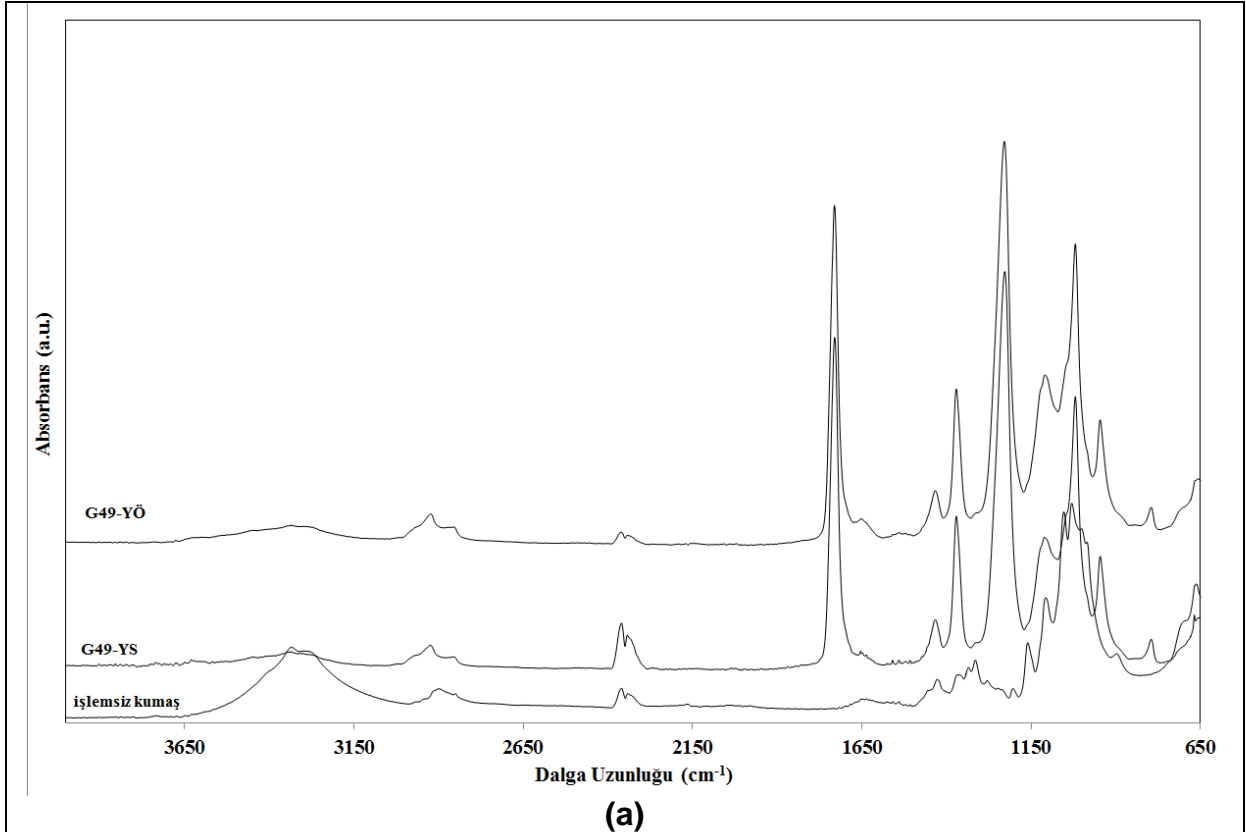
Şekil 3.27 İşlem görmeyen kumaş ve seçilmiş polimer içermeyen su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri le işlem gören kumaş örneklerinin yıkamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri

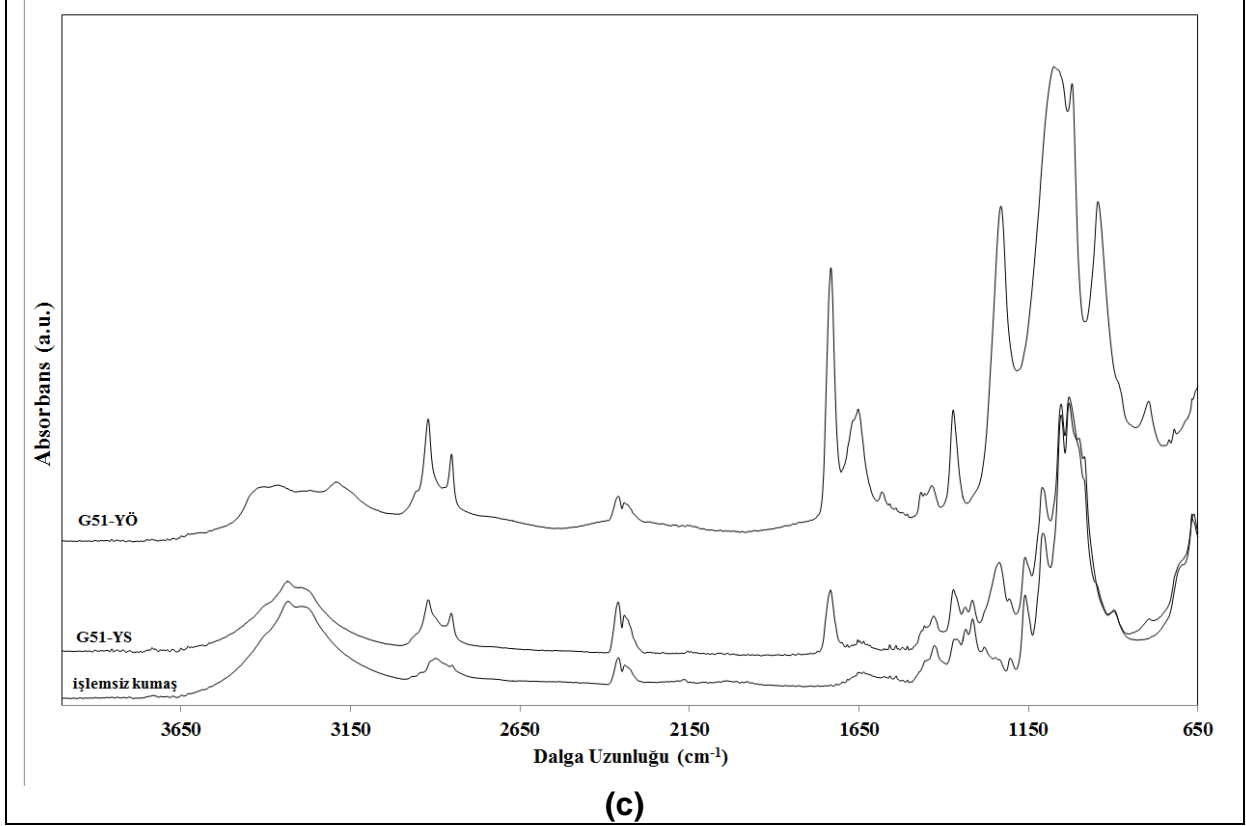
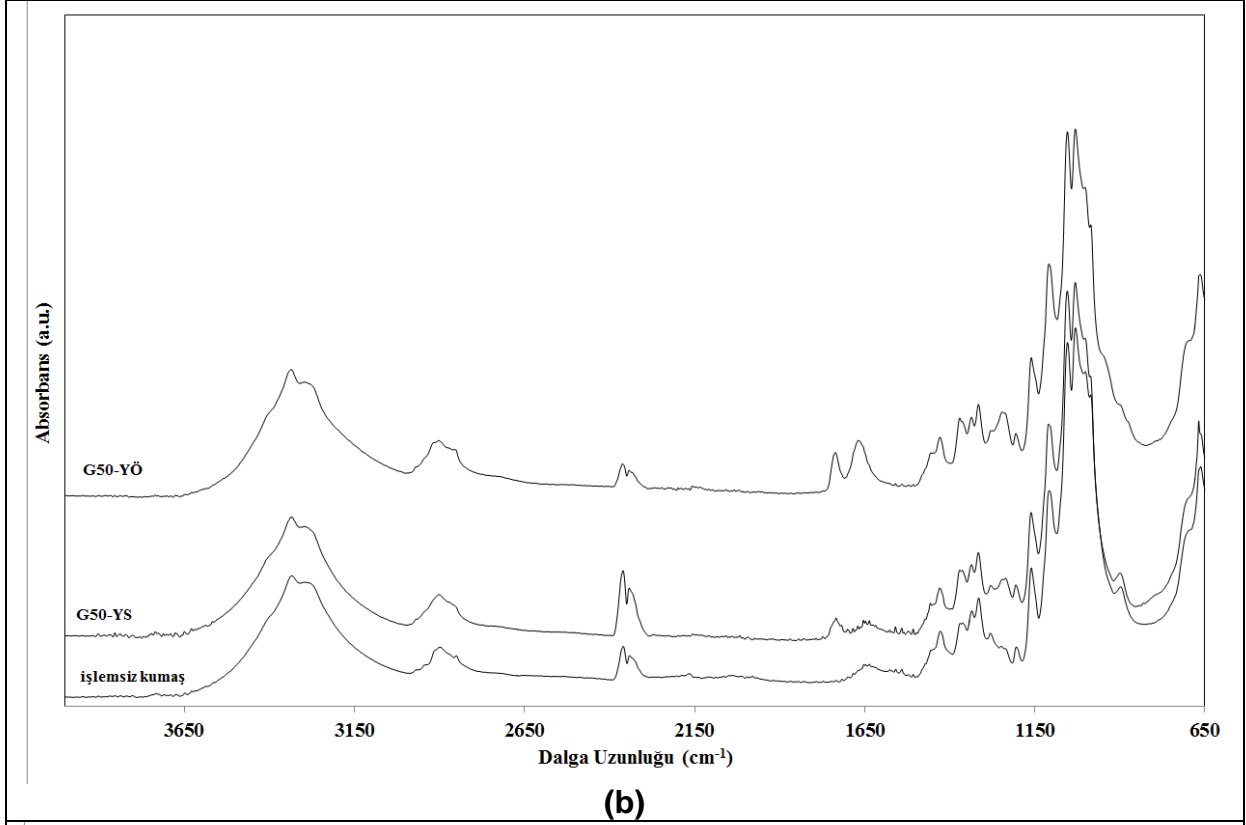






Şekil 3.28 İşlem görmeyen kumaş ve ticari vinil asetat esaslı polimerleri içeren seçilmiş su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin yıkamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri



