

- [19] Zuckerman J L, Pushaw R J, Perry B T, Wyner D M, Fabric coating composition containing energy absorbing phase change material, 2001 *US Patent* 6,207,738 B1
- [20] Cho J-S, Kwon A, Cho C-G, Microencapsulation of octadecane as a phase-change material by interfacial polymerization in an emulsion system, 2002 *Colloid Polym Sci* **280** 260-266
- [21] Kim J and Cho G, Thermal Storage/Release, Durability, and Temperature Sensing Properties of Thermostatic Fabrics Treated with Octadecane-Containing Microcapsules, 2002 *Textile Res. J.* **72**(12) 1093-1098
- [22] Zuckerman J L, Pushaw R J, Perry B T, Wyner D M, Fabric coating containing energy absorbing phase change material and method of manufacturing same, 2003 *US Patent* 6,514,362 B1
- [23] Lee W-M, Microcapsule containing phase change material and article having same, 2004 *US Patent* 2004/0076826 A1
- [24] Zhang X X, Fan Y F, Tao X M, Yick K L, Fabrication and properties of microcapsules and nanocapsules containing n-octadecane, 2004 *Materials Chemistry and Physics* **88** 300-307
- [25] Zhang X X, Tao X-m, Yick K-l, Wang X-c, Structure and thermal stability of microencapsulated phase-change materials, 2004 *Colloid Polym Sci* **282** 330-336

Corresponding author:

Mazyar Ahrari

Science and Research Branch, Islamic Azad University, Engineering Faculty, Department of Textile Engineering

ahrari.mazyar@srbiau.ac.ir

Options indication

1. Oral

2. Teknik/Akilli Tesktiller

Mikrokapsül Teknolojisi İle Termal Denge Kurulmasına Yardımcı Halı Üretimi

Cem Güneşoğlu¹, Mehmet Topalbekiroğlu¹, Sennur Alay², Orhan Dal², Tayfun Cevher²

¹ Gaziantep Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Gaziantep

² Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta

³ Kartal Halı Tekstil San.Tic.A.Ş. Ar-Ge Merkezi, 4. Organize Sanayi Bölgesi, Gaziantep

E-mail: gunesoglu@gantep.edu.tr

ÖZET

Bu çalışmada, giyim, inşaat, ambalaj, gıda, tarım, elektronik gibi pek çok sektörde termal dengenin sağlanması amacıyla kullanılan çeşitli faz değiştiren malzemeler (PCM) kompleks koaservasyon yöntemiyle kapsüllenmiş; DSC analizleri sonucunda en yüksek entalpi değerlerinin görüldüğü ve oda sıcaklığında termal aktivite gösteren örnekler %100 yün ipliklere numune haşıl teknesi ve bobin boyama makinesinde çekirme yöntemiyle aktarılmıştır. Aplikasyon yapılmış ipliklerden tuft halı örnekleri hazırlanmış ve halı örneklerinin ısıtılan bir ortamdaki yüzey sıcaklık değişimleri termal kamera ölçümleri ile not edilmiştir. Ölçüm sonuçları, PCM içeren halı örneklerinin PCM içermeyen özdeş numuneye göre daha yavaş ısınma özelliği sergilediğini, sıcaklık değeri oda sıcaklığının üzerine çıktığında 5⁰ C'nin üzerinde sıcaklık farkının görüldüğünü göstermiştir. Bu sonuç da, PCM aplikasyonu ile zemin kaplamalarının yüzey sıcaklıklarının kontrol edilebileceğini, zemin kaplamaların ortam sıcaklık değişimine verdiği tepkinin değiştirilebileceğini ortaya koymaktadır. Bu durumda, yeterli miktarda PCM içeren bir zemin kaplamanın kapalı ortamın termal karakterine etki etmesi mümkün olacaktır.

