



**FOTOKATALİTİK ETKİ İLE KENDİNİ TEMİZLEYEN  
KUMAŞ ÜRETİMİ**

**Zeynep BATUR**



T.C.  
BURSA ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**FOTOKATALİTİK ETKİ İLE KENDİNİ TEMİZLEYEN KUMAŞ ÜRETİMİ**

**Zeynep BATUR**

Dr. Öğr. Üyesi Halil İbrahim AKYILDIZ  
(Danışman)

YÜKSEK LİSANSTEZİ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

BURSA– 2019

## TEZ ONAYI

Zeynep BATUR tarafından hazırlanan "FOTOKATALİTİK ETKİ İLE KENDİNİ TEMİZLEYEN KUMAŞ ÜRETİMİ" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Bursa Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Danışman** : Dr. Öğr. Üyesi Halil İbrahim AKYILDIZ



**Başkan** Prof. Dr. Recep EREN  
Bursa Uludağ Üniversitesi, Mühendislik  
Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

İmza



**Üye :** Prof. Dr. Hasan Basri KOÇER  
Bursa Teknik Üniversitesi, Mühendislik ve  
Doğa Bilimleri Fakültesi,  
Lif ve Polimer Mühendisliği Bölümü

İmza



Yukarıdaki sonucu onaylarım

Prof. Dr. Hüseyin Aksel EREN  
Enstitü Müdürü

08/03/2019

**U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;**

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
- görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- başkalarının eserlerinden yararlanması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
- atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
- kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
- ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı

**beyan ederim.**

05/07/2019

*Z. Batır*

**Zeynep BATUR**

## ÖZET

Yüksek Lisans

### FOTOKATALİTİK ETKİ İLE KENDİNİ TEMİZLEYEN KUMAŞ ÜRETİMİ

**Zeynep BATUR**

Bursa Uludağ Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

**Danışman:** Dr. Öğr. Üyesi Halil İbrahim AKYILDIZ

Bu çalışmada; fotokatalitik aktivitesi yüksek, metal oksit, yarı iletken bir madde olan  $TiO_2$  kullanılarak fotokatalitik etki ile kendini temizleyen kumaş uygulaması amaçlanmıştır. Yapılan literatür ve piyasa araştırması doğrultusunda, fotokatalitik etkinliği yüksek olan, anataz fazında titanyum dioksit ( $TiO_2$ ) masterbatch kullanılmıştır. %50 oranında  $TiO_2$  içeren masterbatch, eriyik çekim sistemine farklı dozajlarda beslenerek parçacık katkılı polietilen teraftalat iplik üretimi gerçekleştirilmiştir. Büküm ve dokuma adımlarını takiben üretilen ipliklerin mekanik özellikleri test edilerek, yüzey ve kesit resimleri optik ve taramalı elektron mikroskop (SEM) yardımıyla incelenmiştir. Üretilen liflerin termal özellikleri diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile incelenmiştir. Lif yüzeyinde enerji ayırmalı X-Işını floresans spektrometresi (ED-XRF) ile elementel analiz gerçekleştirilmiştir. Fotokatalitik etki ile kendi kendini temizleme aktivitesini ölçebilmek için çay, kahve, vişne suyu, ketçap gibi farklı lekeleyiciler ve karanlık ortam, gün ışığı, ışık haslığı test cihazının ışıklandırma sistem ile kumaşlar teste tabi olmuştur. Gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda, her lekede aynı oranda olmamasına rağmen, artan katkı miktarı ve ışıklandırma süresi ile lekelerin temizleme etkinliğinin arttığı gözlemlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** fotokataliz, kendini temizleyen, polyester, titanyum dioksit

## **ABSTRACT**

MSc Thesis

### **PRODUCTION OF SELF CLEANING FABRICS VIA PHOTOCATALYTIC EFFECT**

**Zeynep BATUR**

Bursa Uludag University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Textile Engineering

**Supervisor:** Asst. Prof. Halil İbrahim AKYILDIZ

In this study; the application of self-cleaning fabric with photocatalytic effect was aimed by using TiO<sub>2</sub> which is a metal oxide and semiconductor material. According to the literature and market research, titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) masterbatch was used in the anatase phase with high photocatalytic activity. Masterbatch containing 50% TiO<sub>2</sub> was fed to the melt spinning system at different dosages to produce particulate doped polyethylene terephthalate yarn. Following the twisting and weaving steps, the mechanical properties of the yarns were tested and surface and cross-sectional images were examined with the help of optical and scanning electron microscope (SEM). Thermal properties of the produced fibers were investigated by differential scanning calorimetry (DSC). Elemental analysis was performed on the fiber surface by energy-separated X-ray fluorescence spectrometry (ED-XRF). In order to measure self-cleaning activity with photocatalytic effect, different stainers such as tea, coffee, cherry juice, ketchup were exposed to the test conditions such as dark environment, sunlight, and light fastness tester. As a result of the studies carried out, it was observed that the cleaning efficiency of the stains increased with increasing amount of additives and duration of illumination, although not the same rate in each stain.

**Key words:** phototcatalysis, self-cleaning, polyester, titanium dioxide

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimi süresince bilgi ve tecrübesini paylaşan, ilgi ve yardımlarını esirgemeyen sayın danışmanım Dr. Öğr. Üyesi Halil İbrahim Akyıldız'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışma kapsamındaki hammadde temini, deneysel veri, iplikler ve kumaşların üretimini sağlayan Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş.'ye ve tüm çalışanlarına teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımı destekleyen sevgili arkadaşlarım Sümeyye Diler, Ayşe Bostancı, Elif Yılmaz, Berrin Yılmaz ve Burcu Atlay'a teşekkürlerimi sunarım.

Destegi ve göstermiş oldukları emek için her zaman yanımda olan sevgili annem Melihat Batur ve babam Remzi Batur, yeğenlerim Nisa, Ömer ve kardeşlerime teşekkürlerimi sunarım.

Zeynep BATUR

05/07/2019



## İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
ÖNSÖZ ve TEŞEKKÜRLER .....	iii
SİMGE ve KISALTMALAR .....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	v
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	vi
1. GİRİŞ .....	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI .....	3
2.1. Kendi Kendini Temizleyen Tekstil Uygulamaları .....	3
2.2. Fotokatalitik Etki .....	5
2.3. TiO <sub>2</sub> 'nin Kristal Yapısı ve Özellikleri .....	7
2.4. Eriyik Çekim İle Lif Üretim Yöntemi .....	9
2.4.1. Parçacık Katkılı Lif Üretim Yöntemi .....	11
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	14
3.1. Materyal .....	14
3.2. Yöntem .....	14
3.2.1. Kumaş Numunelerinin Hazırlanması.....	14
3.2.2. Numune Lekeleme ve Test İşlemi.....	20
3.2.3. Karakterizasyon Testleri.....	21
4. BULGULAR ve TARTIŞMA .....	25
4.1. Lif Enine ve Boyuna Kesit Görüntü Değerlendirilmesi.....	25
4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları.....	27
4.3. Mukavemet ve Uzama Analizi Sonuçları.....	28
4.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları.....	30
4.5. Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometre (ED-XRF) Analiz Sonuçları.....	31
4.6. Lekeli Kumaşların Kendini Temizleme Etkinliği .....	33
5. SONUÇ .....	39
KAYNAKLAR.....	41
ÖZGEÇMİŞ.....	44



## SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
DSC	Differential Scanning Calorimeter(Diferansiyel Taramalı Kalorimetre)
ED-XRF	Energy Dispersive X-ray Fluorescence (Enerji Ayrımlı X-Işını Floresans Spektrometresi)
eV	Elektronvolt
nm	Nanometre
PET	Polyester
T <sub>g</sub>	Camlaşma Sıcaklığı
TiO <sub>2</sub>	Titanyum dioksit
T <sub>m</sub>	Erime Sıcaklığı
SEM	Scanning Electron Microscope(Taramalı Elektron Mikroskobu)

## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 2.1. İletken, yarı iletken ve yalıtkan malzemelerin bant boşluk yapısı.....	5
Şekil 2.2. Yarı iletken malzeme üzerinde meydana gelen prosesler.....	6
Şekil 2.3. Anataz, rutil ve brokit kristal yapıları.....	7
Şekil 2.4. Eriyik çekim sistemi.....	9
Şekil 2.5. Masterbatch yapısını oluşturan bileşenler.....	11
Şekil 2.6. Masterbatchin eriyik çekim sistemine dâhil edildiği bölüm.....	12
Şekil 3.1. Fotokatalitik kumaş üretim çalışmasının proses şeması .....	13
Şekil 3.2. (a) TiO <sub>2</sub> katkılı masterbatch, (b) yaş süper parlak PET cips .....	14
Şekil 3.3. V Tipi Mekanik Karıştırıcı.....	15
Şekil 3.4. İplik Eğirme Makinası.....	17
Şekil 3.5. Işık Haslığı Test Cihazı.....	20
Şekil 3.6. SEM analizi için ikincil elektron ve geri saçılan elektrona ait şematik gösterimi.....	21
Şekil 3.7. Mukavemet ve uzama değeri tespiti için kullanılan Statimat Me cihazı.....	22
Şekil 3.8. Numunelerin ısıl testlerinde kullanılan DSC cihazı.....	23
Şekil 4.1. Sırası ile %0, %1,5, %3, %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı PET ipliklerin (a), (c), (e), (g) enine optik mikroskop görüntüsü (20X), (b), (d), (f), (h) boyuna kesit optik mikroskop görüntüsü (2X).....	26
Şekil 4.2. (a) Katkısız PET iplik, (b) %1,5 TiO <sub>2</sub> katkılı PET iplik, (c) %3 TiO <sub>2</sub> katkılı PET iplik, (d) %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı PET iplik.....	27
Şekil 4.3. Katkısız (%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5, %3 ve %4,5 katkılı PET numunelerine ait mukavemet verileri .....	29
Şekil 4.4. Katkısız(%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5, %3 ve %4,5 katkılı PET numunelerine ait uzama verileri .....	30
Şekil 4.5. Katkısız(%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5 TiO, %3, %4,5 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET ipliklere ait DSC grafikleri.....	31
Şekil 4.6. Katkısız(%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5, %3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı PET iplik numunelerine ait ED-XRF spektrum çekimleri.....	32
Şekil 4.7. Karanlık ortamda bulunan katkısız (%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5, %3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı kumaşlar.....	34
Şekil 4.8. Gün ışığında 10 gün (130 saat) bekletilen katkısız (standart), %1,5, %3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı kumaşlar.....	35
Şekil 4.9. Işık haslığı test cihazında 3 gün bekletilen katkısız (%0 TiO <sub>2</sub> ), %1,5, %3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı kumaşlar.....	36
Şekil 4.10. Işık haslığı test cihazında 7 gün (168 saat) bekletilen katkısız (standart), %1,5,%3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı kumaşlar.....	37

## ÇİZELGELER DİZİNİ

### Sayfa

Çizelge 2.1. Anataz ve rutil fazın özellikleri.....	8
Çizelge 3.1. Hazırlanan numunelerdeki masterbatch oranları.....	15
Çizelge 3.2. Numune, leke ve ışıklandırma bilgileri.....	19
Çizelge 4.1. Numune ipliklerin mekanik özellikleri.....	28
Çizelge 4.2. Katkısız(%0), %1,5, %3 ve %4,5 TiO <sub>2</sub> katkılı polyester ipliklerin ve masterbatchin yüzde kül miktarı.....	32



## 1. GİRİŞ

1891 yılında Fransız bilim adamı ve sanayici Hilaire de Chardonnet tarafından ilk insan yapımı lif olan nitrat rayonu geliştirilmiştir. 1935 yılında ise ilk sentetik lif olan poliamid 6,6 Wallace Carothers tarafından DuPont firmasında üretilmiştir. Dünden bugüne sürekli artan pazar payı ile suni ve sentetik elyaflar, tekstil endüstrisinde kullanılan hammaddenin büyük çoğunluğunu oluşturmaktadır. Sentetik lifler görünümü, mukavemeti, boyutsal karalılığı, maliyeti, istenilen fonksiyonelliğin kazandırılabilmesi ve farklı amaçlarda kullanım için imkân sağlayan önemli bir uygulama alanıdır (Bansal ve Raichurkar 2016). Savunma sanayi, medikal uygulamalar, jeotekstiller, otomotiv ürünleri, ev tekstil ve hazır giyim ürünleri gibi oldukça geniş ve farklı alanlarda sentetik elyaflar kullanılmaktadır. Polyester (PET) bu alada kendine büyük bir yer edinmiş ve dünyada önde gelen sentetik liflerden bir tanesi olmuştur. Polyestere olan ilgi ve fonksiyonel özellik kazandırma çalışmaları hız kazanmış ve bu alanda farklı yöntemler kullanılmıştır. Hidrofob-hidrofil etki (Upasani ve ark. 2016), antibakteriyel özellik (Shaban ve ark. 2018), güç tutuşur etki (Ahmed ve ark. 2018), UV koruma (Broasca ve ark. 2013) gibi birçok özellik bitim işlemleri ile kazandırılabilirdiği gibi çeşitli kaplama yöntemleriyle de kazandırılabilmiştir. Güçlü bir alternatif olan katkı lif üretimi ise sonsuz yıkama dayanımı, esnek yüzey, atık oluşumunun azaltılması ve kullanılan nanopartikülün artan yüzey alanı ile fonksiyonellik etkisinin artışı, istenilen özellikler arasında yer alarak avantaj sağlamıştır. Katkı lif üretimi ile istenilen özelliğe hizmet etmek amacıyla; çinko oksit (ZnO) (Upasani ve ark. 2016), gümüş (Ag) (Süpüren ve ark. 2006), fosfor (F) (Visakh ve ark. 2015), titanyum dioksit (TiO<sub>2</sub>) başta olmak üzere farklı malzemeler kullanılmıştır. TiO<sub>2</sub>, kendi kendini temizleme, çevre dostu uygulamalar, kirlenmeyi önleyen, antibakteriyel ve UV koruma etkileri üzerine son zamanlarda farklı çalışmalar yapılan önemli bir malzemedir (Li ve ark. 2018). TiO<sub>2</sub> anataz, rutil ve brokit olarak isimlendirilen temelde üç kristal faza sahiptir. Kendi içinde her bir fazın kullanım alanına göre farklı özellikleri bulunur. TiO<sub>2</sub> nispeten ucuz, kimyasal olarak yüksek stabilite gösteren, düşük toksiteye sahip, yüksek fotoaktivite gösteren yarı iletken ve ideal bir fotokatalist malzemedir. TiO<sub>2</sub> bu avantajları onu farklı uygulamalar için iyi bir aday haline getiriyor.