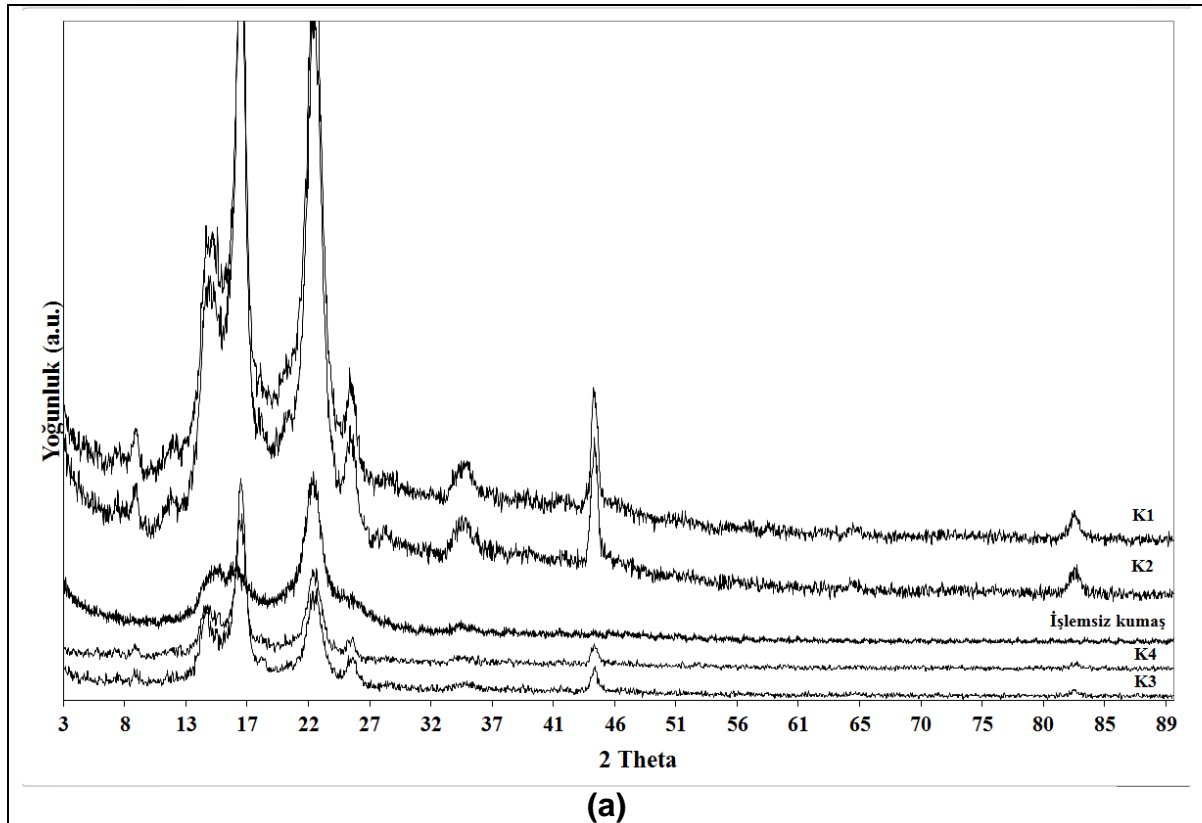


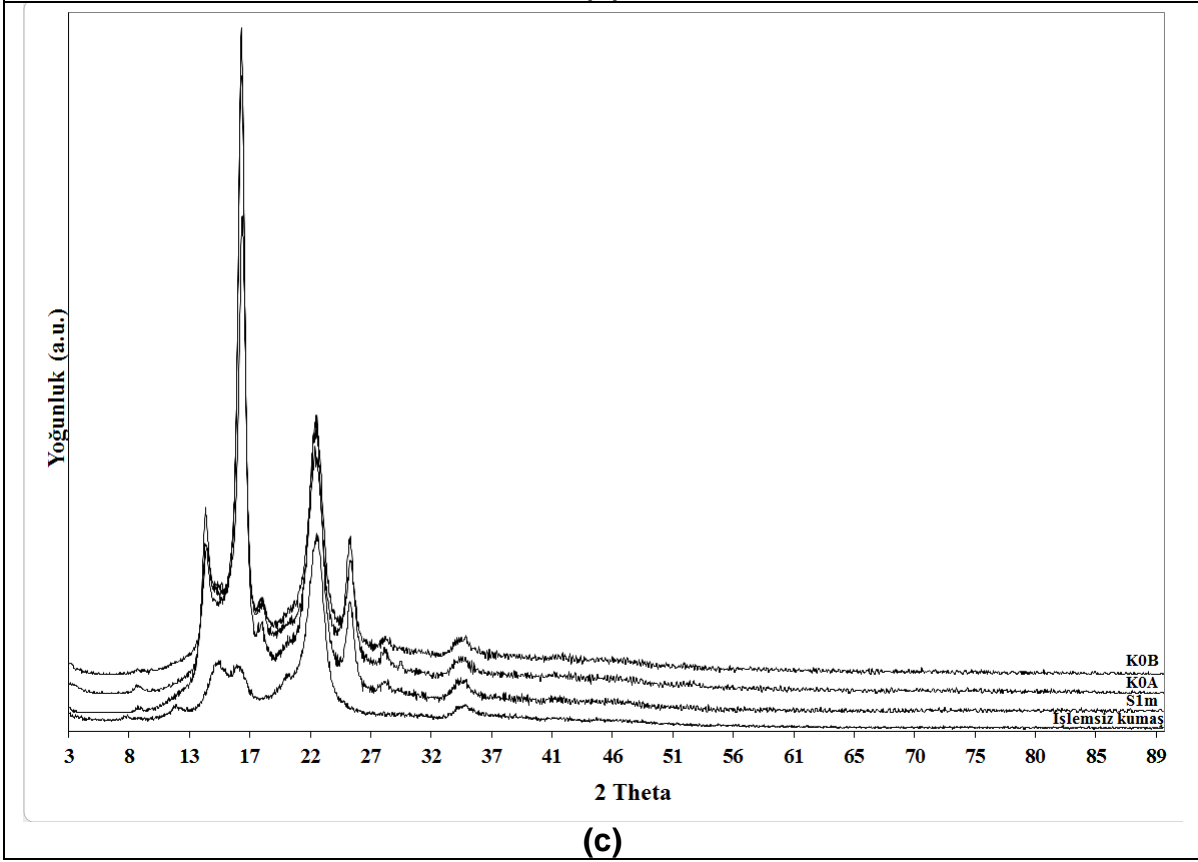
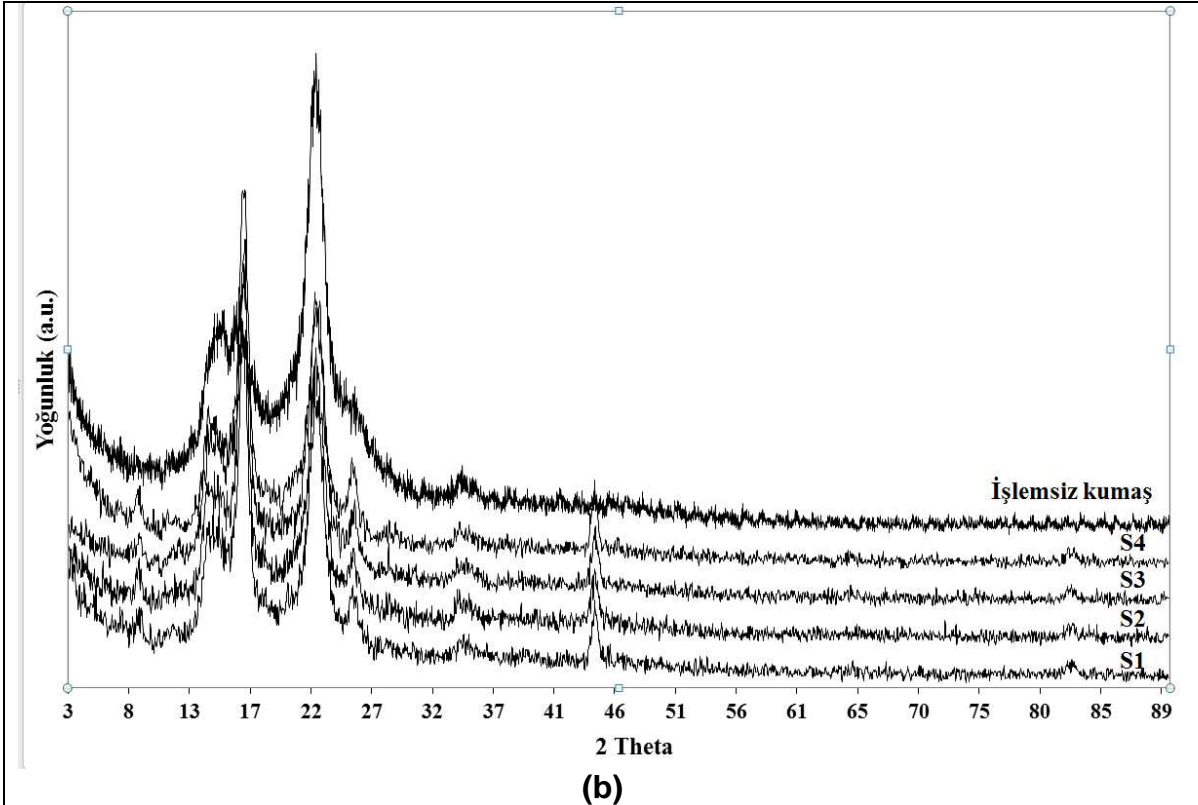
Şekil 3.29 İşlem görmeyen kumaş ve emülsiyon polimerizasyonu ile üretilen vinil asetat esaslı polimerleri içeren seçilmiş su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemi

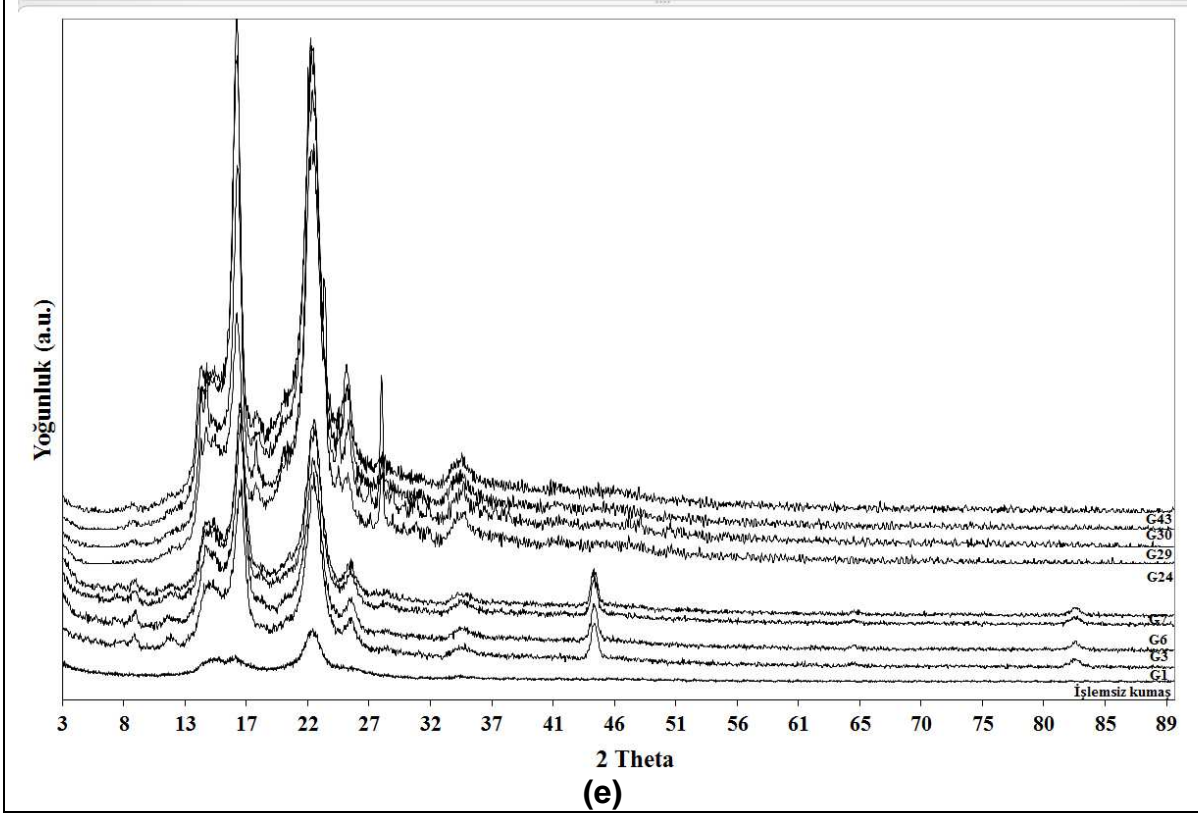
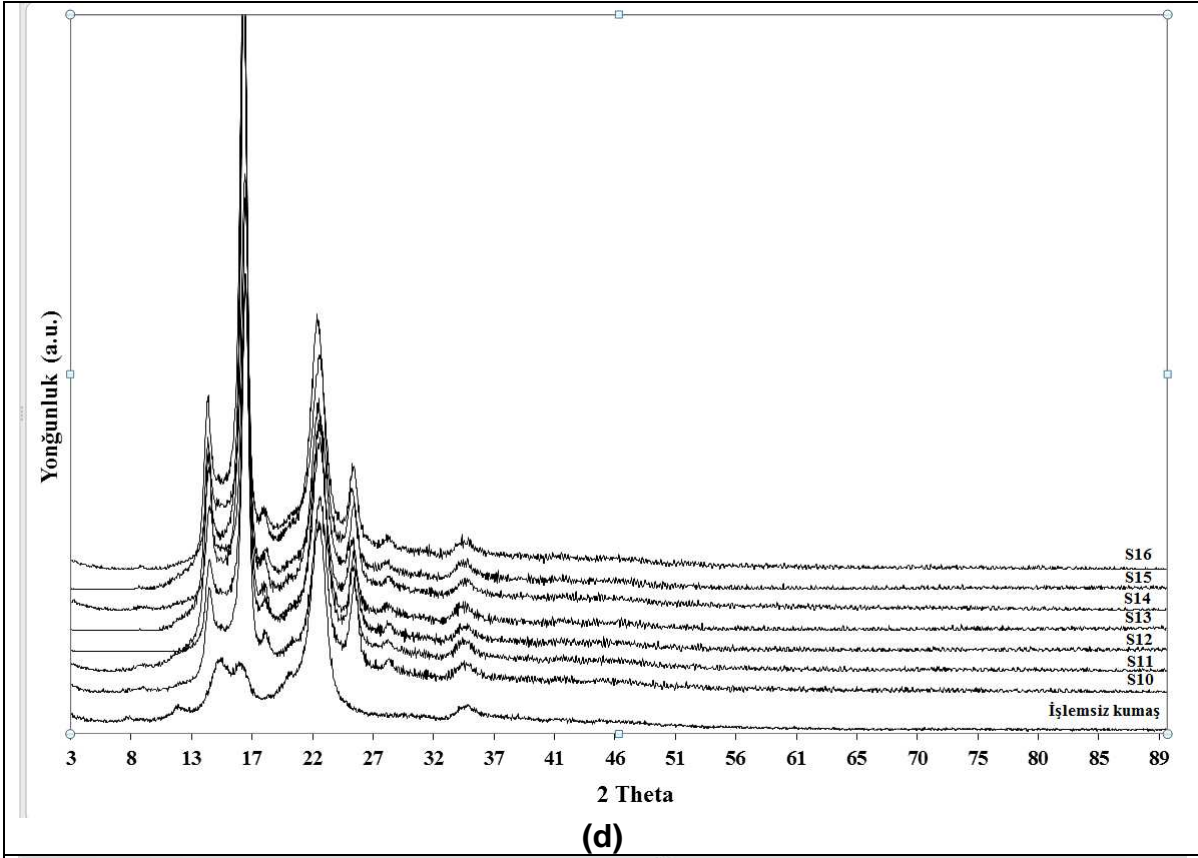
reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin yıkamadan önce ve sonra FTIR-ATR grafikleri

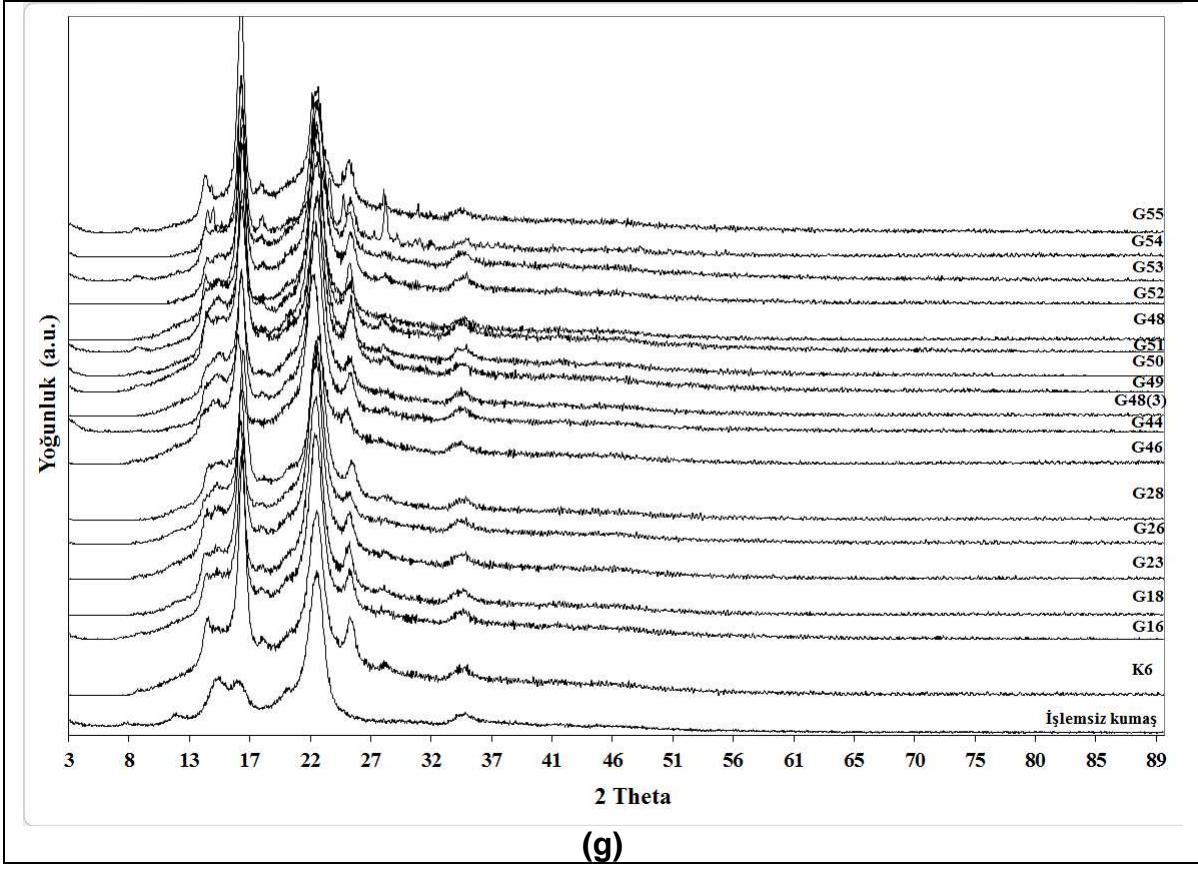
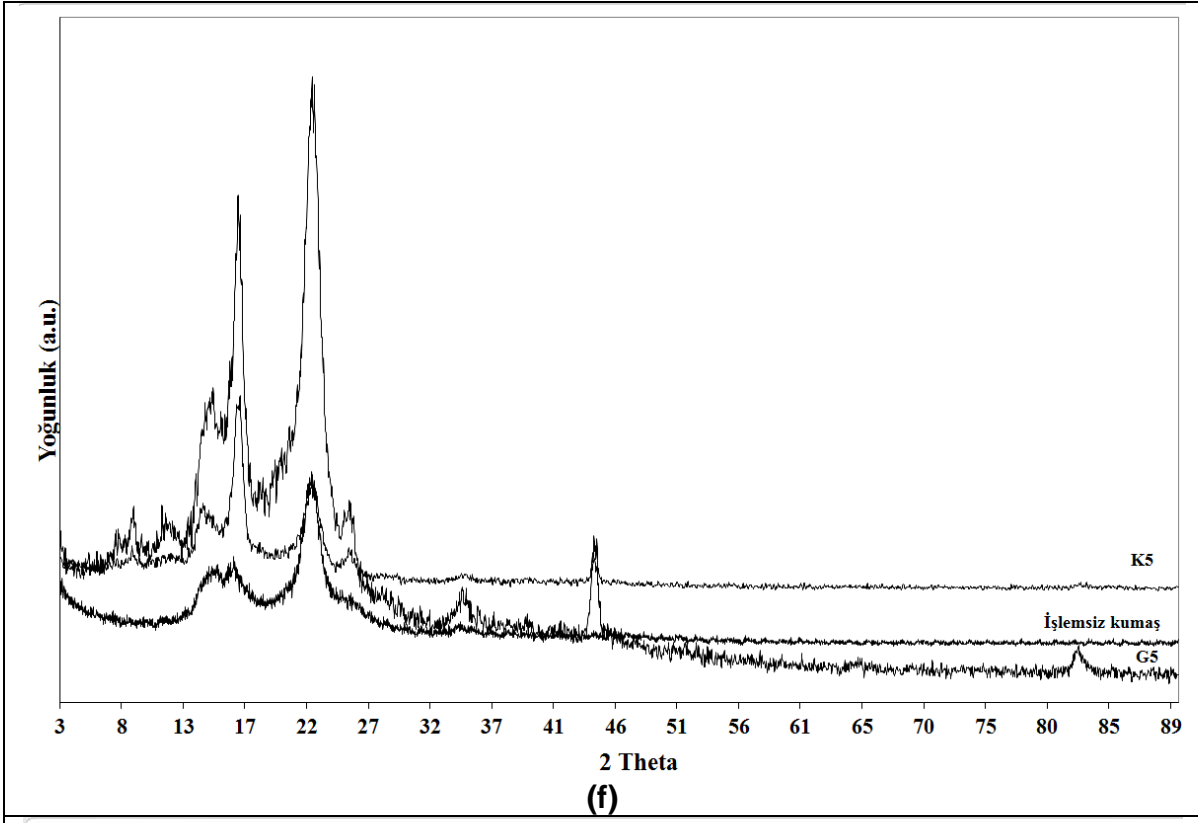
3.16 XRD ile Kumaşların Yapısal Analizi Sonuçları