GİRİŞ

EN ISO 7730 ve ASHRAE 55 standartlarına göre termal ortamı belirleyen çevresel parametreler hava sıcaklığı, bağıl nem, hava hızı ve kişisel parametreler (aktivite düzeyi, giysilerin termal yalıtım düzeyi) olarak tanımlanmıştır. Söz konusu standartlara göre, bağıl nem değeri %50 ve hava hızı 0,1 m/s'nin altında olduğu durumlarda, zemin sıcaklığı 23 °C - 25 °C arasında ve zeminden 1,1 metre ile 0,1 metre yükseklikler arası dikey sıcaklık farkı 3 °C' nin altında olduğunda kapalı ortamda memnun olmayanların (konforsuzluk algısı duyanların) tahmini yüzdeleri (PPD) en düşük değerlere (PPD < %6) inmektedir. PPD değeri için (< %10) hedeflenirse zemin sıcaklık aralığının 20 °C- 28 °C olması gerekir. Bu bilgiler, zemin kaplamaların termal ortamın belirlenmesinde önemli bir etken olduğunu, ortam sıcaklığındaki değişimlere tepki göstererek zemin sıcaklığını ve dikey sıcaklık farkını standartlarda tanımlanan değerlerde tutabilen yüzeylerin kişisel konfor ve yüksek memnuniyet yüzdesinin sağlanmasında kullanılabileceği fikrini doğurmaktadır.

Giyim, inşaat, ambalaj, gıda, tarım, elektronik gibi pek çok sektörde termal dengenin sağlanması amacıyla faz değiştiren malzemelerin (PCM) kullanıldığı görülmektedir. PCM'ler, katı katı veya katı sıvı arasındaki faz geçişleri sayesinde bulundukları ortamın sıcaklığı belirli bir aralıkta yükseldiğinde yüksek oranda gizli ısı absorblayarak / depolayarak, sıcaklık düştüğündeyse bu enerjiyi açığa çıkartarak ortamdaki termal dengenin korunmasına yardımcı olan bileşiklerdir. Yüksek füzyon ısısı, izotermal şartlarda ve düşük hacimde enerji depolama özelliklerine sahip PCM'lerin absorbe ettikleri gizli ısı miktarı termal enerji depolama kapasitesiyle orantılı olarak değişir.

Endüstriyel uygulamalar için, bilinen 500'den fazla PCM arasında parafin vakslar (alkil hidrokarbonlar), polietilenglikoller, hidratlanmış inorganik tuzlar, yağ asitleri ve polihidrik alkoller yüksek gizli ısı kapasitesi (yüksek termal enerji depolayabilme), faz geçişi esnasında düşük hacim değişimi, tekrarlanabilir faz değişimi, yüksek termal ve kimyasal stabilite, yüksek yoğunlukla aktarılabilme, düşük maliyet ve düşük toksisite özellikleri nedeniyle öne çıkmaktadır [1-4].

PCM'lerin aktivite aralığı -50°C - 190°C arasında değişmekle birlikte, binalarda termal konforun sağlanmasına yönelik uygulamalar için 18°C - 65°C aralığında faz değişimi gösteren PCM'ler uygunken tekstil yüzeylerinde kullanılacak PCM'ler için erime sıcaklığı 15°C - 35°C olanlar tercih edilmektedir [1,4].

Başta giysilik olmak üzere termal konforun gözetildiği tekstil yüzeylerinde (spor giysilik, ev tekstili, tıbbi tekstil, koruyucu tekstil) PCM'lerin kullanımı fikri, 1970'lerin sonunda astronotların atmosferdeki ekstrem şartlarda termal şoka girmelerinin önlenmesi düşüncesiyle uzay kıyafetlerinde PCM kullanımıyla başlamıştır. PCM'lerin tekstil yüzeylerine aktarılmasında lif eriyiğine ekleme, emdirme, çektirme, spreyleme, kaplama, köpükle aplikasyon gibi farklı yöntemler kullanılırken bilhassa parafin PCM'lerin düşük erime sıcaklıklarından dolayı koruyucu kılıf içinde yani mikrokapsül formunda aktarılması yaygın kullanılan bir metottur.