Fotokatalitik etki; ışık ile aktifleşen yarı iletken bir katalistin, istenilen bazı reaksiyonları başlatması veya hızlandırmasıdır. Fotokataliz reaksiyonu doğada gerçekleşen fotosentez mekanizmasına benzetilebilir. Bitkilerde bulunan klorofil fotokatalizör görevini üstlenerek güneş ışığını absorplayarak aktif hale gelir. Bu sayede su ve karbon dioksiti oksijen ve glikoza dönüştüren bir dizi kimyasal reaksiyon gerçekleşir. Fotokataliz reaksiyonu da benzer adımlardan geçerek; fotokatalizör absorpladığı ışınları, zararlı maddeleri parçalayıp su ve karbon dioksite çevirmek için kullanır. Fotokataliz araştırmaları 1960'ların sonlarında başlamış olup 1972 yılında Fujishima ve arkadaşlarının su hidrolize ile ilgili yaptıkları çalışmaların olumlu sonuçlanması, yeni bir alan yaratmış ve araştırmalar hız kazanmıştır (Hashimoto ve ark. 2005). Son yıllarda da fotokatalitik etki ile kendi kendini temizleyen çalışmalar farklı alanlarda artarak devam etmektedir. Kendi kendini temizleyen konut malzemeleri, iç-dış mekan lambaları, tünel duvar ve trafik işaretleri, hava-su temizleme sistemleri, kanser tedavisi, ameliyathane oda ve duvarlarını kaplayan fayanslar, hastane kıyafetleri, çadır malzemeleri ve çeşitli tekstil uygulama alanlarında geniş yer edilmiş (Fujishima ve ark. 2000). Tekstil ürünleri zorlu günlük kullanım şartları ve maruz kaldıkları çeşitli kirleticiler vasıtasıyla kullanım performansı yüksek ve bu nedenle kolay kirlenebilen ürünlerdir. Dolayısıyla temizleme ihtiyacına bağlı olarak su, kimyasal ve enerji tüketimine neden olmaktadır (Temirel ve Palamutçu 2011). Çevre bilincinin artması ve sürdürülebilir kaynaklara destek olabilmek adına fotokatalitik tekstil ürünleri ilgi çeken bir konu haline gelmiştir.

## 2. KURAMSAL TEMELLER ve KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bu bölümde; literatürde bulunan kendi kendini temizleyen tekstil uygulamalarına ilişkin çalışmalar ile birlikte fotokatalitik reaksiyon mekanizması, katalizör olarak kullanılan  $TiO_2$ 'nin temel yapısı ve özellikleri, eriyik çekim ve parçacık katkılı lif üretim sisteminin esasları sunulmuştur.

### 2.1. Kendi Kendini Temizleyen Tekstil Uygulamaları

Tekstil malzemelerine kendi kendini temizleme özelliğini kazandırma çalışmalarında her ne kadar yarıiletken benzer malzemeler kullanılmış olsa da malzemelerin lif yapılarına uygulanması farklı yöntemlerle gerçekleştirilmektedir. En fazla kullanılan yöntemlerin başında daldırma ile kaplama yöntemi gelmektedir. Karimi ve diğerleri yapmış oldukları çalışmada; çapraz bağlayıcı varlığında fotokataliz yöntemi ile kendini temizleme etkinliğinin değişimini incelemişlerdir. Çalışmalarında pamuklu kumaşları daldırma yöntemini kullanarak  $TiO_2$  ile kapladıktan sonra lekelenirip aydınlatıcılar ile ışıklandırmışlardır. Sonuç olarak Karimi ve diğerleri; çapraz bağlayıcı ile temizleme etkinliğinin yüksek,  $TiO_2$ 'nin yüzeye tutunma ve dağılma homojenliğinin yüksek olduğunu belirlemişlerdir (Karimi ve ark. 2010). Büyükakıllı çalışmasında polyester, yün-poliamid kumaşlara; radyo frekans plazma (RF-plazma), mikrodalga plazma (MW-plazma) ve vakum altında UV ışık radyasyon ön işlemleri yaparak  $TiO_2$  depolanmasının artması ve doğru orantılı olarak temizleme etkinliğinin de artmasını amaçlamış ve çalışmaların sonucunda lekelerin ışık altında solduğunu gözlemlemiştir (Büyükakıllı 2016).

Yarı iletkenler kullanılarak fotokataliz mekanizması ile kendi kendini temizleme etkinliğinin yanında antibakteriyel etkide geniş uygulama alanı edinmiştir (Xu ve ark. 2018). Bu durumda multifonksiyonel özellik sağlayan tekstil uygulamaları gerçekleştirilmiştir. Qi ve diğerleri çalışmasında;  $TiO_2$  kaplı polyester kumaşın şarap ve kahve lekelerinin ışık altında kendi kendini temizlemesi, boyarmadde ayrıştırılması, antibakteriyel etkinliğini ölçmeyi amaçlamış ve çalışmalarının sonucunda gün ışığında lekelerin temizlenmesinin olumlu sonuçlandığını ve kumaş yüzeyindeki bakterilerin öldüğü belirtmişlerdir (Qi ve ark. 2007).

İbrahim ve diğerleri yaptıkları çalışmada: TiO<sub>2</sub> nanoparçacıkları ve çapraz bağlayıcı varlığında farklı terbiye fomülasyonları ile kapladıkları pamuklu kumaşın; UV koruma özelliği, kendini temizleme ve antibakteriyel etkinliğini incelemiştir. Yapılan çalışmalar sonucunda; kumaş üzerinde düzgün bir ince film oluştuğu, UPF değerinin önemli ölçüde iyileştiği, antibakteriyel ve kendi kendini temizleme özelliklerinde de gözle görülür gelişme yaşandığını ortaya koymuşlardır (İbrahim ve ark. 2010).

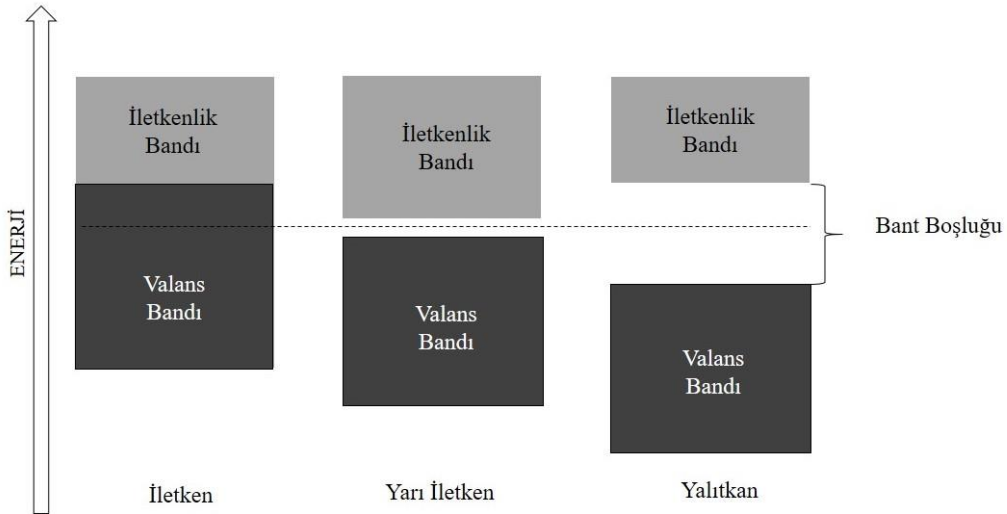
Farklı kaplama yöntemleri ile de çalışmalar yapılmıştır. Uğur ve diğerleri katman biriktirme yöntemi ile pamuklu kumaş üzerine anataz fazında TiO<sub>2</sub> nanopartikülleri 10 ve 16 kat kaplayarak, UV koruma ve şarap lekelerinin ışıklandırma ile kendi kendini temizleme özelliğini incelemiştir. Uğur ve diğerleri çalışmalarında, 10 ve 20 yıkama çevrimine karşın TiO<sub>2</sub> kaplı kumaşların kısmi bir renk giderimi ve UV koruma etkisinin halen devam ettiği sonucuna varmışlardır (Uğur ve ark. 2010). Sol-jel yöntemi, tekstil kumaşlarına yarı iletkenleri kaplamak için kullanılan yaygın yöntemlerden bir tanesidir. Galkina ve diğerleri yapmış oldukları çalışmada; çapraz bağlayıcı varlığında sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşı TiO<sub>2</sub> kaplayarak, kendi kendini temizleme etkinliğini incelenmiş ve çalışma sonucunda; kullanılan yardımcı kimyasallar ile güçlü bağların oluştuğunu, 5 yıkamada bile pamuklu kumaşların kendi kendini temizleme özelliğini koruduğunu ortaya konmuştur (Galkina ve ark. 2012).

Tekstil ürünlerinin özelliklerini iyileştirmek, yenilikçi ve katma değeri yüksek fonksiyonel ürünler geliştirmek için farklı malzemelerin kullanım potansiyeli gün geçtikçe artmaktadır. Bu duruma istinaden fotokatalitik etki ile kendini temizleme etkinliğine dair yapılan çalışmalarda da alaşım malzemeler kullanılmı literatürde kendine yer edinmiştir. Yuranova ve diğerleri; ağartılmış pamuk kumaşa, bire bir oranında hazırlanmış SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> karışımı kaplanarak, kırmızı şarap lekesinin fotokatalitik mekanizma ile temizlenmesi incelenmiştir. Aynı çalışmada, yapılan analizler doğrultusunda; parçacık boyutları 4-8 nm, kaplama kalınlığı 20-30 nm arasında olduğu ve dispersiyonun yüksek, leke gideriminin ise tam olarak 24 saatte gerçekleştiği belirlenmiştir (Yuranova ve ark. 2006). Bir başka çalışmada ise Wang ve diğerleri, belirli oranlarda Au/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> karışımını pamuklu kumaşa kaplanmış, kendini temizleme ve yıkama haslıkları test edilmiştir.

Wang ve diğeri, kaplama ile yeterli UPF değerine sahip olduklarını ve 30'dan sonra bile etkinin hala sürdüğünü, güneş simülatöründe yapılan testte sadece TiO<sub>2</sub> ile kaplı kumaşın, Au/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> karışımı ile kaplı kumaştan daha iyi şarap ve kahve lekesini temizlediği görülmüştür (Wang ve ark. 2010).

## 2.2. Fotokatalitik Etki

İletken, yarı iletken ve yalıtkan malzemelerin elektronik yapıları bant teorisi ile karakterize edilir. İletkenlik bandı ve valans bandı farklı enerji seviyelerinin bir fonksiyonudurlar. İletken maddelerde değerlik bandı ve iletkenlik bandı bitişik, yalıtkan maddelerde iki bant arasında yüksek miktarda enerji farkı var iken yarı iletken maddelerde bu mesafe yalıtkan maddelere göre daha azdır. Yarı iletken malzemelerde valans bandında yer alan elektronlar dışarıdan enerji (ısı, ışık, vs.) alarak enerji seviyelerini iletkenlik bandına taşıyabilirler. Yarı iletken, iletken ve yalıtkan maddelere ait enerji seviyeleri Şekil 2.1'de şematik olarak sunulmuştur.

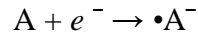
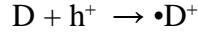


**Şekil 2.1.** İletken, yarı iletken ve yalıtkan malzemelerin bant boşluk yapısı

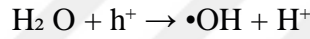
Fotokatalitik reaksiyonlar, yarı iletken katalizör maddenin ışık ile uyarıldığında, elektronların bir banttan diğeriğine geçişini sağlaması ile gerçekleşir. Bant boşluğu malzemenin uyarılması için gereken minimum ışık enerjidir. Bu enerji fotokatalizörün bant boşluğu enerjisine eşit veya daha büyük olması gereken, malzemeye özgü spesifik bir değerdir. Bu durumda bant boşluğu enerjisine eşit veya bant boşluğu enerjisinden



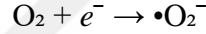
daha yüksek bir enerji ile uyarılırsa valans bandında ki elektron iletkenlik bandına geçmek için yeterli enerjiyi kazanmış olur. İletkenlik bandına geçiş, iletkenlik bandında elektron fazlalığı ( $e^-$ ) oluştururken, geride pozitif delik ( $h^+$ ) oluşturur (Hanaor ve ark. 2011). İletken malzemelerde bu yükler hemen birleşirken, yarı iletken malzemeler uygun reaksiyonlarda yer alır. Tepkimeler sırasında elektronlar ( $e^-$ ) elektron alıcısı (A) ile boşluklar ( $h^+$ ) ise elektron vericisi (D) ile uygun yükte etkileşime girer.



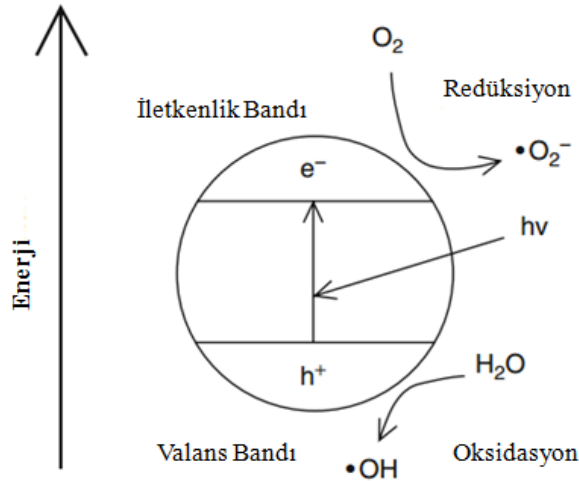
Yarı iletkenlerde elektron ve boşluklar, yüzeyde absorblanmış ve denge halinde bulunana su ( $H_2O$ ), oksijen ( $O_2$ ) gibi moleküllerle tepkimeye girer (Temirel ve ark. 2011). Yüzeyde oluşan deliğin ( $h^+$ ) yüksek oksidasyon gücü sayesinde su ile reaksiyonu sonucu hidroksil ( $\bullet OH$ ) radikali oluşur (Hashimoto ve ark. 2005).



İletkenlik bandında oluşan elektron ( $e^-$ ) ise ortamda bulunan oksijen ile süperoksit anyonunu ( $\bullet O_2^-$ ) oluşturur (Castellote ve ark. 2011). Organik materyalleri parçalayan süperoksit anyonu yüksek reaktiviteye sahiptir.



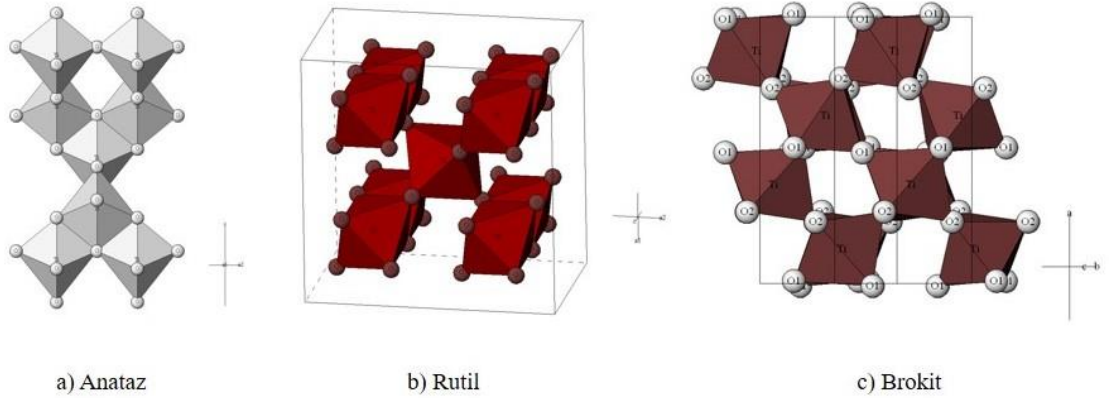
Gerçekleşen kimyasal tepkimelere ait şematik gösterim Şekil 2.2’de verilmiştir. Oluşan reaktif türler organik maddelerin parçalanmasına sebep olmaktadır.