Organik-inorganik malzemeler ile kaplanan kumaşların XRD spektralleri Şekil 3.30'da verilmiştir. Silika esaslı nanosoller ile kaplanan kumaşlarda $2\theta = 14.6^\circ$, 19.9° , 21.5° , 22.5° , 26.1° , 30° , 34° , 38° , 42.3° , 48° , ve 59.2° 'de SiO_2 pikleri gözlenmiştir. Pamukla birleştirilen malzemede 14.6° , 22.5° ve 26° 'de piklerde artış gözlenmiştir. Literatüre göre, saf SiO_2 kserojel filmler amorf karakterlerini göstererek 26° merkez olacak şekilde geniş bir pik göstermişlerdir. Kumaş üzerindeki filmler düşük sıcaklıkta hazırlandığı için SiO_2 'nin kristalin piki gözlenmemiştir [CIRELI ve ark., 2007; ROLO ve ark., 1999].









Şekil 3.30 İşlem görmeyen kumaş ve (a) konvansiyonel su-yağ iticilik ve/veya güç tutuşurluk işlemleri reçeteleri, (b, c, d) nanosoller ile su-yağ iticilik işlemleri reçeteleri, (e) Polimer içermeyen su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemleri reçeteleri, (c) Akrilat esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemleri reçeteleri, (d) Vinil asetat esaslı polimerleri içeren su-yağ ve/veya güç tutuşurluk işlemleri reçeteleri ile işlem gören kumaş örneklerinin XRD spektralleri

SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu proje çalışmasında sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşların yüzeyinde hidrofob ve oleofob ve güç tutuşur kaplamaların geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla TDFOES, HDMS, VTEO, ZrA, FES, TIPT ve GLYEO başlatıcı maddeleri içeren TEOS çözeltileri ile pamuklu kumaşlar emdirme kaplama yöntemine göre kaplanmıştır. Ayrıca TDFOES ve HDMS maddelerini içeren silika nanosolleri asidik ve bazik koşullarda ve farklı konsantrasyonlarda hazırlanmıştır. Böylelikle optimum nanosol hazırlanması için koşullar belirlenmeye çalışılmıştır. Bu denemelerde sol-jel işlemi ile yağ iticilik özelliği elde edilemediği için elde edilen optimum sol-jel çözeltisine (S3) ticari su-kir-yağ iticilik maddesinden 1/3 oranında kullanarak (S5) optimum su-kir-yağ iticilik sonuçları elde edilmiştir. İşlem gören kumaşların su ve yağ iticilik özelliklerinin tespit edilmesi ile birlikte doğal tekstil özelliklerindeki değişimi belirlemek amacıyla kopma mukavemeti, yırtılma mukavemeti, eğilme uzunluğu, buruşmazlık açısı değerleri, su buharı geçirgenlik değerleri ve beyazlık ve sarılık değerleri test edilmiştir. En iyi su-yağ iticilik özellikleri ile birlikte kumaşların hazırlanması için optimum çalışma koşulları belirlenmiştir. 4 ml HDMS kullanarak, 5 g/l Ruco Guard AFB ilavesi ile hazırlanan silika sollar ile asidik koşullarda yapılan kaplamaların (S5) en iyi su-yağ iticilik ve kabul edilebilir tekstil performans özelliklerine sahip olduğu tespit edilmiştir.

Daha sonra ki aşamada guanidin fosfat, fosforik asit, amonyum hidrojen fosfat, sodyum heksametafosfat, trifenil fosfat, disodyum hidrojen fosfat, antimon asetat, çinko asetat, borik asit gibi güç tutuşur etken maddeleri katkılı nanosol reçeteleri ile çalışılmıştır. En iyi güç tutuşurluk değerleri 2 farklı konsantrasyonda çalışarak (5,82 gr ve 11, 64 gr) guanidin fosfat ilavesi ile (G1, G3, G24, G29, G30; G43; sırasıyla LOI

değerleri sırasıyla **YÖ** %47,61; 29,2; 50,03; 50,03; 43,04; 38,05; **YS** %19,52; 18,25;17,08; 18,00; 19,07; 19,01) elde edilmiştir. Fakat hala elde edilen güç tutuşurluk etkileri yıkamaya dayanıklı değildir.

Güç tutuşurluk özelliğinin yıkamaya dayanıklılığı artırmak için nanosol reçetelerine üre ve/veya formaldehit ilavesi yapılmıştır (G6, G30, G43, G44; sırasıyla LOI değerleri YÖ %30,06;43,04; 38,05; 29,33; YS %21,48; 19,07;19,01;18,05).

Güç tutuşurluk özelliğinin yıkamaya dayanıklılığı artırmak için nanosol reçetelerine akrilat (G2; LOI YÖ %21,54; YS %20,49), florkarbon (G17, LOI YÖ %25,98; YS %19,97) ve vinil asetat (G23; LOI YÖ %24,15; YS % 21,02) esaslı polimerler ilavesi ile hazırlanan polimer çözeltileri ile çalışılmıştır.

Su-yağ iticilik ve güç tutuşurluk özelliğinin kombinasyonu ile yıkamaya dayanıklılığı artırmak için nanosol reçetelerine akrilat (G4; LOI YÖ %21,54; YS % 19,97), florkarbon (G17, LOI YÖ %25,98; YS %19,97) ve vinil asetat (G16; LOI YÖ %24,15; YS %21,02) esaslı polimerler ilavesi ile hazırlanan polimer çözeltileri ile çalışılmıştır.

Yıkamaya dayanım açısından en olumlu sonuçları vinil asetat esaslı polimer ilavesi ile elde edildiğini sonucuna varılarak guanidin fosfatı 2 katına çıkarılarak (G18; LOI YÖ %28,48; YS % 22,06) ve üre ve/veya formaldehit ile kombine edilerek (G46; G48 ve G48(2); LOI YÖ %27; 27; 27,96; YS %23,2; 22,93; 23,54) örneklerin yıkamaya dayanım özelliklerinin daha da geliştirilmesi amaçlanmıştır. Sonuç olarak G48(2) ile ve üre-formaldehit ilavesi olmaksızın G18 reçetesi ile işlem gören kumaş örneklerinde yıkamaya dayanıklı su-yağ ve güç tutuşurluk özelliği elde edilmiştir. G48 (2) reçetesiyle işlem gören kumaşların doğal özellikleri G18 reçetesiyle işlem gören kumaş örneklerinin doğal özelliklerine göre daha kötüleştiği için G18 reçetesi ile elde edilen özelliklerin daha avantajlı olduğu tespit edilmiştir.

Ayrıca vinil asetat monomerinin emülsiyon polimerizasyonu sırasında ortama nanosol çözeltilisinin ilavesi ile yıkamaya dayanıklı su-yağ itici ve güç tutuşur özellikte kumaşın geliştirilmesi için çalışılmış (G50-G55) en iyi sonuçlar üre- formaldehit yerine çapraz bağlayıcı olarak Ruco Coat FX 8000 ilavesi ile G53 (YÖ LOI %30,47; YS %20,34)

reçetesi ile işlem gören kumaş örneğinde elde edilmiştir. Fakat özellikle yıkamadan sonra dikey güç tutuşurluk testinde bu kumaş örneğinin 13 sn alev yayılma süresi göstererek yandığı tespit edilmiştir. Ticari vinil asetat polimeri ile çalışmada ise dikey güç tutuşurluk testinde G18 ve G48 (2) reçeteleri ile işlem gören kumaşlar yıkamadan sonra da alev söndürüldüğünde yanmamışlardır.

Elde edilen kumaş örneklerinin doğal tekstil özelliklerindeki değişimi belirlemek amacıyla yırtılma mukavemeti, eğilme uzunluğu, buruşmazlık açısı değerleri ve beyazlık ve sarılık değerleri test edilmiştir. Ayrıca kumaş örneklerinin FTIR-ATR, XRD ve SEM ile ayrıntılı analizleri gerçekleştirilmiştir. Tüm çözeltilerin viskozimetre kullanarak viskoziteleri incelenmiştir. Ayrıca kumaş örneklerinin güç tutuşurluk özelliklerinin belirlenmesi için LOI, dikey güç tutuşurluk ve DTA-TG analizleri gerçekleştirilmiştir.

İşlem gören kumaşların genel olarak doğal özelliklerindeki değişimler incelendiğinde ise, işlem gören kumaşların beyazlık değerlerinin düştüğü, sarılık değerlerinin arttığı, buruşmazlık değerlerinin değiştiği, eğilme uzunluğunun arttığı ve kumaşın sertleştiği ve yırtılma mukavemeti değerlerinin düştüğü bulunmuştur. Hazır polimer içerikli nanosol kaplamaların kumaşın doğal özelliklerini önemli miktarda etkilediği, yıkamaya dayanıklı su-yağ iticilik ve güç tutuşurluk özelliği elde edilen G18 ve G48(2) reçetelerine göre işlem gören kumaş örneklerinde G18 reçetesine göre işlem gören kumaşın işlem görmemiş kumaşa göre doğal özelliklerinin G48(2) reçetesine göre işlem gören kumaştan nispeten daha iyi olduğu tespit edilmiştir.

Sonuç olarak bu proje çalışmasında pamuklu kumaş için ticari olarak kıyaslanabilir ve uygulanabilir nitelikte ve yıkamaya dayanıklı su-yağ itici ve güç tutuşur sol-jel kaplama yöntemi geliştirilmiştir.