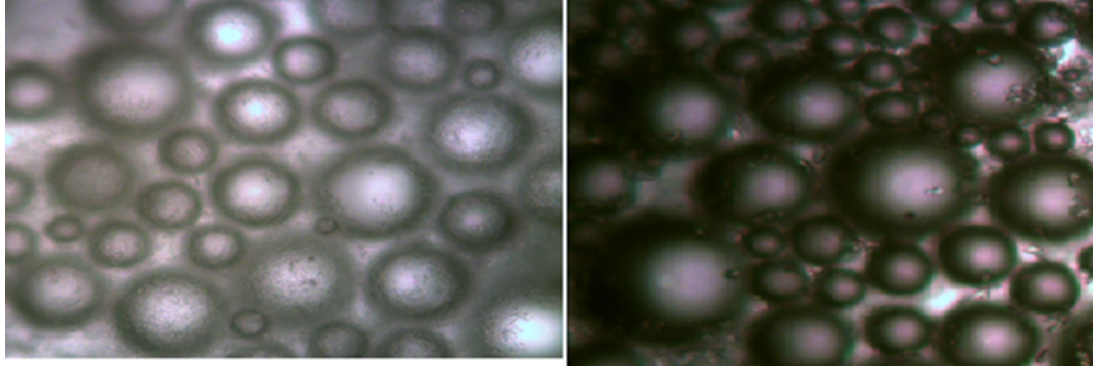
Tekstil yüzeylerine PCM eklenmesi sonucu gramaj artışı, mukavemet ve uzama değerlerinde gerileme gibi fiziksel değişimler gözlenebilir, bu nedenle PCM'lerin ve PCM aktarılan tekstil yüzeylerinin diferansiyel taramalı kolorimetre (DSC), termogravimetrik analiz (TGA), T-history, termal iletkenlik, statik termal yalıtım, gibi termal karakterizasyonuna yönelik ölçümler yanında yüzeylerin çeşitli fiziksel ve mekanik özelliklerindeki değişimlerin de değerlendirilmesi gerekir.

Bu çalışmada, pek çok sektörde termal dengenin sağlanması amacıyla kullanılan faz değiştiren malzemeler (PCM) kompleks koaservasyon yöntemiyle kapsüllenmiş; DSC analizleri sonucunda en yüksek entalpi değerlerinin görüldüğü ve oda sıcaklığında termal aktivite gösteren örnekler %100 yün ipliklere numune hasıl teknesi ve bobin boyama makinesinde çektirme yöntemiyle aktarılmıştır. Aplikasyon yapılmış ipliklerden tuft halı örnekleri hazırlanmış ve halı örneklerinin ısıtılan bir ortamdaki yüzey sıcaklık değişimleri termal kamera ölçümleri ile not edilmiştir.

DENEYSEL KISIM

Çalışma kapsamında parafin esaslı PCM'lerden n-eikosan (CAS # 112 – 95 – 8, Sigma Aldrich)) ve n-hekzadekan (CAS # 544 – 76 – 3, Sigma Aldrich) kullanılmış ve kompleks koaservasyon yöntemiyle kapsül eldesi sağlanmıştır. Bu amaçla % 5'lik konsantrasyondaki Tip B jelatin (Sigma Aldrich) /su çözeltisinin içerisine iç faz (n-eikosan veya 1:1 (v:v) n-eikosan : n-hekzadekan) ilave edilerek 10 dakika karıştırılmış ve daha sonra ortama 2,5 g yüzey aktif madde (Span 20) ilave edilerek yarım saat karıştırılmıştır. İkinci aşamada ise anyonik karakterli Arap zımkı (Sigma Aldrich) polimerinin sulu çözeltisi (% 10 konsantrasyonda) yaklaşık 15 dakika boyunca damla damla emülsiyona ilave edilmiştir. Bu işlemin ardından asetik asit (%50'lik) ilave edilerek pH iki polielektrolit polimerin iyonik olduğu pH 4-4,1'e ayarlanmıştır. Böylece ortamdaki zıt yüklü iki polimer arasında polimer-polimer kompleks oluşumu başlatılmış ve bu polimer kompleksin çekirdek madde üzerinde depozite olması sağlanmıştır. Çözelti yaklaşık 1 saat karıştırıldıktan sonra 200 mL su ilavesi ile seyreltilmiş ve yaklaşık yarım saat karıştırıldıktan sonra sodyum karbonat ilavesi ile pH 9'a ayarlanarak kompleks oluşumu durdurulmuştur. Son aşamada ise reaksiyon ortamı 5°C 'ye kadar soğutulup 0,8 g glutaraldehit çözeltisi (% 2,5'lik konsantrasyonda, çapraz bağlayıcı) ilave edilmiştir. 15 dakika karıştırmaya devam edilerek çapraz bağlama prosesi gerçekleştirilmiş ve mikrokapsüller ısı ve kimyasal olarak stabil hale getirilmiştir. Yıkama, filtreleme ve kurutma prosesi ile mikrokapsül üretimi tamamlanmıştır. Mikrokapsül üretim prosesinde polimer çözelti konsantrasyonu % 2,5 olarak kullanılmış ve 2000 devir/dk karıştırma hızında çalışılmıştır. İç faz/duvar maddesi oranı ise 1,5:1 olarak seçilmiştir. Hazırlanan mikrokapsül