**Şekil 2.2.** Yarı iletken malzeme üzerinde meydana gelen prosesler. (Castellote ve ark. 2011)

### 2.3.TiO<sub>2</sub>'nin Kristal Yapısı ve Özellikleri

TiO<sub>2</sub>;tekstil, kozmetik, enerji, çevre, boya, hava-su temizleme, kanser tedavisi, kendini temizleme gibi birçok önemli teknolojik alanda kullanılan, UV ışığı ile aktif duruma geçebilen bir yarı iletkenidir (Fujishima ve ark. 2000). 1960'lı yılların sonlarına doğru yapılan çalışmalar neticesinde TiO<sub>2</sub>'nin, fotokatalitik mekanizma ve organik bileşiklerin parçalanması konusunda ideal bir malzeme olduğunu kanıtlamıştır (Fujishima ve ark. 2000). TiO<sub>2</sub> ışık etkisi ile oksitleyici, organik ve inorganik maddelerin ayrışması için aktivasyon enerjisini düşürerek kataliz görevi gören yarı iletken bir metal oksittir. TiO<sub>2</sub>;anataz, rutil ve brokit olmak üzere üç temel kristal yapısı olan önemli bir fotokatalitik malzemedir. Anataz ve rutil tetragonal yapıya sahipken, brokit, ortorombik yapıya sahiptir (Şam ve ark. 2007). Anataz, rutil ve brokite ait kristal yapıları Şekil 2.3' de verilmiştir.



**Şekil 2.3.** Anataz, rutil ve brokit kristal yapıları. (<https://staff.aist.go.jp/nomura-k/english/itscgallery-e.htm>)

Rutil yüksek sıcaklıklarda stabil bir faz iken, anataz ve brokit yüksek sıcaklıklarda geri dönüşümsüz olarak rutil faza dönüşür ki bu durum spesifik bir sıcaklıkta gerçekleşmez (Hanaor ve ark. 2011). Brokit minerallerde bulunan bir kristal yapı olduğu için genellikle ticarileşmiş olan rutil ve anataz fazı kullanılır (Pelaez ve ark. 2012).

Anataz fazının yoğunluğu 3,83g/cm iken rutil fazın yoğunluğu 4,24g/cm'dir. Bu fark Şekil 2.3'te görüldüğü gibi kristal yapılarındaki farklılıktan kaynaklanmaktadır.

Eğer tanecik boyutları aynı ise; anataz fazına sahip TiO<sub>2</sub> 11 nm boyutlarında, rutil fazı 35 nm'nin üzerinde termodinamik olarak stabil bir duruma gelir (Radetić 2013). Anataz, rutile göre daha yüksek fotokatalitik etki göstermektedir. Bu durum anataz fazın daha fazla tercih edilme sebeplerinden biridir. Anataz ve rutil tipi TiO<sub>2</sub>'nin temel fiziksel özellikleri Çizelge 2.1'de listelenmiştir.

**Çizelge 2.1.** Anataz ve rutil fazın özellikleri (Ola ve ark. 2015)

	<b>Anataz</b>	<b>Rutil</b>
<b>Kristal Yapı</b>	Tetragonal	Tetragonal
<b>Yoğunluk (g/cm)</b>	3,83	4,24
<b>Erime Sıcaklığı(°C)</b>	Rutil faza dönüşür	1870
<b>Bant Enerjisi (eV)</b>	3,2	3,0

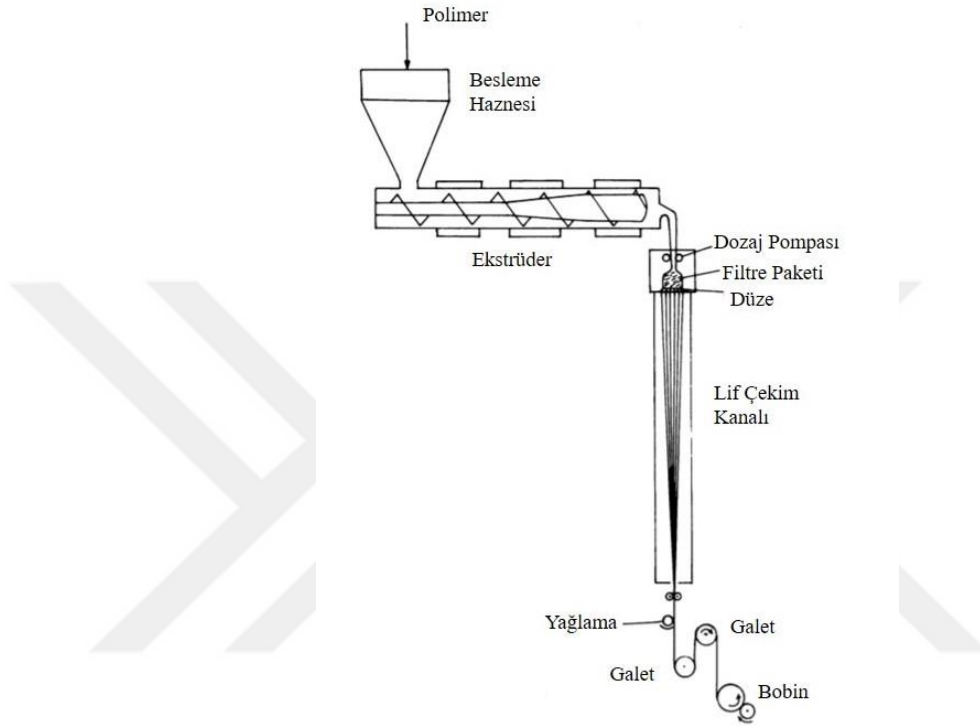
Anatazın yasak bant aralığı enerjisi 3,2 eV olup 388 nm ve daha düşük dalga boyundaki ışınlar aktifleşirken, rutilin yasak bant aralığı 3 eV olup 413 nm ve daha düşük dalga boyundaki ışınlar ile aktifleşir. UV ışınlarını absorbe ederek bir dizi kimyasal reaksiyon sonucunda herhangi bir organik molekülü karbondioksit ve suya dönüştürmektedir.

Yarı iletken olan ZnO, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZnS, CdS, CdTe, WO<sub>3</sub> v.b maddelerin olmasına karşın, yapılan çalışmalar TiO<sub>2</sub>'nin yüksek fotokatalitik özelliğe sahip olduğunu göstermiştir. Bununla birlikte TiO<sub>2</sub> diğer fotokatalizörlere göre birçok avantaja sahiptir (Daoud 2013). TiO<sub>2</sub>'nin temel avantajlarının başlıcaları; düşük toksisite, asidik ve bazik bileşiklere maruz kaldığında kimyasal stabilite, yüksek fotoaktivite, geniş bant aralığı, düşük maliyet, yüksek oksitleyici etkisi, düşük maliyeti ve üretilebilirliğidir (Castellote ve ark.2011).

#### **2.4.Eriyik Çekim İle Lif Üretim Yöntemi**

Eriyik çekim, çözücü kullanımıyla ilgili bir sorunu olmayan, karalı bir polimer eriyik akışı sağlayabilen, basit ve endüstriyel olarak kullanılan bir yöntemdir (Gupta 1997). Eriyik çekim uygulayabilmek için polimer malzemenin termoplastik olması gerekir. Uygulanan ısı ile polimerik malzeme sıvı hale gelerek eriyik çekim işlemi uygulanır. Eriyik çekim dikey bir üretim yöntemidir ve işlem akışı; doğrudan ve kesikli üretim olarak ikiye ayrılır. Doğrudan üretim sisteminde polimerizasyon üniteleri ve lif çekim

ünitesi aynı sahada bulunur. Polimer üretildiği anda filtre, basınç pompası, dozaj pompası, filtre ve düze basamaklarını geçerek ara verilmeden, filament ürünü elde edilen bir yöntemdir. Kesikli üretim ise; polimerizasyon aşamasından sonra ara verilerek, cips formunda ara mamül alınabilen üretimdir. Cips formundaki polimer beslenerek üretilen iplik için örnek bir eriyik çekim hattı Şekil 2.4’de mevcuttur.



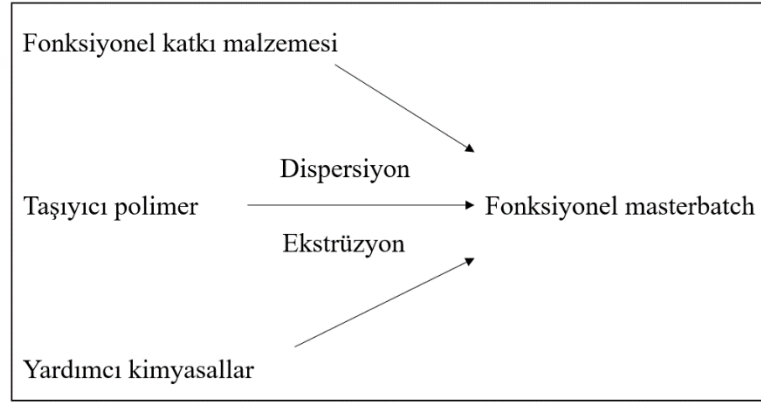
**Şekil 2.4.** Eriyik çekim sistemi (Gupta 1997)

Polimerizasyon aşamasında sonra elde edilen polimer eriyiğine, düze sistemleri yardımı ile çubuk şeklinde form verilirken su ile de katılaştırıldıktan sonra, bıçaklı silindirlerin dönüşüyle çubuklara cips formunda şekil verilir. Ara mamül olan cips; yapısında su molekülleri bulunan, katı ve tamamen amorf yapıdaki yağ granülleridir. Eriyik çekim aşamasında bu yağ cipslerin yapısında bulunan su moleküllerinin uzaklaştırılabilmesi için ekstrüder öncesi kurutma sistemi mevcuttur. Kurutma sisteminde pnömatik yolla gelen yağ cipsler, ilk önce kristalizatöre girerek; kurutma işleminde oluşabilecek topaklanmaları önleyerek bir miktar da kristallenmelerini sağlamaktadır. Daha sonra ters akış prensibine göre yukarıdan aşağıya doğru gelen cipslere, ters yönden gelen sıcak kuru hava kurutma tüpüne girerek yağ cipslerde bulunan suyu uzaklaştırılır. Suyu uzaklaştırılarak bir miktar matlaşan cipslere kuru cips denir. Kuru cipslerin bir sonraki

işlem basamağı ekstrüzyon işlemidir. Ekstrüder; sabit çaplı bir silindir içerisinde, dönen bir vida bulunan kapalı sistemdir. Cipsler besleme haznesinden ekstrüderin içine alınarak vida ile temas geçer (Rawal ve ark. 2014). Polimer malzemenin basınç ve sıcaklık altında eritilmesi, girişten çıkışa doğru taşınması ve polimerin homojen bir yapıda ilerlemesini sağlamak ekstrüderin görevleridir. Ekstrüderde eriyik haline gelen polimer düzeler gelmeden önce filtreden geçerek; oluşabilecek akış düzensizliğine bağlı filament kopuşlarını, düzede tıkanma gibi problemleri elimine eder. Filtre sisteminden geçen polimer eriyiğinin basınç ve debisini (g/dk) ayarlamak için dişli çarklara sahip dozaj pompası kullanılır (Bansal ve ark. 2016). Eriyik, filtre ve düze paketinden oluşan düze bloğuna gelir. Düze bloğu; filtrasyonun düzgün bir şekilde yapılması için belirli bir düzende yerleştirilmiş, metal kum, elek filtre ve düzenin bulunduğu silindirik bir yapıdır. Hazırlanan düze bloklarının üretim sıcaklığıyla aynı olabilmesi için fırınlara yerleştirilerek kondüsyonlama işlemine tabi tutulur. Düze; homojenize ve filtre edilmiş polimer eriyiğinin şekillendirilmesi için kullanılan, dar kanallı, farklı kesit şekillerine sahip yapıdır (Gupta 1997). Düze deliği istenilen nihai iplik özelliklerine göre; inceliği, kesit şekli ve filament sayısı ayarlanabilir. Şekil olarak düzelerden çıkan eriyik kontrollü bir biçimde soğutularak katılaştırılması sağlanmak üzere lif çekim kanallarına gelir (Jia 2010). Lif çekim kanalları oda sıcaklığında hava kullanılarak; katılaştırma, inceltme, oryantasyon ve kristalizasyon işlemlerinin gerçekleştirildiği ortamdır. Soğutularak katılaştıran filamentler bir klavuz yardımıyla birleştirilerek yağlama birimi ile temas geçer. Yağlama işlemi; filamentleri bir arada tutarak dağılmalarını önlemek, filamentlerin makine aksamaları ile temasında oluşabilecek sürtünme ve elektriklenmenin önüne geçebilmek için yapılan bir işlemdir. Filament demeti galetlerden geçirilerek, istenilen nihai iplik özelliklerine göre, ayarlanabilen hızlara sahip sarım bölümüne yönlendirilir. Sarım bölümünde; 500-1500m/dk sarım hızı düşük moleküller oryantasyona sahip LOY(Low Oriented Yarn), 1500-2500m/dk sarım hızı orta seviyede moleküller oryantasyona sahip MOY(Medium Oriented Yarn), 2500-4000m/dk sarım hızı kısmen oryantasyona sahip POY(Partially Oriented Yarn), 4000-6000m/dk sarım hızı moleküller oryante olmuş HOY(Highly Oriented Yarn) ve 4000m/dk üstündeki sarım hızına sahip ise FOY(Fully Oriented Yarn) tamamen oryante olmuş iplik üretilir (Demir 2006). Kullanım yerine göre germe çekme işlemi tamamlanan iplikler bobinlere sarılarak nihai ürün üretilmiş olur.

### 2.4.1.Parçacık Katkılı Lif Üretim Yöntemi

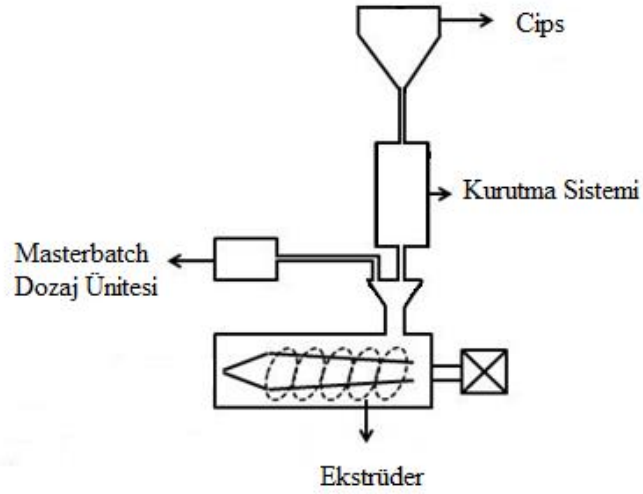
Tekstil materyallerine bitim işlemleri ve farklı kaplama teknolojileri gibi çeşitli yollar ile fonksiyonellik kazandırılabilir. Bitim ve kaplama teknikleri yüzey işlemleri olup çoğu kez yıkama dayanımları sorgulanmaktadır. Bununla birlikte, tekstil malzemeleri yüksek yüzey performans enerjisinden dolayı fonksiyonelliklerini zamanla kaybederler. Bu durumda, alternatif bir yöntem olan katkılı iplik eğirme sistemi bu konuda önemli bir yer edinmektedir. Nano-partiküller, liflerin içerisine gömülerek yüksek afinite gösterir ve sonsuz yıkama dayanımına sahiptirler. Aynı zamanda polimer içerisine dahil edilen katkı malzemelerinin boyutu azaldıkça etkisi artar. Bu durum, birim hacim başına düşen yüzey alanının artması ile açıklanabilir. Masterbatch teknolojisi ile organik ve inorganik nano-partiküllerin polimer içerisnde katkı malzemesi olarak kullanılması, polimer modifikasyon yöntemlerinden biridir. Masterbatch, temelinde taşıyıcı bir polimer malzeme, fonksiyonel katkı malzemesi ve yardımcı kimyasallardan oluşan, granül formundaki yapılara verilen isimdir. Şekil 2.5'te masterbatch yapısı mevcuttur.