KAYNAKLAR

- AKAMATSU, Y., Makita, K., Inaba, H., Minami, T., Water-repellent coating films on glass prepared from hydrolysis and polycondensation reactions of fluoroalkyltrialkoxysilane, *Thin Solid Films*, 389 (1), Pp. 138-145, (2001)
- AMBERG-SCHWAB, S., Hoffmann, M., Bader, H. and Gessler, M., Inorganic-Organic Polymers with Barrier Properties for Water Vapour, Oxygen and Flavors, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 13, Pp. 141-146, (1998)
- AMEDURI, B., Boutevin, B., Moreau, J.J.E., Moutaabbid, H., Man, M.W.C., Hybrid organic-inorganic gels containing perfluoro-alkyl moieties, *Journal of Fluorine Chemistry* 104, Pp. 185-194, (2000)
- ARKLES, B., Tailoring surfaces with silanes, *Chemtech*, 7, Pp. 766-778, (1977)
- ASAHI, R., Morikawa, T., Ohwaki, T., Aoki, K., Taga, Y., Visible-Light Photocatalysis in Nitrogen-Doped Titanium Oxides, *Science*, 293, Pp. 269-271, (2001)
- BADRE, C., Dubot, P., Lincot, D., Pauporte, T., Turmine, M., Effects of nanorod structure and conformation of fatty acid self-assembled layers on superhydrophobicity of zinc oxide surface, *Journal of Colloid and Interface Science*, 316(2), Pp. 233-237, (2007a)
- BADRE, C., Pauporte, T., Turmine, M., Lincot, D., A ZnO nanowire array film with stable highly water-repellent properties, *Nanotechnology*, 18, 365705, (2007b)
- BAE, G.Y., Min, B.G., Jeong, Y.G., Lee, S.C., Jang, J.H., Koo, G.H., Superhydrophobicity of cotton fabrics treated with silica nanoparticles and water-repellent agent, *Journal of Colloid and Interface Science*, 337, Pp. 170–175, (2009)
- BARTHLOTT, W. and Neinhuis, C., Purity of the sacred lotus, or escape from contamination in biological surfaces, *Planta*, 202, pp. 1-8, (1997)
- BARTHLOTT, W., Selbstreinigende Oberflächen von Gegenständen sowie Verfahren zur Herstellung derselben, German Patent, DE 59504640D, (1999)

- BOZZI, A., Yuranova, T., Guasaquillo, I., Laub, D. and Kiwi, J. (2005). Self-cleaning of modified cotton textiles by TiO₂ at low temperatures under daylight irradiation, *J.Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 174, pp. 156-164.
- BÖHRINGER, A. (2002). Hydrophobieren – Oleophobieren: Neue Entwicklungen, *Textilveredlung*, 37, pp. 14-19 (in German).
- BRAMBILLA, R., Pires, G. P., dos Santos, J. H. Z., Lacerda Miranda, M. S. and Chornik, B. (2007). Octadecylsilane-modified silicas prepared by grafting and sol-gel methods, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 156-158, pp. 413-420.
- BRINKER, C.J., Scherer, G. W. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego, 1990, p.2, 656.
- BUSSCHER, H.J., Stokroos, I., Vandermei, H.C., Rouxhet, P.G., Schakenraad, J.M., Preparation and Characterization of Superhydrophobic FEB-Teflon Surfaces, *Journal of Adhesion Science and Technology*, 6(3), Pp. 347-356, (1992)
- CASSIE, A. D. B. (1948). Contact angle, *Discuss. Faraday Soc.*, 11, pp. 11-16.
- CASSIE, A.D.B and Baxter, S., (1944) Wettability of Porous Surfaces, *Faraday Soc.*, 40, pp 546-551.
- CASTELVETRO, V., Francini, G., Ciardelli, G., Ceccato, M., Evaluating fluorinated acrylic latices as textile water and oil repellent finishes, *Textile Research Journal*, 71(5), Pp. 399–406, (2001)
- CERNE, L., Simoncic, B., Influence of repellent finishing on the surface free energy of cellulosic textile substrates, *Textile Research Journal*, 74(5), Pp. 426–432, (2004)
- CERNE, L., Simoncic, B., Zeljko, M., The influence of repellent coatings on surface free energy of glass plate and cotton fabric, *Applied Surface Science*, 254, Pp. 6467–6477, (2008)
- CHABRECEK, P., Justi, T., New Surface Functionalities of Technical Sefar Fabrics, Sefar AG (Thal, Switzerland), Seminar Nano Textiles, Nano Europe 2005, (2005)
- CHEN, W., Fadeev, A.Y., Hsieh, M.C., Oner, D., Ultrahydrophobic and ultralyophobic surfaces: Some comments and examples, *Langmuir*, 15(10), Pp. 3395-3399, (1999)
- CHEN, X.H., Ma, Y.M., Li, X.H., Jiang, L., Wang, F.S., Influence of micro- and nano-structures on the hydrophobicity of the surface of alumina modified with fluoroalkylsilane, *Chemical Journal of Chinese Universities*, 25(12), Pp. 2304-2307, (2004)
- CICALA, G., Milella, A., Palumbo, E., Favia, P., d'Agostino, R., Morphological and structural study of plasma deposited fluorocarbon films at different thicknesses, *Diamond and Related Materials*, 12(10-11), Pp. 2020-2025, (2003)

- CIRELI, A., Onar, N., Ebeoglugil, M.F., Kayatekin, I., Kutlu, B., Culha, O., Celik, E., Development of flame retardancy properties of new halogen-free phosphorous doped SiO₂ thin films on fabrics, *Journal of Applied Polymer Science*, 105(6), Pp. 3748-3756, (2007)
- COSTA, C. A. R., Leite, C. A. P. and Galembeck, F. (2003). Size Dependence of Stöber Silica Nanoparticle Microchemistry, *J. Phys. Chem. B*, 107, pp. 4747-4755
- COUSINS, B. G., Garvey, M. J., Williams, R. L., Doherty, P. J., Allison, H. E. and Edwards, C. (2005). Nanoparticulate Coatings for Prevention of Cellular Adhesion, Conference Paper at PRA's 3.international conference to Hygienic Coatings & Surfaces, ISBN 0-9543164-4-4.
- ÇOBAN, S., Genel Tekstil Terbiyesi ve Bitim İşlemleri, E.Ü. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma- Uygulama Merkezi, ISBN: 975-483-457-1, İzmir, 1999, pp. 153-165
- DAOUD, W.A., Xin, J. H. Tao, X., Synthesis and characterization of hydrophobic silica nanocomposites, *Applied Surface Science*, 252, Pp. 5368-5371, (2006a)
- DAOUD, W.A., Xin, J. H. Zhang, Y.H., Mak, C.L., Pulsed laser deposition of superhydrophobic thin Teflon films on cellulosic fibers, *Thin Solid Films* 515 (2006b) 835-837.
- DAOUD, W.A., Xin, J. H., Tao, X., Superhydrophobic Silica Nanocomposite Coating by a Low-Temperature Process, *Journal of the American Ceramic Society*, 87, Pp. 1782-1784, (2004)
- DENG, Q., Moore, R.B., Mauritz, K.A., Nafion (R) (SiO₂, ORMOSIL, and dimethylsiloxane) hybrids via in situ sol-gel reactions: Characterization of fundamental properties, *Journal of Applied Polymer Science*, 68(5), Pp. 747-763, (1998)
- DHERE, S.L, Latthe, S.S., Kappenstein, C., Pajonk, G.M., Ganesan, V., Rao, A.V., Wagh, P.B., Gupta, S.C., Transparent water repellent silica films by sol-gel process, *Applied Surface Science*, 256, Pp. 3624–3629, (2010)
- DUASCHEK, G., Emissionsarme und APEO-freie Fluorcarbon-Ausrüstung, *Melliand Textilberichtung*, 82, Pp. 604-608, (2001)
- EASTER, E.P., Ankenman, B.E., A comparison of soil repellent vs. dual action fluorocarbon finishes on cotton blends, *AATCC Review*, 5(11), Pp. 27–31, (2005)
- ERBIL, H.Y, Demirel, A.L. Avci, Y. Olcay, M., Transformation of a simple plastic into a superhydrophobic surface, *Science*, 299(5611), Pp. 1377-1380, (2003)
- FABBRI, P., Messori, M., Montecchi, M., Nannorone, S., Pasquali, L., Pilati, F., Tonelli, C., Toselli, M. Perfluoropolyether-based organic-inorganic hybrid coatings, *Polymer*, 47(4), Pp. 1055-1062, (2006a)
- FABBRI, P., Messori, M., Montecchi, M., Toselli, M., Taurino, R., Pilati, F., Tonelli, C., Surface properties of fluorinated hybrid coatings, *Journal of Applied Polymer Science*, 102(2), Pp. 1483-1488, (2006b)

- FABBRI, P., Messori, M., Pilati, F., Taurino, R., Tonelli, T., Toselli, M., Hydrophobic and Oleophobic Coatings Based on Perfluoropolyether/Silica Hybrids by the Sol-Gel Method, *Advances in Polymer Technology*, 26(3), Pp. 182–190, (2007)
- FENG, L., Li, H., Song, Y., Wang, Y., Formation process of a strong water-repellent alumina surface by the sol–gel method, *Applied Surface Science*, 256, Pp. 3191–3196, (2010)
- FENG, L., Li, S.H., Li, H.J., Zhai, J., Song, Y.L., Jiang, L., Zhu, D.B., Superhydrophobic surface of aligned polyacrylonitrile nanofibers, *Angewandte Chemie- International Edition*, 41(7), Pp. 1221, (2002)
- FENG, L., Song, Y.L., Zhai, J., Liu, B.Q., Xu, J., Jiang, L., Zhu, D.B., Creation of a superhydrophobic surface from an amphiphilic polymer, *Angewandte Chemie- International Edition*, 42(7), Pp. 800-802, (2003)
- FENG, X.J., Feng, L., Jin, M.H., Zhai, J., Jiang, L., Zhu, D.B., Reversible superhydrophobicity to super-hydrophilicity transition of aligned ZnO nanorod films, *Journal of the American Chemical Society*, 126(1), Pp. 62-63, (2004)
- FIR, M., Vince, J., Vuk, A. S., Vilcnik, A., Jovanovski, V., Mali, G., Orel, B., Simoncic, B., Functionalisation of Cotton with Hydrophobic Urea/Polydimethylsiloxane Sol-Gel Hybrid, *Acta Chimica Slovenica*, 54, Pp. 144-148, (2007)
- FÜRSTNER, R., Neinhuis, C. and Barthlott, W. (2000). Der Lotus-Effekt: Selbstreinigung mikrostrukturierter Oberflächen, *Nachr. Chem. Techn.*, 48, pp. 24-28 (in German).
- GUO, M., Diao, P., Cai, S., Highly hydrophilic and superhydrophobic ZnO nanorod array films, *Thin Solid Films*, 515(18), Pp. 7162-7166, (2007a)
- GUO, M., Diao, P., Cai, S.M., Liu, Z.F., Surface modification induced superhydrophobicity of well-aligned ZnO nanorod array film, *Chemical Journal Chinese Universities*, 25(3), Pp. 547-549, (2004)
- GUO, Z., Liu, W., Biomimic from the superhydrophobic plant leaves in nature: Binary structure and unitary structure, *Plant Science*, 172, Pp. 1103–1112, (2007b)
- HENNIGE, V., Hying, C., Hörpel, G., Surface-functionalized composite textile materials, German Patent, DE10343308, (2005)
- HERMINGHAUS, S. (2000). Roughness-induced non-wetting, *Europhys. Lett.*, 52, pp. 165-170.
- HOEFNAGELS, H. F., Wu, D., de With, G. and Ming, W. (2007). Biomimetic Superhydrophobic and Highly Oleophobic Cotton Textiles, *Langmuir*, 23, pp. 13158-13163.
- HONG, B.S., Han, J.H., Kim, S.T., Cho, Y.J., Park, M.S., Dolukhanyan, T., Sung, C., Endurable water-repellent glass for automobiles, *Thin Solid Films*, 351(1-2), Pp. 274-278, (1999)