Filtreleme öncesi mikrokapsül çözeltilerinden alınan optik mikroskop görüntüleri Şekil 1'de görülmektedir. Şekil 1, küresel morfoloji de kapsül elde edildiğini göstermiştir.



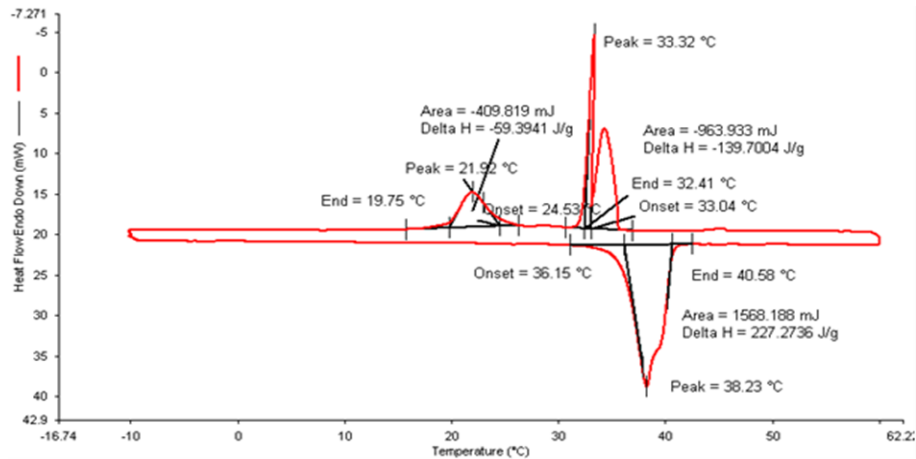
(a)

(b)

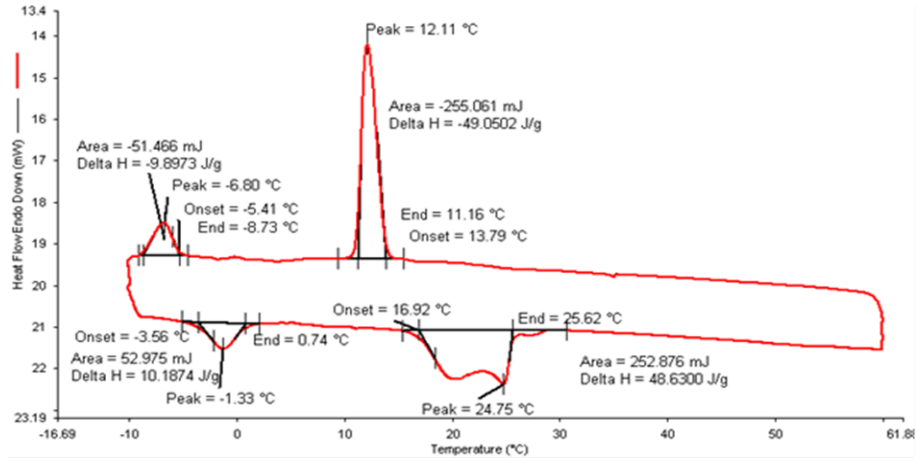
Şekil 1. a) n-eikosan b) 1:1 n-eikosan: n-hekzadekan içeren mikrokapsül çözeltinin optik mikroskop görüntüleri (x40)