Şekil 2.5. Masterbatch yapısını oluşturan bileşenler

Taşıyıcı malzeme çoğunlukla; polipropilen, polietilen, polyester, polibütlen tereftalat gibi polimerdir. Katkı malzemesi olarak; renk pigmentleri, antibakteriyel katkı malzemeleri, güç tutuşur özellikli katkıları, metal oksit malzemeler, UV koruma, organik ve inorganik birçok malzeme kullanılabilir. Taşıyıcı polimer ve katkı malzemesinin yanı sıra vaks, uyumlaştırıcı, antistatik ajanlar, dispersiyon ajanı gibi yardımcı malzemelerde masterbatchi oluşturan ana kalemler arasında yer alır. Malzemeler tek ya da çift vidalı

ekstrüder yardımıyla harmanlanarak iyi bir dispersiyon sağlanır. Hazırlanan fonksiyonel masterbatch hava veya su ile katılaştırılarak istenilen boyutlarda bıçak yardımıyla kesilerek granül formuna getirilir. Üretilen masterbatch, iplik eğirme sistemine ekstrüder aşamasında istenilen dozda beslenir. Şekil 2.6’ da masterbatch prosese dâhil edildiği bölge mevcuttur.



**Şekil 2.6.** Masterbatchin eriyik çekim sistemine dâhil edildiği bölüm

Masterbatch sürece ekstrüder boğazında, ana polimer cips ile birleşerek eklenir. Ekstrüderde ki sıcaklık, basınç ve vida dönüşü ile eriyen masterbatch ve cips harmanlanır. Eriyen masterbatch içerisindeki fonksiyonellik sağlayan nanopartiküllerin, polimer içerisine homojen dağılması sağlanır. Bu işlem; masterbatchin, polimer ve dolayısıyla ipliğin içerisine hapsedilmesini sağlar. Bu durum ipliğin görünümünde ve tuşesinde büyük değişimlere sebep olmaz. Liflerin içerisine gömülen katkı malzemesi uzun süre etkinliğini koruyarak sonsuz yıkama dayanımına sahiptir.

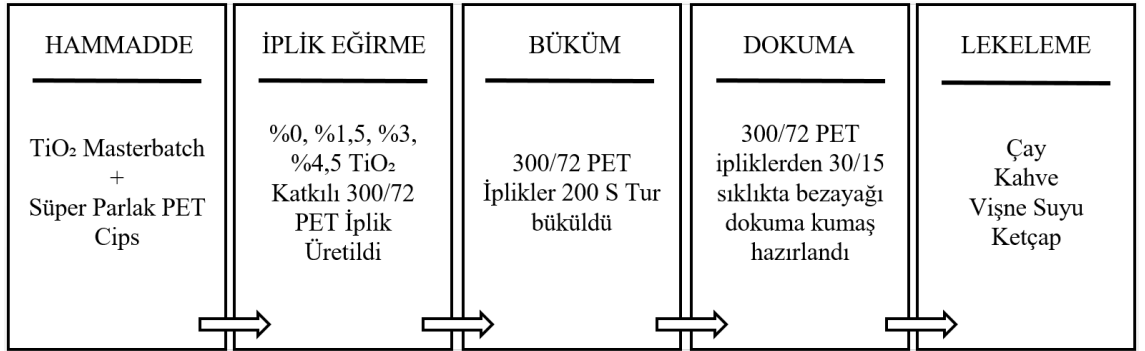
### 3.MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

Fotokatalitik etki ile kendini temizleyen kumaş üretiminde, %50 TiO<sub>2</sub> (anataz fazında) , %50 taşıyıcı polimer olan polibütilen teraftalat (PBT) ve yardımcı malzemeler (akış hızlandırıcı, vaks, dispersiyon ajanı vs.)içeren masterbatch (Renol –White ATXD 30; Lot No: NBOAAA12020) Clariant Firmasından temin edilmiştir. Süper parlak polyester chips, iplik ve kumaş üretim aşamasında kullanılan tüm sarf malzemeler - bobin, etiket, yağ v.s.- Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş. Firmasından temin edilmiştir.

#### 3.2. Yöntem

Bu çalışmada gerçekleştirilen fotokatalitik kumaş üretimine ait proses şeması Şekil 3.1’de gösterilmiştir. Belirli konsantrasyonlarda hazırlanan polimer hammaddesinden üretilmiş ipliğin; büküm, dokuma, test analiz işlemleri ve fotokatalitik etki ile kendini temizleme etkinliğinin incelenmesi üzerine çalışmalar yapılmıştır.



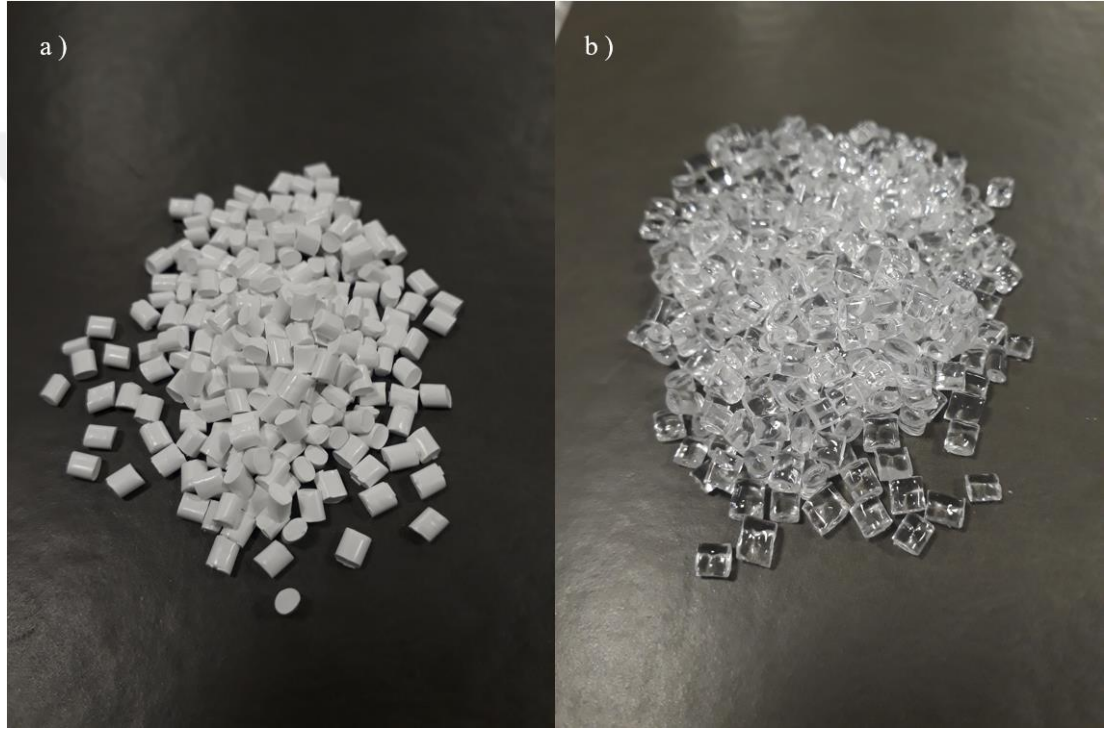
Şekil 3.1. Fotokatalitik kumaş üretim çalışmasının proses şeması



### 3.2.1. Kumaş Numunelerinin Hazırlanması

#### Hammadde Hazırlama

Korteks firmasından temin edilen süper parlak PET cips ve Clariant firmasından temin edilen %50 TiO<sub>2</sub> (anataz fazında) masterbatch ile çalışmalar yapılmıştır. TiO<sub>2</sub> masterbatch ve yaş süper parlak PET cips Şekil 3.2’de verilmiştir.



Şekil 3.2. (a) TiO<sub>2</sub> katkılı masterbatch, (b) yaş süper parlak PET cips

Bu hammaddeler farklı oranlarda homojen bir şekilde karıştırılarak reçeteler hazırlanmıştır. Reçetelerin homojen bir karışıma sahip olabilmesi için V tipi mekanik karıştırıcı kullanılmıştır. Kullanılan mekanik karıştırıcıya ait görüntü Şekil 3.3’te mevcuttur. AR Metal firmasından temin edilmiş olan V tipi mekanik karıştırıcı 20kg hacindedir. Karıştırıcının iç kısmında bulunan T şeklindeki yönlendirici kanatlar sayesinde karışımın daha homojen olması sağlanır. V Tipi mekanik karıştırıcı 360° dönerek ve herhangi bir ısıtma sistemine sahip olmadan kısa sürede homojen bir karışım sağlar.



**Şekil 3.3.** V Tipi Mekanik Karıştırıcı

10 kg'lık hazırlanan her bir reçete, mekanik karıştırıcıda 25 d/dk hızda, 10 dk işleme tabi tutularak homojen bir karışım eldesi sağlanmıştır. Hazırlanan reçeteler Çizelge 3.1'de verilmiştir.

**Çizelge 3.1.** Hazırlanan numunelerdeki masterbatch oranları

Numune	TiO <sub>2</sub> Masterbatch	Süper Parlak PET Cips
1	-	10000g
2	300g	9700g
3	600g	9400g
4	900g	9100g

Numune masterbatch oranları; %0, %3, %6 ve %9 olacak şekilde Çizelge 3.1'de belirtildiği gibi hazırlandıktan sonra, nihai iplikte TiO<sub>2</sub> konsantrasyonları sırasıyla %0, %1,5, %3, %4,5 olur. Bu durum aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

- Nihai TiO<sub>2</sub> Konsantrasyonu = (TiO<sub>2</sub>masterbatch konsantrasyonu) × (masterbatch besleme oranı)

$$\text{Örneğin; } \frac{50}{100} \times \frac{3}{100} = \frac{15}{1000}$$

## İplik Eğirme

Polimer malzemenin içerisinde kalan su molekülleri lif üretim aşamasında filament kopuşlarına ve randımanının düşmesine neden olmaktadır. TiO<sub>2</sub> masterbatch ve süper parlak PET cips önceki proseslerde su ile soğutularak katılaştırma işlemine tabi olduğu için üretim öncesinde sıcak kuru hava ile 120°C’de 3 saat (Marka: Termal, Model: A11680T) marka fırında kurutuldu. Kurutma işlemi tamamlanan karışımlar Korteks firmasında bulunan Barmag/Saurer LFW marka laboratuvar ölçekli iplik eğirme makinasına transfer edilerek elektrikli ısıtıcılar vasıtasıyla ısıtılan ekstrüdere beslenir (Şekil 3.4). Ekstrüderin 5 ısıtma bölgesinin her biri farklı sıcaklıklara ayarlanabilir olup bu çalışmada ekstrüderin tüm bölgeleri 283°C’ye ayarlanmıştır. Polimer eriyiğinin düzelerden sürekli bir şekilde akması için belirli bir basınca ve hıza sahip olması gerekir. Bu nedenle ekstrüderin içinde bulunan vidanın dönüş hızı 110 rpm, ekstrüder basıncı 110 bar olarak ayarlandı. Eriyiğin üretim kasasına geçişini sağlayan düze-pompa arası basınç 47 bar, kasa sıcaklığı ise 280°C’dir. Nihai ürün; 150 denye, 36 filament dairesel kesit olacak şekilde hazırlanan düzelerden çıktıktan sonra, sarımdan önce katlanarak 300 denye 72 filament olur. Düzelerden çıkan filamentlerin katılaştırılması için kullanılan soğutma havasının hızı 0,34 m/s, sıcaklığı ise 20°C’dir. Katılaştıran filamentler yağlama kılavuzundan geçirilir, sonra aktarım galetine sarılır. Galet 1 de herhangi bir ısıtma işlemi uygulanmaz, aktratım galetidir. Galet 2; 75°C iken Galet 3; 120°C’dir. Galet 1 ve 2 hızları 2000m/dk, Galet 3; 3000m/dk olarak ayarlanarak çekim sağlanmıştır. Belirli hızlarda galetlerden geçen iplikler bobinlere sarılmak üzere windera gelir. Winder’ın sarım hızı 3300m/dk ‘dır.



Şekil 3.4. İplik Eğirme Makinası

## Büküm İşlemi

Dokuma işlemi sırasında ipliklerin maruz kalacağı gerilmelere karşı mukavemet sağlayabilmesi için büküm işlemi yapılmaktadır. İpliğe verilen bükümün yönüne göre S (saat yönü tersi) veya Z (saat yönü) büküm ifadesi kullanılır. Büküm işlemi ipliğin; tuşe, hacim, mukavemet, esneklik gibi birçok parametresine etki eden bir faktördür. Bu çalışmada 300 denye 72 filaman PET iplikler 200 S tur bükülmüştür. Makine hızı 85.30 m/dk, basınç 4.5 bar ve iğ devri 7700 d/dk olarak ayarlanmıştır.

## Dokuma İşlemi

Boyuna yönde çözgü ve enine yönde atkı adı verilen en az iki iplik grubunun aynı düzlemde belirli kurallar içinde birbirleriyle dik kesişecek şekilde bağlantılar yapması ile bir tekstil yüzeyi oluşturma işlemine dokuma denir. Dokuma kumaşlar genel olarak stabil, çeşitli ağırlık ve yapıda olabilen, çeşitli ipliklerin kullanıldığı tekstil yüzeyleridir. En temel dokuma örgüleri; bezayağı, saten ve dimi örgüleridir. Örgü yapısı nihai kumaşta; yumuşaklık, sertlik, pürüzlülük, dikilebilme v.s gibi birçok farklı parametreyi etkilemektedir. Bu çalışmada; Zorluteks Tekstil firmasına ait, Sumagh marka, SL 7900 model numune dokuma makinesinde ipliklerin dokunma işlemi gerçekleştirilmiştir. 300/72 dairesel kesit, 200S tur bükümlü iplikler; 30/15 sıklıkta ve bezayağı kumaş konstrüksiyonuna sahip olacak şekilde dokunmuştur.

### 3.2.2. Numune Lekeleme ve Test İşlemi

#### Lekeleme İşlemi

Dört farklı  $TiO_2$  konsantrasyonuna sahip PET ipliklerle dokunmuş ham dokuma kumaşların, fotokatalitik etki ile kendini temizleme özelliğini ölçebilmek için farklı sıvılarla lekeleme işlemi uygulanmıştır. Kumaş boyutları 4,5 cm x 4,5 cm olarak ayarlanmış ve kenarlarına 4mm kalınlığında overlok çekilmiştir. Lekeleme işlemi için çay, kahve, vişne suyu, ketçap olmak üzere dört farklı materyal kullanılmıştır. Her bir leke yatay konumdaki kumaşlara, yaklaşık 60 mg olacak şekilde damlatılmıştır. Lekeli numuneler aynı ortam koşulları ve oda sıcaklığında kurutulmuştur.

## Test Prosedürü

Farklı lekeleyiciler ile lekelenmiş olan TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlar ve kontrol PET kumaşın kendi kendini temizleme etkinliği; karanlık ortamda, gün ışığında (17-27 Ağustos 2018 tarihleri arasında) ve ışık haslığı test cihazında (Marka: Q-SUN XE-2) bulunan Xenon lamba ışığında farklı sürelerde test edilmiştir. Numune, leke ve ışıklandırma işlemlerine ait tablo Çizelge 3.2’de verilmiştir. Karşılaştırma yapabilmek adına; lekeleme işleminin ardından ışık ile herhangi bir temasa geçmemesi ve referans olarak kullanılabilmesi için bir numune karanlık ortama bırakılmıştır.