- HONG, Y.C., Cho, S.C., Shin, D. H., Lee, S.H., Uhm, H.S., A facile method for the fabrication of super-hydrophobic surfaces and their resulting wettability, *Scripta Materialia*, 59, Pp. 776–779, (2008)
- HOZUMI, A., Takai, O., Preparation of ultra water-repellent films by microwave plasma-enhanced CVD, *Thin Solid Films*, 303(1-2), Pp. 222-225, (1997)
- HSIEH, C.-T., Chen, J.-M., Kuo, R.-R., Lin, T.-S. and Wu, C.-F. (2005). Influence of surface roughness on water- and oil-repellent surfaces coated with nanoparticles, *Appl. Surf. Sci.*, 240, pp. 318-326.
- HSIEH, C.T., Wu, F.L., Chen, W.Y., Super water- and oil-repellencies from silica-based nanocoatings, *Surface & Coatings Technology* 203 (2009) 3377–3384
- JEONG, H.-J, Kim, D.-K., Lee, S.-B., Kwon, S.-H., Kadono, K., Preparation of water-repellent glass by sol-gel process using perfluoroalkylsilane and tetraethoxysilane, *Journal of Colloid and Interface Science*, 235(1), Pp. 130-134, (2001)
- JIANG, L., Zhao, Y., Zhai, J., A lotus-leaf-like superhydrophobic surface: A porous microsphere/nanofiber composite film prepared by electrohydrodynamics, *Angewandte Chemie International Edition*, 43(33), Pp. 4338-4341, (2004)
- KRON, J., Schottner, G., Deichmann, K.-J., Glass design via hybrid sol-gel materials, *Thin Solid Films*, 392(2), Pp. 236-242, (2001)
- KUNUGI, Y., Nonaku, T., Chong, Y.B., Watanabe, N., *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 353(1-2), Pp. 209-215, (1993)
- LAKSMI, R.V., Basu, B.J., Fabrication of superhydrophobic sol–gel composite films using hydrophobically modified colloidal zinc hydroxide, *Journal of Colloid and Interface Science*, 339, Pp. 454–460, (2009)
- LEE, S., Cho, J.S., Cho, G.S., Antimicrobial and blood repellent finishes for cotton and nonwoven fabrics based on chitosan and fluoropolymers, *Textile Research Journal*, 69(2), Pp. 104–112, (1999)
- LI, M., Zhai, J., Liu, H., Song, Y., Jiang, L., Zhu, D., Electrochemical deposition of conductive superhydrophobic zinc oxide thin films, *Journal of Physical Chemistry B*, 107(37), Pp. 9954-9957, (2003)
- LI, S.H., Li, H.J., Wang, X.B., Song, Y.L., Liu, Y.Q., Jiang, L., Zhu, D.B., Super-Hydrophobicity of Large-Area Honeycomb-Like Aligned Carbon Nanotubes, *The Journal of Physical Chemistry B*, 106(36), Pp. 9274-9276, (2002)
- LI, X.-M., Reinhoudt, D. and Crego-Calama, M. (2007e). What do we need for a superhydrophobic surface? A review on the recent progress in the preparation of superhydrophobic surfaces, *Chem. Soc. Rev.*, 36, pp. 1350-1368.
- LI, Z., Xing, Y., Dai, J., Superhydrophobic surfaces prepared from water glass and non-fluorinated alkylsilane on cotton substrates, *Applied Surface Science*, 254, Pp. 2131–2135, (2008)

- LINEMANN, R., Gorenberg, A., Bar, G., Cantow, H.J., Mulhaupt, R., Synthesis of fluorine-containing dispersions and an environmental scanning electron microscope analysis of their morphology when applied to cotton fabrics, *Journal of Coatings Technology*, 69(871), Pp. 77–81, (1997)
- LIU, J., Gao, Y., Wang, F., Li, D., Xu, J., Preparation and characteristic of a new class of silica/polyimide nanocomposites, *Journal of Materials Science*, 37(14), Pp. 3085 – 3088, (2002)
- LIU, J., Gao, Y., Wang, F., Wu, M., Preparation and characteristics of nonflammable polyimide materials, *Journal of Applied Polymer Science*, 75, Pp. 384–389, (2000)
- LIU, Y.L., Chou, C.I., The effect of silicon sources on the mechanism of phosphorus-silicon synergism of flame retardation of epoxy resins, *Polymer Degradation and Stability*, 90(3), Pp. 515-522, (2005)
- LIU, Y.L., Wei, W.L., Chen, W.Y., Reversibility of hydration and dehydration reactions of a phosphaphenanthrene oxide (DOPO) pendent group on polyamide, *Polymer International*, 52(8), Pp. 1275-1279, (2003)
- LIU, Y.Y., Tang, J., Wang, R.H., Lu, H.F., Li, L., Kong, Y.Y., Qi, K.H., Xin, J.H., Artificial lotus leaf structures from assembling carbon nanotubes and their applications in hydrophobic textiles, *Journal of Materials Chemistry*, 17 (2007) 1071.
- LÖTHMAN, P., Wagner, P., Tittes, K., Eigenbrod, V. and Neinhuis, C. (2006). Antiadhesive metal surfaces based on hierarchial topography, *Prakt. Met. Sonderband*, 38, pp. 471-476.
- MAHLTIG, B., Audenaert, F., Böttcher, H., Hydrophobic Silica Sol Coatings on Textiles – the Influence of Solvent and Sol Concentration, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 34, pp. 103-109, (2005a)
- MAHLTIG, B., Böttcher, H., Modified Silica Sol Coatings for Water-Repellent Textiles, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 27(1), Pp. 43–52, (2003)
- MAHLTIG, B., Haufe, H., Böttcher, H., Functionalisation of textiles by inorganic sol-gel coatings, *Journal of Materials Chemistry*, 15, Pp. 4385-4398, (2005c)
- MAHLTIG, B., Textor, T., *Nanosols and Textiles*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., USA, Pp. 2, (2008)
- MAHLTIG, B., Textor, T., *Nanosols and Textiles*, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., USA, Pp. 66-89, (2008)
- MAKITA, K., Akamatsu, Y. Yamazaki, S. Kai, Y. Abe, Y., *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 105, 1093, (1997)
- MICHIELSEN, S., Lee, H.J., Design of a Superhydrophobic Surface Using Woven Structures, *Langmuir* 23 (11), 2007, 6004-6010.
- MIYAFUJI, H., Saka, S., Topochemistry of SiO₂ wood-inorganic composites for enhancing water-repellency, *Materials Science Research International*, 5(4), Pp. 270-275, (1999)

- MÜLLER, H., Illing-Günther, H., Zschenderlein, D. and Möhring, U. (2004). Anschmutzungsverhalten von Gardinen nach Sol/Gel-Ausrüstung, *Melliand Textilber.*, 85, pp. 182-183 (in German).
- NADARGI, D.Y., Gurav, J.L., El Hawi, N., Rao, A.V., Koebel, M., Synthesis and characterization of transparent hydrophobic silica thin films by single step sol-gel process and dip coating, *Journal of Alloys and Compounds*, (2010)
- NAKAGAWA, T., Soga, M., A new method for fabricating water repellent silica films having high heat-resistance using the sol-gel method, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 260, Pp. 167-174, (1999)
- NAKAJIMA, A., Abe, K., Hashimoto, K., Watanabe, T., Preparation of hard superhydrophobic films with visible light transmission, *Thin Solid Films*, 376(1-2), Pp. 140-143, (2000a)
- NAKAJIMA, A., Fujishima, A. Hashimoto, K. Watanabe, T., Preparation of transparent superhydrophobic boehmite and silica films by sublimation of aluminum acetylacetonate, *Advanced Materials*, 11(16), Pp. 1365-1368, (1999)
- NAKAJIMA, A., Hashimoto, K., Watanabe, T., Takai, K., Yamauchi, G., Fujishima, A., Transparent superhydrophobic thin films with self-cleaning properties, *Langmuir*, 16(17), Pp. 7044-7047, (2000b)
- NAßL, W., Schreiber, L. and Dirschl, F. New effects in textile finishing with innovative technologies and application of fluorochemicals, *Melliand International*, 8, Pp. 140-143, (2002)
- NEINHUIS, C., Koch, K. and Barthlott, W. (1997). Characterization and Distribution of Water-repellent Self-cleaning Plant Surfaces, *Annals of Botany*, 79, pp. 667-677
- NIMITTRAKOOLCHAI, O., Supothina S., Preparation of stable ultrahydrophobic and superoleophobic silica-based coating, *J Nanosci Nanotechnol.* 2012 Jun;12(6):4962-8.
- OGOSHI, T., Chujo, Y. Organic-inorganic polymer hybrids prepared by the solgel method, *Composite interfaces*, 11, Pp. 539-566, (2005)
- ONAR, N., Ebeoglugil, M.F., Kayatekin, I., Celik, E., Low-temperature, sol-gel-synthesized, silver-doped titanium oxide coatings to improve ultraviolet-blocking properties for cotton fabrics *Journal of Applied Polymer Science*, 106, 514–525, (2007)
- ONAR, N., Erdal C., Caydamli, Y., Aksit A.C., Birlik, I., Flame Retardancy Properties of Cotton Fabrics Treated by Sol-Gel Process, *Journal Applied Polymer Science*, submitted, (2010)
- ONER, D., McCarthy, T.J., Ultrahydrophobic surfaces. Effects of topography length scales on wettability, *Langmuir*, 16(20), Pp. 7777-7782, (2000)
- PATANKAR, N. A. (2004). Mimicking the Lotus Effect: Influence of Double Roughness Structures and Slender Pillars, *Langmuir*, 20, pp. 8209-8213.