PCM numunelerinin ısı analizleri Perkin-Elmer Jade DSC cihazında, 2 °C/dk ısıtma/soğutma oranında ve azot (N₂) atmosferinde gerçekleştirilmiştir. DSC analizleri sırasında bu işlemler cihaza ait Pyris isimli software yardımıyla yapılmış ve numuneler hassas terazide tartılarak 5-10 mg arasında olacak şekilde hazırlanmıştır. Alüminyum bir kap içerisine konulan numunelerin üstü özel bir presleme ünitesinde kapaklandıktan sonra ölçümler başlatılmıştır. Sıcaklık ölçümleri platin dirençli sensörlerle yapılmış, ısı akışının sıcaklığa karşı grafiklerinden elde edilen pikler analiz edilerek maddenin termal davranışı hakkında bilgi sağlanmıştır. Elde edilen DSC grafiklerinde piklerin başlangıç (on-set) değeri numunenin faz değişim sıcaklığını ve bitiş (end) sıcaklıkları faz değişiminin tamamlandığı sıcaklığı göstermektedir. Pikin altındaki alandan ise faz değişimi sırasında absorplanan (soğurulan) veya salınan ısı hesaplanmıştır. Başlangıç ve bitiş noktaları elde edilen pike çizilen maksimum eğimli doğruların temel çizgi (base line) ile kesiştiği noktalardan elde edilmiştir.

n-eikosan ve 1:1 n-eikosan : n-hekzadekan içeren mikrokapsüllerin DSC analizleri yüksek entalpi değerleri ve genel olarak oda sıcaklığında termal aktivite görüldüğünü göstermiştir.



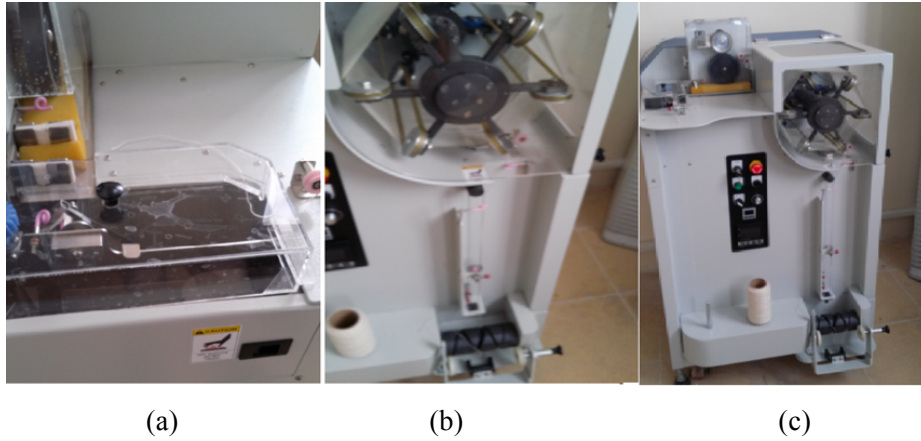
(a)



(b)

Şekil 2. a) n-eikosan b) 1:1 n-eikosan: n-hekzadekan içeren mikrokapsül örneklerine ait DSC grafikleri