**Çizelge 3.2.** Numune, leke ve ışıklandırma bilgileri

Numune Kumaşlar	Lekeler	Işıklandırma
Katkısız PET Kumaş	Çay	Gün Işığı
%1,5 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET Kumaş	Kahve	Işık Haslığı Test Cihazı
%3 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET Kumaş	Vişne Suyu	Karanlık Ortam
%4,5 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET Kumaş	Ketçap	

İkinci bir ışıklandırma işlemi olarak gün ışığı kullanılmıştır. Lekeli kumaşların dış ortamda yaklaşık 130 saat (10gün) güneş ışığına maruz kalarak kendini temizleme aktivitesi belirlenmiştir. Son ışıklandırma işlemi olarak, kumaşların lekelenenlerden sonra yapay ışığa karşı gösterdiği değişimi ölçmek için Işık Haslığı Test Cihazında bulunan kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan Işık Haslığı test cihazı Q-SUN XE-2 marka, 1800W Xenon lambaya sahiptir. Test cihazı Şekil 3.5’de verilmektedir. Test işlemi ISO 105 B02 standardı esas alınarak yapılmıştır. Değerler; numune sıcaklığı (black panel) 50°C, kabin sıcaklığı (chamber air) 44°C, bağıl nem % 40, iradyans 1.1W/m<sup>2</sup>-420 nm’dir. Işık haslığı test cihazında gerçekleştirilecek test için lekeleme işlemi tamamlanan numuneler, test kabineye yerleştirilerek; 72 saat (3 gün) ve 168 saat (7 gün) ışıklandırma işlemine tabi olmuşlardır.



**Şekil 3.5.** Işık Haslığı Test Cihazı

### 3.2.3. Karakterizasyon Testleri

#### Lif Enine ve Boyuna Kesit Görüntüsü

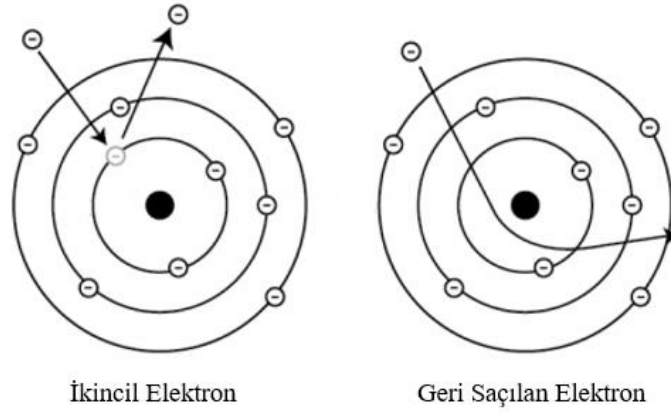
Numune ipliklerin kesitleri, tabi oldukları işlem akışı sonucunda ki değişimin ölçülebilmesi ve polyester eriyiğinin içerisinde bulunan  $TiO_2$  parçacıklarının incelenmesi için ışık mikroskobu ile kontrol edilir. Motic marka ışık mikroskobu ile kesitler incelendikten sonra, Projectina marka farklı bir mikroskopla fotoğraflar kayıt edildi. Enine kesit görüntüsü almak için aşağıdaki işlem akışları takip edilir.

- İnce bakır bir tel delikli plakanın bir deliğinden halka oluşturacak şekilde geçirilir.
- Oluşan halkanın içine bir parça zıt renkte fon iplik yerleştirilir.
- İnce telin halkasını daraltarak numune fon iplikle beraber deliğe düzgünce yerleştirilir.
- Deliğın her iki tarafındaki iplik fazlalığı jilet kullanılarak kesilir.
- Plaka mikroskoba yerleştirilerek numune incelenir.

Boyuna kesit görüntüsü almak için ise; numune yatay bir şekilde ışık kaynağının önüne yatırılarak incelenir.

## Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı elektron mikroskobu (SEM), numunenin yüzeyini sistematik olarak tarayarak görüntü elde eden bir elektron mikroskop çeşididir. SEM’de ki görüntü oluşumu elektron ışını ve numune etkileşiminden üretilen sinyallerin alınması ile yüzey yapısı ve kompozisyonu hakkında bilgi verebilecek bir sistemdir. SEM cihazında görüntü oluşturabilmek için çoğunlukla ikincil elektron(SE) sinyallerinden faydalanılırken; geri saçılan elektron (BSE), karakteristik X-ışınları, elektron demeti, Auger elektronları gibi bir dizi sinyal üretir (Zhou ve ark. 2007). Yüksek enerjili elektron demetindeki elektronlar, numune atomlarının yörüngelerinde bulunan elektronlar ile yapmış olduğu esnek olmayan çarpışma sonucunda enerjilerini transfer ederek ortaya çıkan ikincil elektron sinyalleri vasıtasıyla görüntü oluşturulur. Bir diğer elektron grubu ise geri saçılan elektronlardır (Man 2005). Elektron demeti ile malzeme atomlarının çekirdekleri arasında oluşan, esnek çarpışmadan dolayı geri yansıyan elektronlar vasıtasıyla alınan sinyallerden oluşur. İkincil elektron ve geri saçılan elektrona ait şematik gösterim Şekil 3.6’de mevcuttur.



**Şekil 3.6.** SEM analizi için ikincil elektron ve geri saçılan elektrona ait şematik gösterimi

Bu çalışmada, Tübitak Butal’de bulunan Tescan VEGA 3 marka taramalı elektron mikroskobu kullanılmıştır. Görüntüler 15.0kV’ta 1.00kx değerlerinde alınmıştır. İpliklerin SEM karakterizasyonu için, kumaşlara herhangi bir kaplama işlemi yapılmamıştır.



## Mukavemet ve Uzama Analizi

Referans (%0 TiO<sub>2</sub> katkılı PET), %1,5 TiO<sub>2</sub> katkılı PET İplik, %3 TiO<sub>2</sub> katkılı PET iplik, %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı PET iplik 300/72 numunelerinin mukavemet ve uzama deęerleri Texttechno/ Statimat Me marka cihazda yapılmıřtır. Statimat Me cihazı Őekil 3.7'de verilmiřtir. Statimat Me cihazı eř zamanda eř test hızı, sabit yük prensibiyle alıřır. Testler DIN EN ISO 2062 standardına gre yapılmıřtır. İplikler teste bařlamadan nce 24 saat iklimlendirilir. eneler arası mesafe 500 mm  $\pm$  1 mm, test hızı 20 s olacak Őekilde hazırlanır. Test bařladıęında cihaz numuneyi koparana kadar ekerken srekli kuvvet kontrol edilir. Maksimum kuvvet anındaki uzama deęeri o numuneye ait uzama deęerini verir. Her numune iin 3 lm yapılarak ortalama deęer verilmiřtir.



**Őekil 3.7.** Mukavemet ve uzama deęer tespiti iin kullanılan Statimat Me cihazı

## Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC), malzemenin termal davranışlarının tanımlanabilmesi için kullanılan bir yöntemdir. DSC analizi ile polimerin camlaşma, kristalizasyon ve erime sıcaklığı, ısı kapasitesi gibi malzemenin ilgili sıcaklık karşısındaki karakteristik değerlerini belirlemek için kullanılan hızlı ve etkili bir yöntemdir (Shadfan ve ark. 2009). Malzeme bir formdan diğerine geçiş yaparken veya kimyasal bir reaksiyona girdiğinde ekzotermik ya da endotermik bir ısı akışı gerçekleşir (Bhadshia 1995). Bu durumda DSC grafiğinde yer alan eğriler malzemeyi tanımlamaya yarar.

### Isı Akışı Diferansiyel Taramalı Kalorimetre

Kontrollü bir sıcaklık programı ile numune ve referansın sıcaklık farkının fonksiyonu olarak inceleyen termal bir yöntemdir. Isı akışı DSC yönteminde, numune ve referans tek bir ısıtıcı fırın ile doğrusal bir hızda ısıtma ve soğutma işlemi sağlayarak ölçüm gerçekleştirir. Bu çalışmada Mettler Toledo marka, ısı akışı diferansiyel taramalı kalorimetre kullanılmıştır. Kullanılan DSC cihazı Şekil 3.8’de verilmiştir. DSC testlerinde her bir numune için aynı sıcaklık aralığında çalışılmıştır. Polimer numunelerin sıcaklığı 40°C’den 340°C’ye 10°C.d<sup>-1</sup> ısıtma hızıyla test edilmiştir.



**Şekil 3.8.** Numunelerin ısıl testlerinde kullanılan DSC cihazı

## Kül Tayini ve Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometre (ED-XRF) Analizi

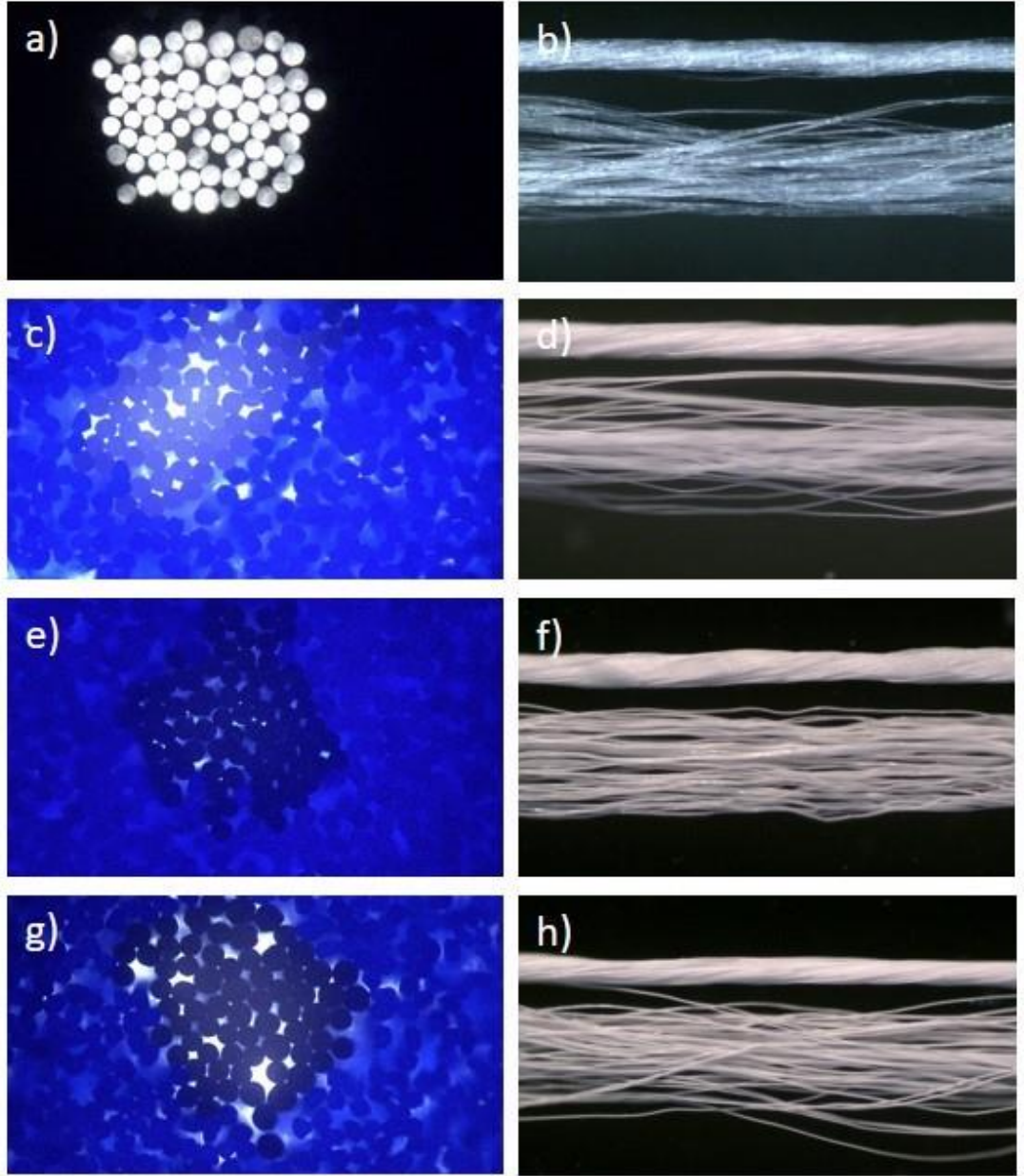
Kül testi, numunede bulunan inorganik maddelerin toplam miktarını bulabilmek için yapılır. Numune, porselen bir krozede yakılarak, organik maddelerin bozunması için 700°C’de 30 dk bekletilir. Kalan kül miktarı tartılarak aradaki ağırlık kaybından yüzde kül değeri hesaplanır. Enerji dağılımlı X-ışını floresans (ED-XRF) spektrometresi; elementel içeriği tespit edebilen, hassas, hızlı, çevreci ve farklı numune formlarında ölçüm yapabilen bir cihazdır (Yao ve ark. 2015). ED-XRF spektrometresinde malzemedeki tüm atomlar aynı anda uyarılır. Cihazın gönderdiği X ışını ile elementin yörüngesindeki elektronun çarpması sonucunda, elementin yörüngesinden kopan elektronun yerini boşluğu dolduran bir başka elektron yine X ışını yarar (Küçük ve ark. 2018). Her elementin farklı ışın enerjisi veya dalga boyunda X ışını yayması ile analiz işlemi gerçekleşir. Bu çalışmada Tübitak Butal’de bulunan Spectro marka ED-XRF cihazı kullanılmıştır. Analizler 0.1 E/keV hassasiyette gerçekleştirilmiştir.

#### 4. BULGULAR (BULGULAR ve TARTIŞMA)

Çalışmanın bu kısmında TiO<sub>2</sub> katkı malzemesi kullanılarak eriyik çekim işlemi ile üretilen liflerin karakterizasyon test sonuçları ve dokuma kumaş numunelerine uygulanan lekeleme işleminin ardından ışık etkisi altında kendini temizleme etkinlikleri incelenmiştir. TiO<sub>2</sub> katkılı numuneler ve katkisiz referans numunenin karakterizasyon ve kendini temizleme etkinliği belirlenerek, tanecik katkısının polimer malzeme üzerindeki etkisi tespit edilmeye çalışılmıştır.