- PERELSHTEIN, I., Applerot, G. Perkas, N. Wehrschetz-Sigl, E. Hasmann, A. Guebitz, G.M. Gedanken, A., Antibacterial Properties of an In Situ Generated and Simultaneously Deposited Nanocrystalline ZnO on Fabrics , ACS Applied Materials and Interfaces, 1(2), Pp. 363-366, (2009)
- PIERRE, A.C., Introduction to Sol-Gel Processing, Kluwer Academic Publishers, Boston/Dordrecht/London, (1998), Pp. 1-9, 72-73
- PIPATCHANCHAI, T., Srikulkit, K., Hydrophobicity modification of woven cotton fabric by hydrophobic fumed silica coating, Journal of Sol-Gel Science Technology, 44, Pp. 119- 123, (2007)
- POPPEWIMMER, K. and Schmidt, J., Ausrüstung von Synthefaserstoffen –Teil 1, Textilveredlung, 34(5-6), pp. 4-10, (1999)
- POSPIECH, D., Jehnichen, D. Gottwald, A. Hausler, L. Kollig, W. Grundke, K. Janke, A. Schmidt, S. Werner, C., Surface structure of fluorinated polymers and block copolymers, Surface Coating International Part B- Coatings Transactions, 86(1), Pp. 43-52, (2003)
- PRESCHE, D., Gross, U., Wotzka, J., Tschu-Schlüter, M. and Starke, W. (1985). Zum Umweltverhalten von Fluortensiden. Teil 2. Untersuchung der biochemischen Abbaubarkeit, Acta Hydrochim. Hydrobiol., 13, pp. 17-24 (in German).
- RAMARATNAM, K., Tsyalkovsky, V., Klep, V., Luzinov, I. (2007) Ultrahydrophobic textile surface via decorating fibers with monolayer of reactive nanoparticles and non-fluorinated polymer, Chemical Communications, 43, 4510 -4512.
- RAO, A.V., Lathe, S.S., Dhere, S.L., Pawar, S.S., Imai, H., Ganesan, V., Gupta, S.C., Wagh, P.B., Control on wetting properties of spin-deposited silica films by surface silylation method, Applied Surface Science, 256, Pp. 2115–2121, (2010)
- RAVAINE, D., Seminel, A., Charbouillot, Y., Vincens, M., A New Family of Organically Modified Silicates Prepared from Gels, Journal of Non-Crystalline Solids, 82(1-3), Pp. 210-219, (1986)
- RISCHE, T., Hassel, T., Meixner, J. and Schutze, D.-I., Water vapor transmitting coating composite material and method for producing the same, German Patent, DE10153950, (2003)
- ROLO, A. G., Conde, O., Gomes, M. J. M., Dos Santos, M. P., Structural, chemical and optical characterisation of Ge-doped SiO₂ glass films grown by magnetron rf-sputtering, Journal of Materials Processing Technology, 1999, 92/93, pp. 269-273.
- SALEEMA, N., Farzaneh, M., Thermal effect on superhydrophobic performance of stearic acid modified ZnO nanotowers, Applied Surface Science, 254(9), Pp. 2690-2695, (2008)
- SANCHES, C., Julián, B., Belleville, P., Popall, M., Applications of hybrid organic-inorganic nanocomposites, Journal of Materials Chemistry, 15, Pp. 3559-3592, (2005)

- SASAKI, M., Kieda, N., Katayama, K., Takeda, K., Nakajima, A., Processing and properties of transparent super-hydrophobic polymer film with low surface electric resistance, *Journal of Material Science*, 39(11), Pp. 3717-3722, (2004)
- SATOH, K. AND H. NAKAZUMI, M. MORITA, Preparation of Super-Water-Repellent Fluorinated Inorganic-Organic Coating Films on Nylon 66 by the Sol-Gel Method Using Microphase Separation, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 27, 327–332, (2003)
- SATOH, K., Nakazumi, H., Morita, M., Novel Fluorinated Inorganic-Organic Finishing Materials for Nylon Carpeting, *Textile Research Journal*, 74, Pp. 1079-1084, (2004)
- SCHMIDT, H. (2006). Considerations about the sol-gel process: From the classical sol-gel route to advanced chemical nanotechnologies, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 40, pp.115- 130.
- SHAO, H., Meng, W.D., Qing, F.L., Synthesis and surface antimicrobial activity of a novel perfluorooctylated quaternary ammonium silane coupling agent, *Journal of Fluorine Chemistry*, 125(5), Pp. 721–724, (2004a)
- SHAO, H., Sun, J.Y., Meng, W.D., Quing, F.L., Water and oil repellent and durable press finishes for cotton based on a perfluoroalkyl-containing multi-epoxy compound and citric acid, *Textile Research Journal*, 74(10), Pp. 851–855, (2004b)
- SHIBUICHI, S., Yamamoto, T. Onda, T. Tsujii, K., Super water- and oil-repellent surfaces resulting from fractal structure, *Journal of Colloid Interface Science*, 208(1), Pp., 287-294, (1998)
- SHINDOU, T., Katayama, S., Yamada, N. and Kamiya, K., Surface Properties of Polydimethylsiloxane-Based Inorganic/Organic Hybrid Films Deposited on Polyimide Sheets by the Sol-Gel Method, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 27, Pp. 15-21, (2003)
- SIMONCIC, B., Tomsic, B., Orel, B., Jerman, I., Sol-gel Technology for Chemical Modification of Textiles, Surface Modification Systems for creating stimuli responsiveness of textiles, Workshop Proceedings, Edited by Dragan Jocić Advanbiotex Team Leader, University of Twente, Engineering of Fibrous Smart Materials, 2010, p 17-34
- SONG, K.-C., Park, J.-K., Kang, H.-U., Kim, S.-H., Synthesis of Hydrophilic Coating Solution for Polymer Substrate Using Glycidoxypropyltrimethoxysilane, *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 27, Pp. 53-59, (2003)
- STEGMAIER, T, Arnim, v. V., Scherrieble, A. and Planck, H. (2003). Selbstreinigende Oberflächen auf der Basis des Lotus-Effekts®, Denkendorfer Kolloquien, Beschichtung und Oberflächenfunktionalisierung von Technischen Textilien
- STÖBER, W. and Fink, A. (1968). Controlled Growth of Monosized Silica Spheres in the Micron Size Range, *J. Colloid Interf. Sci.*, 26, pp. 62-69.

- SU, C., Li, J., Geng, H., Wang, Q. and Chen, Q. (2006). Fabrication of an optically transparent super-hydrophobic surface via embedding nano-silica, *Appl. Surf. Sci.*, 253, pp. 2633-2636.
- TADANAGA, K., Katata, N., Minami, T., Formation Process of Super-Water-Repellent Al₂O₃ Coating Films with High Transparency by the Sol–Gel Method, *Journal of the American Ceramic Society*, 80(12), Pp. 3213–3216, (1997)
- TADANAGA, K., Kitamuro, K. Matsuda, A. Minami, T., Formation of superhydrophobic alumina coating films with high transparency on polymer substrates by the sol-gel method, *Journal of Sol–Gel Science and Technology*, 26(1-3), Pp. 705-708, (2003)
- TADANAGA, K., Kitamuro, K., Morinaga, J., Kotani, Y., Matsuda, A., Minami, T., Preparation of super-water-repellent alumina coating film with high transparency on poly(ethylene terephthalate) by the sol-gel method, *Chemistry Letters*, 8, Pp. 864, (2000)
- TANG, L., Zhou, B., Tian, Y., Bala, H., Pan, Y., Ren, S., Wang, Y., Lv, X., Li, M., Wang, Z., Preparation and surface modification of uniform ZnO nanorods via a one-step process, *Colloids and Surfaces A-Physicochemical and Engineering Aspects*, 296(1-3), Pp. 92-96, (2007)
- TAURINO, R., Fabbri, E., Messori, M., Pilati, F., Pospiech, D., Synytska, A., Facile preparation of superhydrophobic coatings by sol–gel processes, *Journal of Colloid and Interface Science*, 325, Pp. 149–156, (2008)
- TEARE, D.O.H., Spanos, C.G. Ridley, P. Kinmond, E.J. Roucoules, V. Badyal, J.P.S., Pulsed plasma deposition of super-hydrophobic nanospheres, *Chemistry of Materials*, 14(11), Pp. 4566-4571, (2002)
- TEXTOR, T., Bahners, T. and Schollmeyer, E. (2001a). Organically modified ceramics for coating textile materials, *Progr. Colloid Polym. Sci.*, 117, pp. 76-79.
- TEXTOR, T., Bahners, T. and Schollmeyer, E. (2001b). Funktionelle (adaptive) Schichtsysteme für Bautextilien, *Technische Textilien*, 44, pp. 304-305 (in German).
- TEXTOR, T., Bahners, T., Schollmeyer, E. Anorganisch-organische Hybridpolymere zum Schutz technischer Textilien, *Technische Textilien*, 45, pp. 169-172, (2002b)
- TEXTOR, T., Bahners, T., Schollmeyer, E. Surface modification of textile fabrics by coatings based on the sol-gel process, *Melliand Textilberichtung International*, 80, Pp. E229, (1999)
- TEXTOR, T., Knittel, D., Bahners, T. and Schollmeyer, E., (2003) Inorganic-organic hybrid polymers for coating textile materials, *Current Trends in Polymer Science*, Vol.8, pp. 127-133.
- TEXTOR, T., Mahltig, B., A sol–gel based surface treatment for preparation of water repellent antistatic textiles, *Applied Surface Science*, 256, Pp. 1668–1674, (2010a)

- TEXTOR, T., Mahltig, B., Nanosols for preparation of antistatic coatings simultaneously yielding water and oil repellent properties for textile treatment, *Materials Technology*, 25(2), p. 74-80 (2010b)
- TEXTOR, T., Photoinduzierte Modifikationen der Oberflächen synthetischer Polymere unter Einsatz der monochromatischen Strahlung von KrCl*-Excimer-Strahlern, Shaker Verlag, Aachen, (2002a)
- TEXTOR, T., Schollmeyer, H., Bahnert, T. and Schollmeyer, E. (2004). Modification of Low Energy Polymer Surfaces by Immobilization of Fluorinated Carboxylates with Zirconium-Based Coupling Agents, *J. Appl. Polym. Sci.*, 94, pp. 789-795.
- TRAGOONWICHIAN, S., O'Rear, E.A., Yanumeta, N., Double coating via repeat admicellar polymerization for preparation of bifunctional cotton fabric: Ultraviolet protection and water repellence, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, 349, Pp. 170–175, (2009)
- VILCNIK, A., Jerman I, Surca Vuk A, Kozelj M, Orel B, Tomsic B, Simoncic B, Kovac J., Structural properties and antibacterial effects of hydrophobic and oleophobic sol-gel coatings for cotton fabrics. *Langmuir*. 2009 May 19;25(10):5869-80.
- VINCE, J., Orel, B., Vilcnik, A., Fir., M., Vuk, A. S., Jovanovski, V., Simoncic, B., Structural and Water-Repellent Properties of a Urea/Poly(dimethylsiloxane) Sol-Gel Hybrid and its Bonding to Cotton Fabric, *Langmuir*, 22, Pp. 6489-6497, (2006)
- VUKUSIC, S.B., Katovic, D., Schramm, C., Influence of fluorocarbon polymers in functional finishing with polycarboxylic acids, *Tekstil*, 53(3), Pp. 103–109, (2004)
- WANG, T., Hu, X.G., Dong, S.J., A general route to transform normal hydrophilic cloths into superhydrophobic surfaces, *Chemical Communications* (2007) 1849-1851.
- WONG, Y. W. H., Yuen, C. W. M., Leung, M. Y. S., Ku, S. K. A. and Lam H. L. I. (2006). Selected applications of nanotechnology in textiles, *AUTEX Research Journal*, vol. 6, <http://www.autexrj.org/No1-2006/0191.pdf>.
- WU, X., Zheng, L. Wu, D., Fabrication of superhydrophobic surfaces from microstructured ZnO-based surfaces via a wet-chemical route, *Langmuir*, 21(7), Pp. 2665-2667, (2005)
- XU, B., Cai, Z., Fabrication of a superhydrophobic ZnO nanorod array film on cotton fabrics via a wet chemical route and hydrophobic modification, *Applied Surface Science*, 254, Pp. 5899–5904, (2008)
- XU, B., Cai, Z., Wang, W., Ge, F., Preparation of superhydrophobic cotton fabrics based on SiO₂ nanoparticles and ZnO nanorod arrays with subsequent hydrophobic modification, *Surface & Coatings Technology*, 204, Pp. 1556–1561, (2010)
- XUE, C.H., Jia, S.T., Zhang, J., Tian, L.Q., Superhydrophobic surfaces on cotton textiles by complex coating of silica nanoparticles and hydrophobization, *Thin Solid Films*, 517, 4593–4598, (2009)