##### 4.1. Lif Enine ve Boyuna Kesit Görüntü Analizi

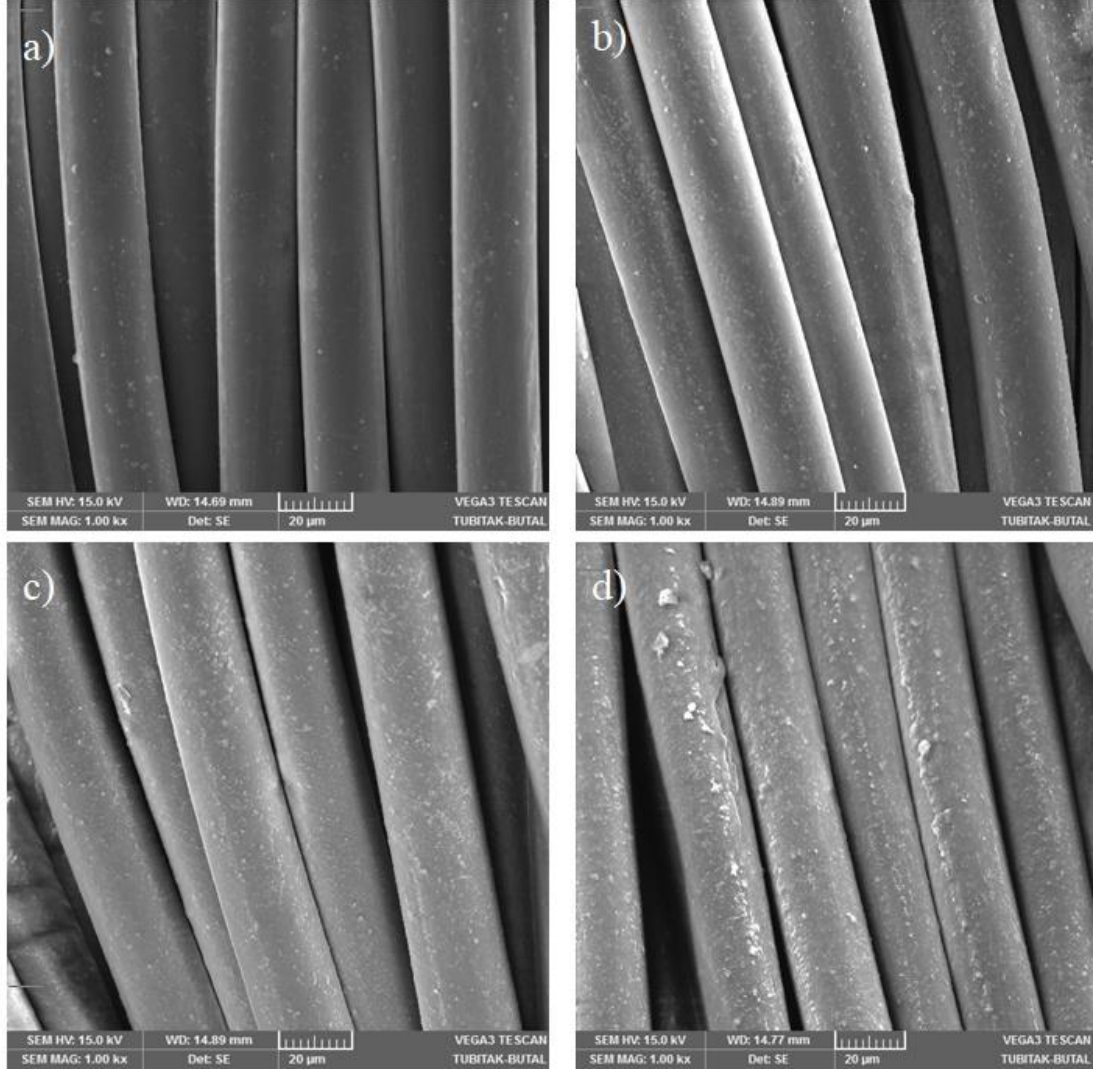
Polyester eriyiğinin içerisine beslenen TiO<sub>2</sub> parçacıklarının, liflerin enine ve boyuna kesitindeki değişimlerini belirlemek için lifler ışık mikroskobu ile incelenmiştir. Düşük büyütme oranlarında alınan katkılı PET liflerin enine ve boyuna kesit görüntüsü Şekil 4.1'de görülmektedir. Referans olarak hazırlanan katkisiz PET ipliğın enine kesiti (a) oldukça düzgün ve boyuna kesiti (b) parlak bir görüntüye sahiptir. Çalışılan en düşük katkı oranı %1,5 TiO<sub>2</sub> ile lifte oluşmaya başlayan matlaşma boyuna kesitte (d) görülmektedir. Sırası ile %3 (f) ve %4,5 (h) TiO<sub>2</sub> gibi artan katkı miktarına bağlı olarak liflerin boyuna kesitleri incelendiğinde oluşan matlığında arttığı gözlemlenmiştir. TiO<sub>2</sub> endüstride matlaştırıcı olarak kullandığı için bu sonuç olağandır. Artan matlık oranlarına karşın, liflerin enine kesit görüntülerini alabilmek için ışık miktarı arttırıldığında, karışıklık oluşturmak adına kullanılan liflerde belirginleşmiştir. Bu durum Şekil 4.1'de bulunan (c), (e), (g) resimlerinde görülmektedir. Yine (c), (e), (g) resimleri incelendiğinde katkı miktarının liflerin enine kesitinde herhangi bir bozulmaya sebep olmadığıdır. Işık mikroskobu, TiO<sub>2</sub> taneciklerini lifin yüzeyinde gösterebilecek yeterli hassasiyete sahip olmadığından herhangi bir dağılım görülmemektedir. Fakat iplikteki TiO<sub>2</sub> katkı miktarı ile matlık derecesinin attığı ve geometrik açıdan lif kesitinde bozulmalar olmadığı gözlemlenmiştir.



**Şekil 4.1.** Sırası ile %0, %1,5, %3, %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı PET ipliklerin (a), (c), (e), (g) enine optik mikroskop görüntüsü (20X), (b), (d), (f), (h) boyuna kesit optik mikroskop görüntüsü (2X)

## 4.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analiz Sonuçları

Polyestere eklenen  $TiO_2$  taneciklerinin numunelerin yüzey kesitlerindeki dağılımları taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Şekil 4.2’de katkısız, % 1,5, %3 ve %4,5  $TiO_2$  katkı malzemesi içeren PET liflerinin yüzey görüntüsü vardır.



**Şekil 4.2.** (a) Katkısız PET iplik, (b) %1,5  $TiO_2$  katkılı PET iplik, (c) %3  $TiO_2$  katkılı PET iplik, (d) %4,5  $TiO_2$  katkılı PET iplik

Katkısız olarak üretilen kontrol numunesinin SEM görüntüsü incelendiğinde,  $TiO_2$  içermeyen lif yüzeyi (a) pürüzsüz görülmektedir. Polymer içerisine farklı konsantrasyonlarda  $TiO_2$  dâhil edilerek üretilen liflerin yüzeyinde, pürüzlülük ile kendini göstermiştir. %1,5 ve %3  $TiO_2$  katkılı liflerde yüzeye yakın bir şekilde

görünmeye başlamıştır. %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı liflerde ise taneciklerin yüzeye daha fazla çıktığı hatta yer yere topraklanmaların olduğu görülmüştür. Katkı oranının artmasıyla yüzeye yakın görülen fotokataliz parçacıklar, radikal türlerin oluşturulması ve yüzeye temas eden organik moleküllerin parçalanması konusunda aktif rol oynayacaktır. Aynı zamanda oluşan bu pürüzlülüğün ve topraklanmaların yüzey alanı artırarak, fotokatalitik etkinliği artırması beklenmektedir. Bir diğer çıkarım ise; liflerin boyut (kalınlık) ve süreklilik açısından homojen bir dağılım sergilediğidir.

### 4.3. Mukavemet ve Uzama Analizi Sonuçları

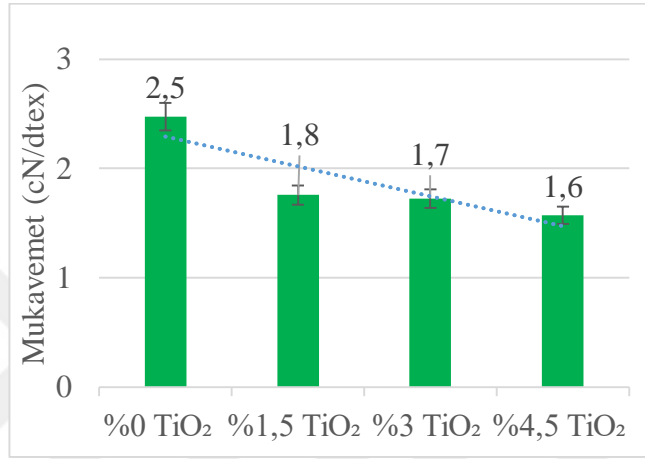
Mekanik bir test olan mukavemet ve uzama testleri, numunelerin kullanım performansı hakkında bilgi sahibi olabilmeyi sağlar. Farklı dozlarda TiO<sub>2</sub> tanecik katkılı ve katkısız PET ipliğinin mukavemet ve uzama değerlerindeki değişim çizelge 4.1’de görülmektedir.

**Çizelge 4.1.** Numune ipliklerin mekanik özellikleri

Numune	Mukavemet(cN/dtex)	Uzama(%)
%0 TiO <sub>2</sub> PET	2,45	108,22
	2,4	98,12
	2,57	93,01
Ortalama	2,5	99,8
%1,5 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET	1,69	81,48
	1,86	78,12
	1,72	97,25
Ortalama	1,8	85,6
%3 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET	1,86	101,21
	1,64	83,95
	1,67	87,4
Ortalama	1,7	90,9
%4,5 TiO <sub>2</sub> Katkılı PET	1,62	94
	1,52	88,32
	1,57	88,08
Ortalama	1,6	90,1

Analiz sonuçları incelendiğinde, katkısız PET ipliğinin mukavemet değeri 2,5 cN/dtex iken katkı miktarı sırasıyla %1,5, %3, %4,5 olan PET ipliklerin mukavemet değerleri; 1,8, 1,7, 1,6 cN/dtex olarak bulunmuştur. Katkısız ve %4,5 katkılı ipliğinin mukavemet

değeri arasında %36 oranında bir azalma görülmüştür. Bu azalma polimere dâhil edilen TiO<sub>2</sub> parçacıkların içyapının homojenliğini etkilediği, ipliğin maruz kaldığı gerilim kuvvetinin dengesiz paylaşıldığı ve molekül zincirlerinin parçacıklar üzerinden kayması olarak görülmektedir. Katkı miktarının artmasıyla mukavemet değerlerinde gerçekleşen bu düşüş beklenen bir sonuçtur. Süper parlak (katkısız), %1,5, %3 ve %4,5 katkılı PET ipliğin mukavemet değerlerine ait grafik Şekil 4.3'te verilmiştir.

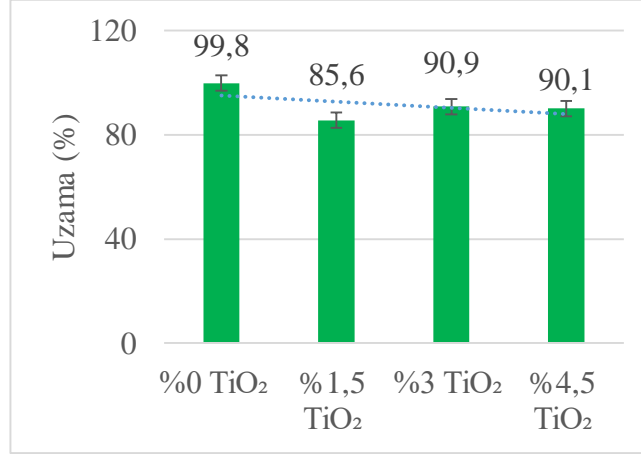


**Şekil 4.3.** Katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 katkılı PET numunelerine ait mukavemet verileri

Benzer şekilde TiO<sub>2</sub> miktarına bağlı olarak uzama değerlerinde de bir miktar düşüş gözlemlenmiştir. Katkısız PET ipliğin uzama değeri %99,8 iken katkı miktarı sırasıyla %1,5, %3, %4,5 olan PET ipliklerin uzama değerleri; % 85,6, % 90,9, % 90,1 olarak bulunmuştur. Katkısız PET iplik %99,8 uzama gösterirken, katkısı en fazla olan iplik %90,1 artış göstermiştir. Uzama değerinde %9,8 azalma görülmüştür. Polimer içerisine beslenen TiO<sub>2</sub>, yapının rijit hale gelerek uzama değerlerinde azalma oluşmasına neden olmuştur. Ayrıca TiO<sub>2</sub> yer yer polimer içerisinde topaklanarak zayıf noktaların oluşmasına ve malzemenin daha az uzayarak kopmasına neden olduğu görülmüştür. Fakat bu değerler sonraki proses aşamalarını olumsuz etkileyecek boyutlarda değildir. Değinilmesi gereken bir diğer husus ise; laboratuvar ölçekli iplik eğirme makinasında gerçekleştirilen proses sonucunda ipliklerin uzama değerleri POY ve FDY iplik arasında yer almıştır. Bu durumun nedeni ipliklerin elde edildiği makinanın seri üretim makinalarından farklı olması ve buna bağlı olarak çekim miktarının düşük olmasıdır.



Katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 katkıli PET ipliğın uzama deęerlerine ait grafik Şekil 4.4'te verilmiştir.

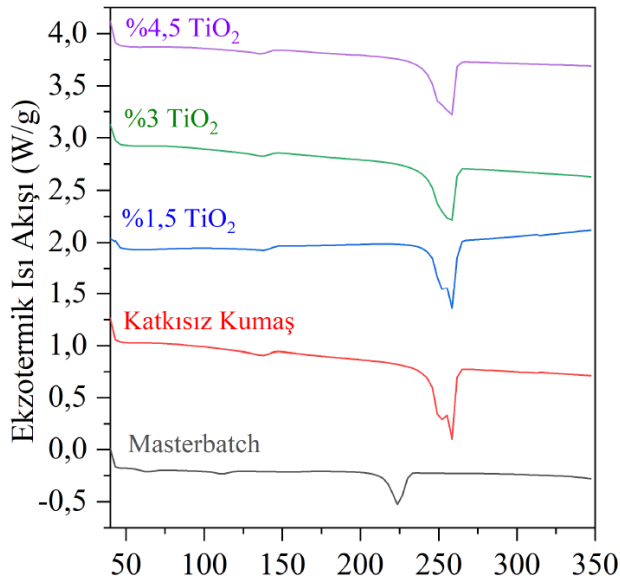


**Şekil 4.4.** Katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 katkıli PET numunelerine ait uzama verileri

#### 4.4. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) Analiz Sonuçları

Numunelerin ısıya karşı gösterdikleri davranışı ve TiO<sub>2</sub> tanecik katkısının polimerin ısıl özellikleri üzerindeki etkisini belirlemek için diferansiyel taramalı kalorimetre testi (DSC) yapılmıştır. Numunelere ait DSC grafikleri Şekil 4.5'te verilmektedir. İçeriği %50 TiO<sub>2</sub> olan PBT taşıyıcılı masterbatchin camlaşma sıcaklığı 56°C ve erime sıcaklığı 223,6°C olarak bulunmuştur. Bu veriler, literatürde var olan PBT'in ısıl davranışı ışığında değerlendirildiğinde, sonuçlar uyumlu bulunmuştur. Masterbatch ve PET cipsin farklı konsantrasyonlarda karıştırılmasıyla üretilen ipliklerin DSC sonuçları incelendiğinde; camlaşma sıcaklık verileri görülmemekle birlikte %0, %1,5, %3, %4,5 TiO<sub>2</sub> katkıli PET ipliklerin erime sıcaklıkları sırasıyla; 257,69 °C, 258,68 °C, 256,91 °C, 256,89 °C olarak bulunmuştur. Referans olarak belirlenen katkısız ipliğın erime piki incelendiğinde iki pik olduğu görülmektedir ki bu durum üretilen ipliğın farklı kristalin boyutlarına sahip olduğu gösterir. Katkı miktarı arttıkça görülen bu iki pikten, düşük sıcaklıkta olanı etkisini kaybetmiştir. Bu da yapılan TiO<sub>2</sub> parçacık katkısının kristallenme üzerinde bir miktar etkisi olduğu gösterir. %0, %1,5, %3, %4,5 TiO<sub>2</sub> katkıli PET ipliklerin DSC grafikleri incelendiğinde 136-137°C aralığında oluşan ufak pikin soğuk kristallenme olduğu düşünülmektedir. Laboratuvar ölçekli iplik eğirme

makinasında gerçekleştirilen üretimde, çekim miktarı ve lif çekim kanalının kısa oluşundan kaynaklı yetersiz oryantasyon miktarı, soğuk kristallanma pikinin görülmesine neden olmuştur. Numunelerin spesifik erime ısıları (entalpileri) kıyaslandığında katkısız ve %1,5, %3, ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı numunelerde sırası ile 48,4, 43,7, 45,4 ve 45,3 J/g olduğu görülmektedir. Değerlerin birbirinden ancak marjinal olarak farklı olması liflerin benzer miktarlarda kristallendiğini göstermektedir. Bu sonuçlar çalışılan aralıkta katkının, polimerin ısıl özelliklerinde anlamlı bir değişime sebep olmadığı göstermiştir.



**Şekil 4.5.** Katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5 TiO<sub>2</sub>, %3, %4,5 TiO<sub>2</sub> Katkılı PET ipliklere ait DSC grafikleri

#### 4.5. Kül Tayini ve Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometre (ED-XRF)

##### Analiz Sonuçları

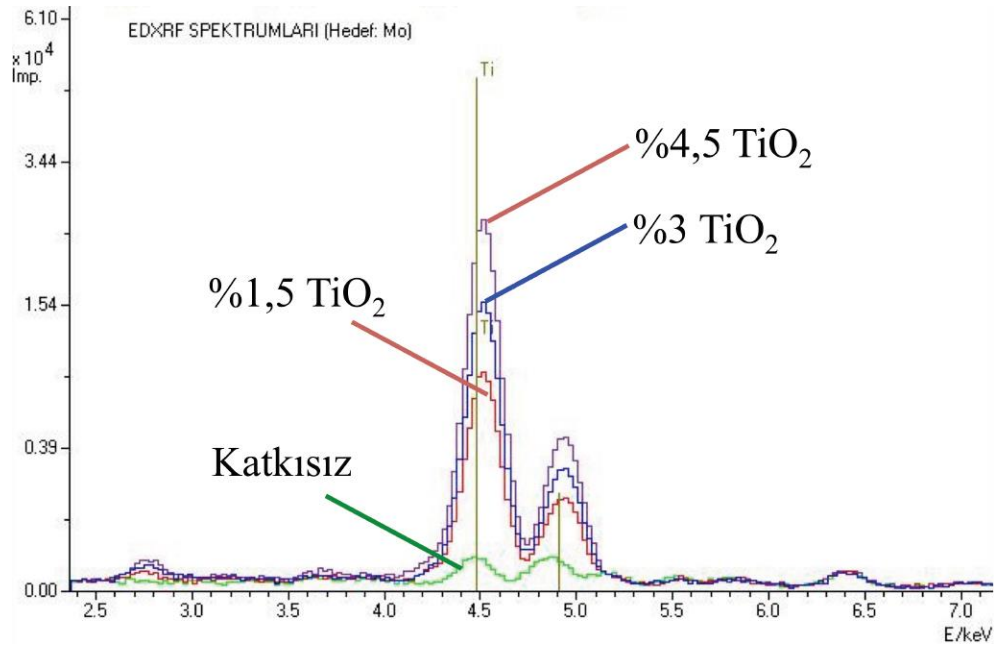
Numunelerin içeriğini doğrulamak için kül tayini ve Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans Spektrometresi (ED-XRF) analizi gerçekleştirilmiş olup kül tayini numunelerin içerisinde inorganik madde miktarını, ED-XRF ise Ti miktarını belirlemek için yapılmıştır. İçerisinde %50 oranında inorganik madde olduğu bilinen masterbatchin kül testinde %49 oranında inorganik madde bulunmuştur. Katkısız, %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub>

katkılı polyester ipliklerin ise sırasıyla; %0,18, %2,04, %3,47 ve %5,59 olarak analiz edilmiştir. Bu değerler Çizelge 4.2’te verilmektedir.

**Çizelge 4.2.** Katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı polyester ipliklerin ve masterbatchin yüzde kül miktarı

	Kül Miktarı (%)
%0 TiO <sub>2</sub>	0,18
%1,5 TiO <sub>2</sub>	2,04
%3 TiO <sub>2</sub>	3,47
%4,5 TiO <sub>2</sub>	5,59
Masterbatch	49

Polyester polimerinin içerisine eriyik çekimde gömülen TiO<sub>2</sub> katkısının varlığı doğrulamak için ED-XRF ile katkısız, %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı PET ipliklerin elementel içeriği özellikle Ti için incelenmiş ve sonuçlar Şekil 4.6’da verilmiştir. Gerçekleştirilen ED-XRF analizinde ölçüm sonuçları nitel değerlerdir.



**Şekil 4.6.** Katkısız (%0), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı PET iplik numunelerine ait ED-XRF spektrum çekimi

Yapılan spektrum çekiminde katkısız numunede Ti piki görülmemektedir. Fakat lif içerisine katkılanan TiO<sub>2</sub> miktarı ile karakteristik Ti piki görülmekte ve artan katkı miktarı ile Ti piki de büyümektedir. Bu sonuçlar doğrultusunda, kül tayini ve ED-XRF sonuçları birleştirildiğinde; lif içerisinde istenilen oranlara yakın katkılama yapıldığı gözlemlenmektedir.

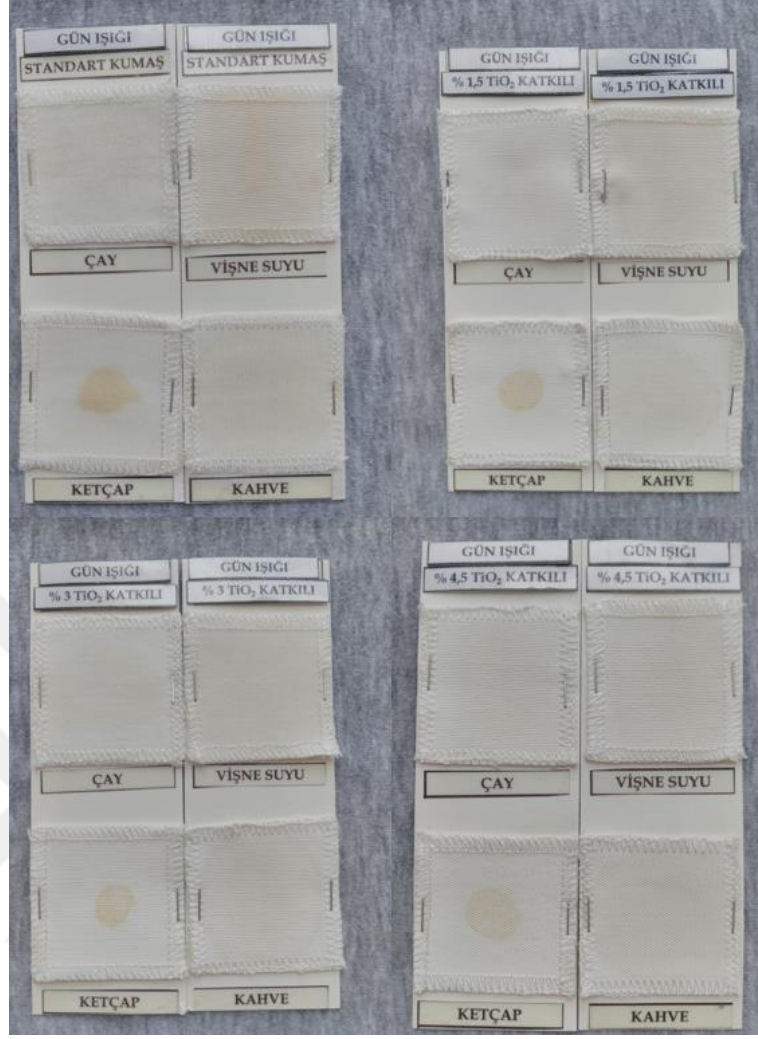
#### **4.6. Lekeli Kumaşların Kendini Temizleme Etkinliği**

Işık etkisi altında kumaşların kendi kendini temizleme etkinliğinin ölçülmesi için kumaşlar; çay, kahve, vişne suyu ve ketçap ile lekelenen ve ışıklandırma işlemine tabi tutulmuştur. Işık kaynakları olarak gün ışığı, ışık haslığı test cihazında bulunan Xenon lamba ve kontrol numunesi olabilmesi için de karanlık ortam belirlenmiştir. Lekeleme işlemi tamamlandıktan sonra karanlık ortama bırakılarak, kontrol olarak hazırlanmış, ışık ile teması kesildikten yaklaşık 180 saat sonra alınan, katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlara ait görüntüler Şekil 4.7'de mevcuttur. Lekeleme işlemi yapıldıktan sonra kontrol numunesi olabilmesi için ışıksız-karanlık ortama bırakılan kumaşlardan katkısız kumaş üzerindeki lekeler bekleme süresi sonunda belirgin bir şekilde görülmekte iken, katkılama ile özellikle %4,5 katkı oranında, karanlık ortamda dahi bir miktar solma gözlemlenmiştir. Çay ve vişne suyu lekeleri diğer lekeleyicilere göre daha hızlı bir solma göstermesi onların nispeten daha zayıf olduklarını gösterir. Burada dikkat edilmesi gereken bir başka husus ise; katkı oranı arttıkça lekeleme esnasında kumaşların daha zor lekelenmesi buna bağlı olarak güçlü bir leke oluşmamasıdır. Bu nedenle %4,5 katkılı kumaşlarda daha lekelerin daha az görünür olması bu duruma bağlanabilir.



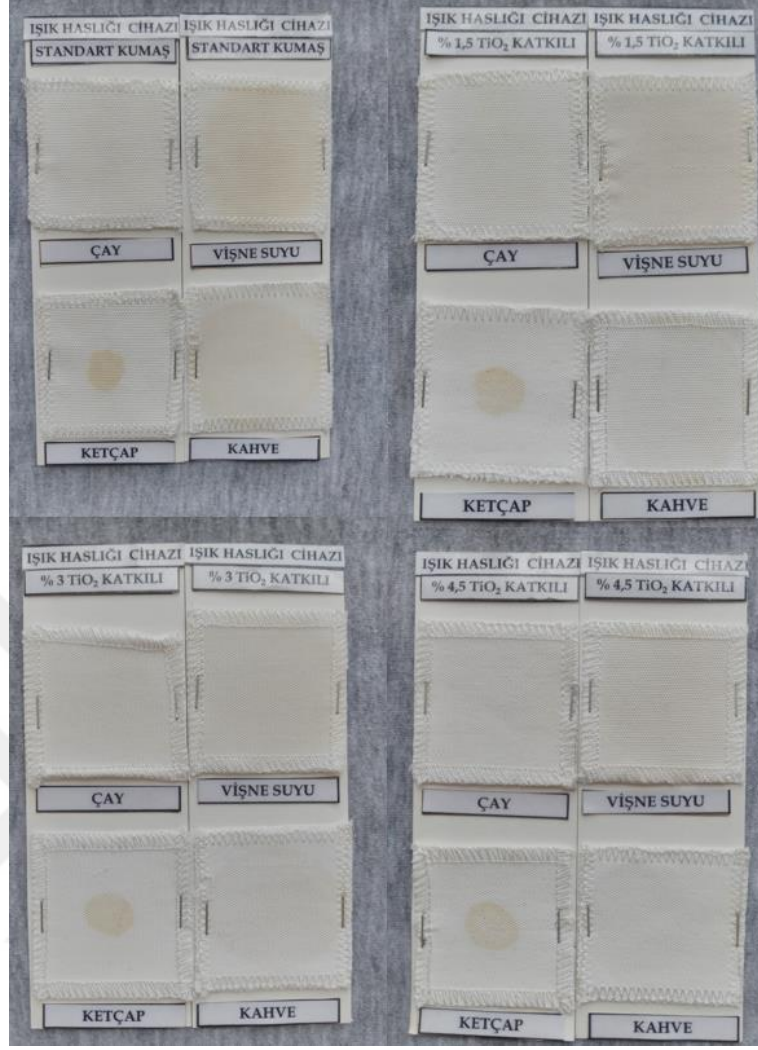
**Şekil 4.7.** Karanlık ortamda bulunan katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlar

Güneş ışığının lekelerin üzerindeki fotokatalitik temizleme etkinliğini test edebilmek için numuneler 10 gün yaklaşık olarak 130 saat gün ışığına maruz bırakılmıştır. Gün ışığına bırakılan katkısız kumaş numunesi, karanlık ortamdaki numuneler ile kıyaslandığında lekelerde solma görülmüştür. Bu durum göz önüne alınarak diğer katkı oranlarındaki kumaşlar incelendiğinde, katkı oranına bağlı olarak solmanın arttığı görülmektedir. Fakat yoğun bir leke olan ketçabın hazırlanan tüm numuneler içerisinde en az solma gösteren leke olduğu gözlemlenmiştir. Gün ışığında 10 gün (130 saat) bekletilen katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşların görüntüleri Şekil 4.8’de mevcuttur.



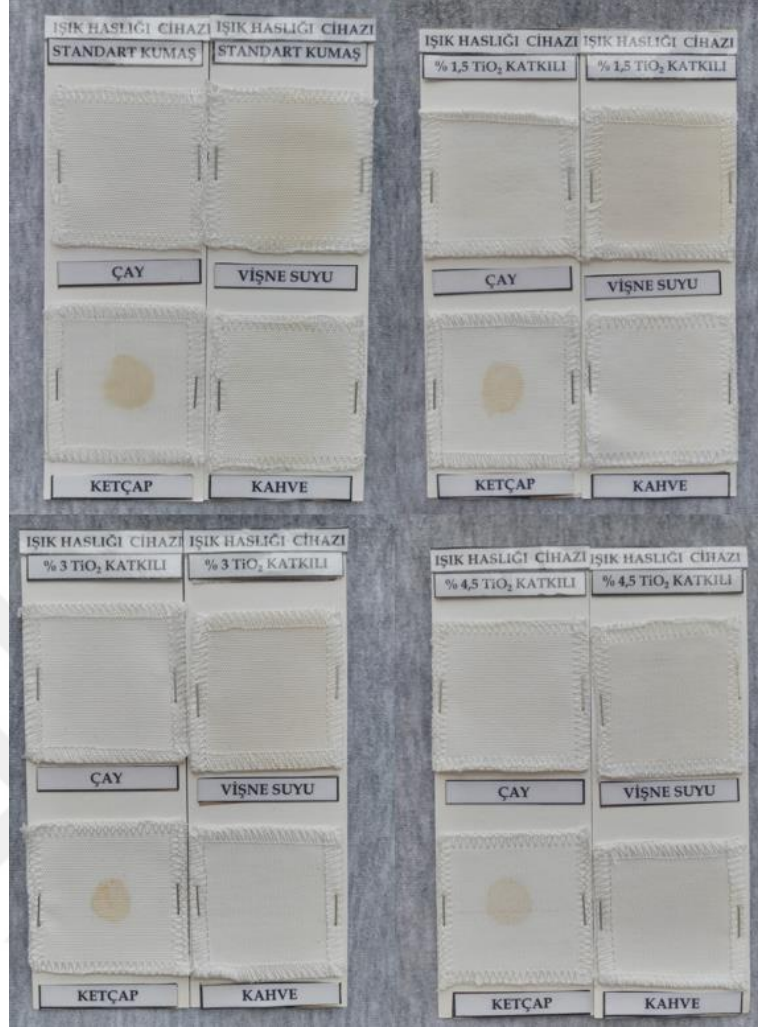
**Şekil 4.8.** Gün ışığında 10 gün (130 saat) bekletilen katkısız (standart), % 1,5, % 3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlar

Gün ışığı testinde, gün boyu ışığın yoğunluğu ve yüzeye geliş açısı değiştiği için daha kontrollü bir ortamda lekelerin giderimini gözlemleyebilmek adına ışık haslığı test cihazında gün ışığını simüle etmek için kullanılan Xenon lamba ile 72 saat (3 gün) ve 168 saat (7 gün) gibi farklı iki sürede değerlendirme yapılmıştır. 3 gün (72 saat) Xenon lamba altında bekletilen katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), % 1,5, % 3 ve % 4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşların görüntüleri Şekil 4.9'da mevcuttur. Burada ilk göze çarpan durum, 130 saat gün ışığında bekletilmiş numuneler ile 72 saat Xenon lamba altında bekletilmiş kumaşlarda benzer solma olduğudur. Yine çay, kahve ve vişne suyu yoğun bir leke olan ketçaba göre iyi iyi derecede solma göstermiştir



**Şekil 4.9.** Işık haslığı test cihazında 3 gün (72 saat) bekletilen katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5, %3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlar

Numuneler Xenon lamba altında 168 saate kadar tutulmaya devam edince, katkısız kumaş numunedeki lekelerin halen var olduğu, fakat TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşlarda katkı oranında bağlı olarak lekelerin büyük ölçüde temizlendiği görülmektedir. Yine ketçap lekesi her ne kadar katkı miktarı ve ışıklandırma süresi artsa da yeteri kadar temizlenme görülmemiştir. Xenon lamba altında 7 gün (168 saat) bekletilen katkısız (%0 TiO<sub>2</sub>), %1,5,%3 ve %4,5 TiO<sub>2</sub> katkılı kumaşların görüntüleri Şekil 4.10'de mevcuttur.