- YAGI, O., Iwamiya, Y., Suzuki, K., Funane, R., Ohishi, F., Improvement in Tensile Strength and Water Repellency of Paper after Treatment with Methyltrimethoxysilane Oligomer Using Titanium Butoxide as a Catalyst, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 36, Pp. 69–75, (2005)
- YANG, H., Deng, Y., Preparation and physical properties of superhydrophobic papers, *Journal of Colloid and Interface Science*, 325, Pp. 588–593, (2008)
- YEH, J.-T., Chen, C.-L., Huang, K.-S., Preparation and application of fluorocarbon polymer/SiO₂ hybrid materials, part 1: Preparation and properties of hybrid materials, *Journal of Applied Polymer Science*, 103(2), Pp. 1140–1145, (2007)
- YEH, J.-T., Chen, C.-L., Huang, K.-S., Preparation and Application of Fluorocarbon Polymer/SiO₂ Hybrid Materials, Part 2: Water and Oil Repellent Processing for Cotton Fabrics by Sol-Gel Method, *Journal of Applied Polymer Science*, 103, Pp. 3019-3024, (2007a)
- YOUNG, S.K., Mauritz, K.A., Dynamic mechanical analyses of Nafion (R)/organically modified silicate nanocomposites, *Journal of Polymer Science Part B - Polymer Physics*, 39(12), Pp. 1282-1295, (2001)
- YOUNGBLOOD, J.P., McCarthy, T.J., Ultrahydrophobic polymer surfaces prepared by simultaneous ablation of polypropylene and sputtering of poly(tetrafluoroethylene) using radio frequency plasma, *Macromolecules*, 32(20), Pp. 6800-6806, (1999)
- YU, D., Liu, W., Liu, Y., Synthesis, thermal properties, and flame retardance of phosphorus-containing epoxy-silica hybrid resins, *Polymer Composites*, 31(2), Pp. 334-339, (2010)
- YU, M., Gu, G., Meng, W.-D., Qing, F.-L., Superhydrophobic cotton fabric coating based on a complex layer of silica nanoparticles and perfluorooctylated quaternary ammonium silane coupling agent, *Applied Surface Science*, 253(7), p. 3669-3673 (2007)
- ZHANG, H. and Lamb, R. N. (2006). Hydrophobic and lyophobic coating, World Patent, WO2006037148.
- ZHANG, J, France, P., Radomyselskiy, A., Datta, S., Zhao, J.G., Ooij, W.V., Hydrophobic cotton fabric coated by a thin nanoparticulate plasma film, *Journal of Applied Polymer Science*, 88 (6), 2003b, 1473.
- ZHANG, J.L., Li, J.A., Han, Y.C., Superhydrophobic PTFE surfaces by extension, *Macromolecular Rapid Communications*, 25(11), Pp. 1105-1108, (2004)
- ZHANG, S.C., Li, X.G., *Colloids Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Preparation of ZnO particles by precipitation transformation method and its inherent formation mechanisms, 226 (1-3), 2003a, pp. 35-44.
- ZHANG, X., Shi, F., Niu, J., Jiang, Y. and Wang, Z. (2008). Superhydrophobic surfaces: from structural control to functional application, *J. Mater. Chem.*, 18, pp. 621-633

ZHAO, X., Zhao, Q., Yu, J., Liu, B., Development of multifunctional photoactive self-cleaning glasses, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354, Pp. 1424–1430, (2008)

**TÜBİTAK
PROJE ÖZET BİLGİ FORMU**

Proje No: 110R011
Proje Başlığı: Sol-Jel Yöntemi Kullanarak Süperhidrofob ve Güç Tutuşur Çok Fonksiyonlu Organik-İnorganik Hibrid Tekstil Kaplamalarının Üretilmesi
Proje Yürütücüsü ve Araştırmacılar: Yrd. Doç.Dr. Nurhan ONAR, Doç.Dr. Aysun AKŞİT, Yrd. Doç. Dr. Bengi KUTLU, Danışman: Prof. Dr. Erdal ÇELİK
Projenin Yürütüldüğü Kuruluş ve Adresi: Pamukkale Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kınıklı Kampüsü, Kınıklı/DENİZLİ
Destekleyen Kuruluş(ların) Adı ve Adresi:
Projenin Başlangıç ve Bitiş Tarihleri: 05.2011/ 05.2013
Öz (en çok 70 kelime) <p>Tekstil materyallerinin yüzey modifikasyonunda sol-jel teknolojisinin kullanımı malzeme bilimlerindeki gelişmelerle son 10 yılda büyük önem kazanmıştır. Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin kullanımı ile tekstil materyallerine fotokromik, elektrokromik ve termokromik, aşınma dayanımı, filtrasyon, adsorpsiyon ve seçici-geçirgenlik özellikleri, UV-koruyucu özellik, antistatik özellik, antimikrobiyal özellik, kendi-kendini temizleme, buruşmazlık, süperhidrofob özellik, güç tutuşurluk ve su, kir-yağ itici özellikler gibi çok çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılabilir. Konvansiyonel tekstillere göre, katma değeri yüksek, farklı ve cazip özellikler kazandırılmış multifonksiyonel tekstillerin Pazar payı giderek artmaktadır. Günümüzde multifonksiyonel tekstiller, tekstil endüstrisindeki değişimlerle birlikte önem kazanmaktadır. Tekstil işletmesine de kolaylıkla uygulanabilen ve basit bir uygulama yöntemine sahip olan sol-jel teknolojisi ile nanoboyutta kaplanan filmler ile tekstil materyaline pek çok özellik tek bir proses ile kazandırılabilen ve böylece ilave fonksiyonel özellikler verilerek çok yönlü bir tekstil materyalinin üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Bu proje çalışmasında sol-jel teknolojisini kullanarak tekstil materyallerine su, yağ itici ve güç tutuşur özellik kazandırılması ve bu özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu proje kapsamında konvansiyonel yöntemler ile ve sol-jel yöntemi ile elde edilen iticilik ve güç tutuşurluk performansları, tekstil malzemesinin fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki değişimler ve bu bitim işlemleri için kullanılan kimyasal madde sarfiyatı ve uygulanan bitim işleminin kalıcılığı karşılaştırılmıştır. Bu proje çalışmasında bu amaçla kumaşların üretiminde çeşitli alkil modifiye silanlar veya hidrofob organik maddelerle modifiye edilmiş alkoksi silanlar kullanarak kumaşlara su itici özellik kazandırılırken fosfor katkılı organik modifiye silanlar ile güç tutuşur özellik eş zamanlı olarak veya ayrı olarak kazandırılmaya çalışılmıştır. Ayrıca silanlar ile birlikte aynı banyoda organik polimerlerin karıştırılması ile organik inorganik hibrid çözeltiler hazırlanmıştır. Bu sayede üretilen organik inorganik hibrid malzemeler ile organik ve inorganik kısmın avantajları kombine edilmiştir. Ayrıca bu sayede kaplanan kumaşın kullanım performans özellikleri geliştirilmiştir. Özellikle güç tutuşurluk bitim işleminden beklenen yıkama dayanımı organik polimerin bağlayıcı etkisi ile hibrid malzemelerin kullanımı sayesinde geliştirilmeye çalışılmıştır. Hazırlanan organik-inorganik hibrid polimerlerin viskozitesi incelenmiş ve rakle ile sıyırma yöntemi ile kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Kaplanan kumaşların DTA-TG, XRD, FTIR-ATR ve SEM cihazları ile ayrıntılı analizleri</p>

gerçekleştirilmiştir. Ayrıca su iticilik değerleri temas açısı ölçümü ve püskürtme test yöntemi ile, güç tutuşurluk özellikleri LOI ölçüm cihazı ve dikey güç tutuşurluk cihazı ile belirlenmiştir. Ayrıca bu özelliklerin çoklu evsel yıkamalar sonundaki dayanımları tespit edilmiştir. Farklı organik inorganik malzeme kombinasyonları ile yapılan çalışmalar sonucunda en iyi su iticilik ve güç tutuşurluk değerlerine sahip kumaş belirlenmiştir. Sonuç olarak sol-jel yöntemi, tekstil malzemelerine su, yağ itici ve güç tutuşur bitim işlemleri için konvansiyonel yöntemlere alternatif bir yöntem olarak sunulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Sol-jel teknolojisi, nanoteknoloji, su-yağ iticilik, güç tutuşurluk, organik-inorganik hibridler, pamuklu kumaş

Fikri Ürün Bildirim Formu Sunuldu mu? Evet Gerekli Değil

Fikri Ürün Bildirim Formu'nun tesliminden sonra 3 ay içerisinde patent başvurusu yapılmalıdır.

Projeden Yapılan Yayınlar:

Mete, G., Onar, N., Aksit, A., Kutlu, B., Development of flame retardant and water repellent cotton fabric by sol-gel processing, International Congress of Innovative Textiles, ICONTEX, 2012 October 2011, İstanbul, pp. 174-178 (Poster sunum, CD, Tam metin bildiri)

Mete, G., Onar, N., Development of Water, Oil Repellent and Flame Retardant Cotton Fabric By Sol-gel Process: Part I. Treatment of Cotton Fabric with Silane Based Nanosols, Fibers and Polymers, submitted