**Şekil 4.10.** Işık haslığı test cihazında 7 gün (168 saat) bekletilen katkısız (standart), % 1,5,%3 ve %4,5 TiO katkılı kumaşlar

Tüm numuneler değerlendirildiğinde ise; çay ve kahve lekelerinin düşük katkı oranında dahi temizlendiği, vişne lekesinin yüksek katkı oranlarında temizlendiği, ketçabın ise yoğun bir leke oluşundan kaynaklanan, katkı oranı ve ışıklandırma süresinin artışında dahi yeterli temizlenme görülmediği sonucuna varılmıştır.



## 5. SONUÇ

Bu tez çalışmasında  $TiO_2$  parçacık katkılı eriyik çekim yöntemi ile iplik eğirme sistemi, kumaş oluşumu ve fotokatalitik etki ile kendi kendini temizleme etkinliği incelenmiştir. Katalizör olarak kullanılan anataz fazında  $TiO_2$ 'nin görünür ışıkta aktif hale gelerek kendi kendini temizleme özelliği gösterdiği bilinmektedir. Kullanılan katalizörün kimyasal özellikleri, parçacık büyüklüğü, randıman kayıplarının önlenmesi, üretim parametrelerinin tasarımı ve geliştirilmesi eriyik çekim yöntemi ile katkılı lif üretiminde önemli hususlar olmakla birlikte iplik üretimi gerçekleştirilmiştir. Nihai iplikte hedeflenen katkı oranlarına ulaşip ulaşamadığımızı görmek için kül tayini ve ED-XRF testi yapıldı. Kül tayini ile temin edilen hammaddelerin içeriğindeki organik madde yüzdesi ve ED-XRF testi ile Ti miktarı nitel olarak belirlenerek içerik doğrulanmıştır.  $TiO_2$ , ticarileşmiş bir mat iplik üretim malzemesi olduğundan, iplikler doz oranına bağlı olarak matlık kazanmışlardır. İpliklerin enine kesitleri incelendiğinde;  $TiO_2$  katkısının ipliklerin kesitini bozacak bir olumsuzluğa neden olmadığı görülmüştür. Aynı zamanda polimer malzemeye katılan bu metal oksit parçacıklar, ipliklerin bir miktar sertleşmesine, lakin son kullanım performansını etkileyecek anlamlı bir değişikliğe neden olmamıştır. SEM analizlerinde  $TiO_2$  parçacıklarının ipliklerin yüzeyinde pürüzlülüğe neden olduğunu görülmüştür. Üretilen bu  $TiO_2$  katkılı PET iplikler ile oluşturulan dokuma kumaşlar da sorunsuz dokunmuştur. Hazırlanan numuneler çay, kahve, ketçap ve vişne suyu ile lekelenerek gün ışığı ve UV ışık altında, test edilmiştir. 130 saat gün ışığı, 72 ve 168 saat ışık haslığı test cihazında bulunan Xenon lamba altında olmak üzere, ışığa tabi tutulan lekeli kumaşlar kendi kendini temizleme özelliği göstermiştir. % 4,5  $TiO_2$  katkılı kumaşta lekeler kaybolurken, % 1,5  $TiO_2$  katkılı kumaşta lekeler az da olsa görünmektedir. Bu durum kendi kendini temizleme etkinliğinin  $TiO_2$ 'nin doz oranına bağlı olarak orantılı bir şekilde arttığını göstermiştir. Aynı zamanda en yüksek katkı miktarı olan % 4,5  $TiO_2$  içeren kumaş, aynı miktarda lekeleyici ile muamele rağmen, diğer kumaşlara göre daha az leke almıştır. Kumaştaki  $TiO_2$  oranı arttıkça leke alma gücünde azaldığı sonucuna varılmıştır. Bu çalışma,  $TiO_2$  gibi inorganik bir maddenin eriyik çekim aşamasında üretime dâhil edilerek, iplik çekiminde PET matris ile birleştirilmesi doğrultusunda fonksiyonel bir ürün elde edilebileceğini göstermiştir.

Sonular ve yapılan arařtırmalar; srdrlebilir alıřmalara katkı saėlaması ve geliřtirilebilir olması, yenilenebilir bir kaynak olan gneř ıřığı enerjisinin deėerlendirilmesi gibi birok avantajları ile TiO<sub>2</sub>'nin gelecek vaat eden bir yarı iletken fotokatalist olduėu bir kez daha ortaya ıkmıřtır. Bunlarla birlikte, test standardı zerine alıřmaların yapılması, geniř dalga boyu aralıėında ıřık absorblayabilecek nanomalzemelerin geliřtirilmesi ve ticarileřmesi konularının deėerlendirilmesine ihtiya vardır.



## KAYNAKLAR

- Ahmed, L., Zhang, B., Hatanaka, L.C., Mannan, M.S. 2018.** Application of polymer nanocomposites in the flame retardancy study. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*, 55(2018): 381–391.
- Bansal, S., Raichurkar, P. 2016.** Review on the Manufacturing Processes of Polyester PET and Nylon-6 Filament Yarn. *International Journal on Textile Engineering and Processes*, 2(3): 2395–3578.
- Bhadeshia, H. 1995.** Differential scanning calorimetry. *Fishery Products: Quality, safety and authenticit*, 40:173-213.
- Büyükakilli, K. 2016.** Nano Teknoloji Kullanılarak Kendi Kendini Temizleyen Kumaş Üretilmesi. I. Uluslararası Mühendislik Teknolojileri ve Uygulamalı Bilimler Konferansı, 21-22 Nisan 2016, Afyonkarahisar.
- Broasca, G., Borcia, G., Dumitrascu, N., Vranceanu, N. 2013.** Characterization of ZnO coated polyester fabrics for UV protection. *Applied Surface Science*, 279: 272-278.
- Castellote, M., Bengtsson, N. 2011.** Principles of TiO<sub>2</sub> Photocatalysis. *Applications of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Materials*. <https://doi.org/10.1007/978-94-007-1297-3>
- Daoud, W.A. 2013.** Self-Cleaning Materials and Surfaces. School of Energy and Environment, City University of Hong Kong, Hong Kong, 349 pp.
- Demir, A. 2006.** Sentetik Filament İplik Üretimi ve Tekstüre Teknolojisi. İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 455.
- Fujishima, A., Rao, T.N., Tryk, D.A. 2000.** Titanium dioxide photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 1(1): 1–21. [https://doi.org/10.1016/S1389-5567\(00\)00002-2](https://doi.org/10.1016/S1389-5567(00)00002-2)
- Galkina, O. L., Vinogradov, V.V., Vinogradov, A.V., Agafonov, A.V. 2012.** Development of the low-temperature sol-gel synthesis of TiO<sub>2</sub> to provide self-cleaning effect on the textile materials. *Nanotechnologies in Russia*, 7(11–12): 604–614.
- Gupta, V. B. 1997.** Melt-spinning processes: Manufactured Fibre Technology, Editörler: Gupta, V.B., Kothari, V.K. London, pp:67–97.
- Hanaor, D. A. H., Sorrell, C. C. 2011.** Review of the anatase to rutile phase transformation. *Journal of Materials Science*, 46(4):, 855–874.
- Hashimoto, K., Irie, H., Fujisima, A. 2005.** TiO<sub>2</sub> photocatalysis: A historical overview and future prospects. *Japanese Journal of Applied Physics, Part 1: Regular Papers and Short Notes and Review Papers*, 44(12): 8269–8285.
- Ibrahim, N.A., Refaie, R., Ahmed, A.F. 2010.** Novel Approach for Attaining Cotton Fabric with Multi-Functional Properties. *Journal Of Industrial Textiles*, 40(1):65-83
- Jia, J. 2010.** Melt Spinning of Continuous Filaments By Cold Air Attenuation. *Ph. D. Thesis*, School of Materials Science and Engineering, Georgia Institute of Technology.
- Karimi, L., Mijalili, M., Yazdanshenas, M.E., Nazari, A. 2010.** Effect of nano TiO<sub>2</sub> on self-cleaning property of cross-linking cotton fabric with succinic acid under UV irradiation. *Photochemistry and Photobiology*, 86(5): 1030–1037.
- Küçük, İ., Kaykılarlı, C. 2018.** X – Işını Floresans Spektroskopisi (Xrf) Deney Föyü. Bursa Teknik Üniversitesi, Doğa Bilimleri, Mimarlık ve Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği, Bursa, 11s.

- Li, Z., Dong, Y., Li, B., Wang, P., Chen, Z., Bian, L. 2018.** Creation of self-cleaning polyester fabric with TiO<sub>2</sub> nanoparticles via a simple exhaustion process: Conditions optimization and stain decomposition pathway. *Materials and Design*, 140: 366–375. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.12.014>
- Man, Y. K. 2005.** Instrumental Methods of Analysis and Laboratory Secondary Ion Mass Spectrometry. Department of Physics and Materials Science, City University of Hong Kong. [http://www6.cityu.edu.hk/appkchu/AP5301/AP5301\\_lecture8\\_SIMS.pdf](http://www6.cityu.edu.hk/appkchu/AP5301/AP5301_lecture8_SIMS.pdf)
- Menczel, J.D., Judovits, L., Prime, R.B., Bair, H.E., Reading, M., Swier, S. 2009.** Differential Scanning Calorimetry(DSC). *Thermal Analysis of Polymers: Fundamentals and Applications*, Ed.: Shadfan, B., Barron, A. R
- Ola, O., Maroto-Valer, M. M. 2015.** Review of material design and reactor engineering on TiO<sub>2</sub> photocatalysis for CO<sub>2</sub> reduction. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 24: 16–42.
- Pelaez, M., Nolan, N.T., Pillai, S.C., Seery, M.K., Falaras, P., Kontos, A.G., Dunlop, P.S.M., Hamilton, J.W.J., Byrne, J.A., O'Shea, K., Entezari, M.H., Dionysiou, D.D. 2012.** A review on the visible light active titanium dioxide photocatalysts for environmental applications. *Applied Catalysis B: Environmental*, 125: 331–349.
- Qi, K., Xin, J.H., Daoud, W.A. 2007.** Functionalizing polyester fiber with a self-cleaning property using anatase TiO<sub>2</sub> and low-temperature plasma treatment. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 4(6): 554–563.
- Radetić, M. 2013.** Functionalization of textile materials with TiO<sub>2</sub> nanoparticles. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 16:, 62–76.
- Rawal, A., Mukhopadhyay, S. 2014.** Melt spinning of synthetic polymeric filaments, *Woodhead Publishing Limited*. <https://doi.org/10.1533/9780857099174.2.75>
- Shaban, M., Mohamed, F., Abdallah, S. 2018.** Production and Characterization of Superhydrophobic and Antibacterial Coated Fabrics Utilizing ZnO Nanocatalyst. *Scientific Reports*, 8: 1–15. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-22324-7>
- Süpüren, G., Çay, A., Kanat, Z.E., Tarakçioğlu, I. 2006.** Antimikrobiyal lifler. *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2: 80–89.
- Şam, E.D. Ş., Ürgen, M., Tepehan, F.Z. 2007.** TiO<sub>2</sub> Fotokatalist. *İTÜ Dergisi*, 6(5-6):81–92.
- Temirel, A., Palamutçu, S. 2011.** Fonksiyonel Tekstiller III: Tekstil yüzeylerinde Fotokatalitik Etki ile Kendi Kendini Temizleme. *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi* 5(2): 35-50
- Uğur, Ş.S., Saruşık, M., Kandaş, A.H., 2010.** The fabrication of nanocomposite thin films with TiO<sub>2</sub> nanoparticles by the layer-by-layer deposition method for multifunctional cotton fabrics. *Nanotechnology*, 21:8 pp
- Upasani, P.S., Sreekumar, T.V., Jain, A.K. 2016.** Polyester fabric with inherent antibacterial, hydrophilic and UV protection properties. *The Journal of The Textile Institute*, 107(9): 1–9. <https://doi.org/10.1080/00405000.2015.1097082>
- Visakh, P.M., Arao, Y. 2015.** Flame Retardants: Polymer Blends, Composites and Nanocomposites. Springer International Publishing Switzerland, 314.
- Wang, R., Wang, X., Xin, J.H. 2010.** Advanced visible-light-driven self-cleaning cotton by Au/TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> photocatalysts. *ACS Applied Materials and Interfaces*, 2(1):82–85. <https://doi.org/10.1021/am900588s>

**Xu, Y., Wen, W., Wu, J., 2018.** Titania nanowires functionalized polyester fabrics with enhanced photocatalytic and antibacterial performances. *Journal of Hazardous Materials*, 343:285-297

**Yao, M., Wang, D., Zhao, M. 2015.** Element Analysis Based on Energy-Dispersive X Ray Fluorescence. *Advances in Materials Science and Engineering*,  
<https://doi.org/10.1155/2015/290593>

**Yuranova, T., Mosteo, R., Bandara, J., Laub, D., Kiwi, J. 2006.** Self-cleaning cotton textiles surfaces modified by photoactive SiO<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> coating. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 244(1–2): 160–167.

**Zhou, W., Apkarian, R.P., Wang, Z.L., Joy, D. 2007.** Fundamentals of scanning electron microscopy (SEM). *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*, 1–40. [https://doi.org/10.1007/978-0-387-39620-0\\_1](https://doi.org/10.1007/978-0-387-39620-0_1)

<https://staff.aist.go.jp/nomura-k/english/itscgallery-e.htm>



## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Zeynep BATUR  
Doğum Yeri ve Tarihi : Bahçelievler/23.07.1994  
Yabancı Dil : İngilizce

Eğitim Durumu  
Lise : Füsun Yönder Lisesi  
Lisans : Uludağ Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü  
Yüksek Lisans : Uludağ Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği

Çalıştığı Kurum/Kurumlar : Korteks Mensucat Sanayi ve Ticaret A.Ş.

İletişim (e-posta) : tekstil.zeynepbatur@gmail.com

Bildirileri : **Batur, Z., Akyıldız, H. A. 2019.** Eriyikten Çekim TiO<sub>2</sub> Katkılı Polyester İpliklerin Kendi Kendini Temizleme Aktivitesinin İncelenmesi. V. Uluslararası Lif ve Polimer Araştırmaları Sempozyumu, 3 Mayıs 2019, İTÜ Gümüşsuyu Kampüsü, İstanbul.

Yayımları :