PCM mikrokapsülleri, tuft halı örneklerinin üretileceği %100 yün Nm 15/3 ipliklere çektirme yöntemiyle aktarılmıştır. Bunun için iki yol izlenmiştir. İlkinde Gaziantep Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde bulunan numune haşıl makinesi (Şekil 3) kullanılmıştır. Haşıl teknesinde çalışılacak minimum banyo hacmi 2000 mL olduğu için n-eikosan ve 1:1 n-eikosan : n-hekzadekan kapsülleri 30'ar gram üretilmiş (süzme-yıkama ve kurutma sonrası) ve 2000 mL distile su içinde dağıtılarak %1,5'lük aplikasyon banyosu hazırlanmıştır. Aplikasyon banyoları haşıl makinasının teknesine konulmadan önce 3500 rpm'de 2 saat süreyle karıştırılmış, aplikasyon 15 m/dk çıkırık hızı ve 90°C kurutma hızında yapılmıştır. Banyolar, 100 gr. ipliğe aktarılmış, aplikasyon sonrası bobinler etüv içinde 50°C'de gün aşırı kurumaya bırakılmıştır.



(a)

(b)

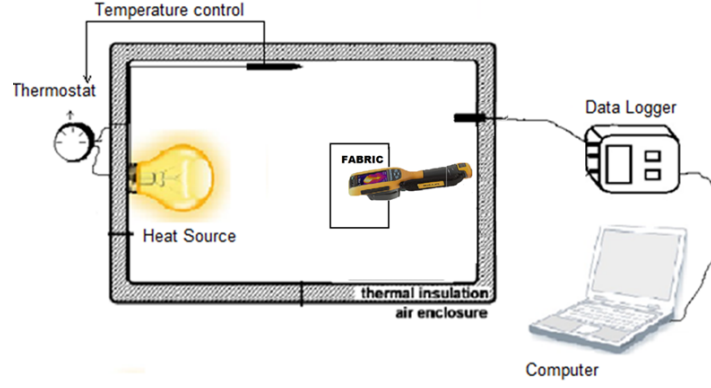
(c)

Şekil 3. PCM'lerin ipliğe aktarılma sırasında kullanılan haşıl makinesi a)haşıl teknesi b) çıkırık ve kurutma haznesi c) makinenin genel görünümü

İkinci yol olarak, iplik bobinlerine daha fazla PCM aktarabilmek için bobin boyama makinesinde denemeler yapılmıştır. Bunun için kuru iplik ağırlığının %12,5'ü kadar eikosan ve 1:1 eikosan : hekzadekan PCM içeren 2 ayrı banyo, Gaziantep Organize Sanayi Bölgesinde bulunan bir boyahane'de bulunan laboratuvar tip bobin boyama makinesinde 1:10 flotte oranında çektirme yöntemiyle 200 gr. ağırlığındaki iplik numunesine aktarılmıştır. Aktarma işlemi esnasında banyo pH değeri formik asit ile 3,5'a ayarlanmış, işlem 70°C'de 30' süreyle yapılmıştır. Aplikasyon sonrası herhangi bir ard işlem yapılmamış, iplik numunesi 50°C'de gün aşırı kurumaya bırakılmıştır. İşlemler sonunda nihai iplik ağırlığı ortalama 215 gr. olarak ölçülmüştür.

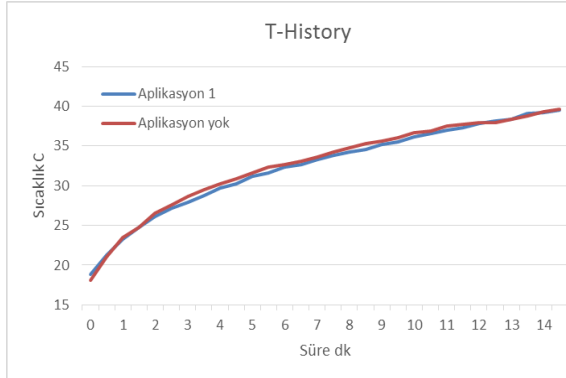
Aplikasyon yapılmış ipliklerden tuft halı örnekleri robotuft makinesinde hazırlanmıştır. Halılar, %100 PES zemin kumaş üzerine 5 mm ilmek boyu ve 250 ilmek / cm sıklığında üretilmiştir. Halı örneklerinden SDÜ Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde termal kamera değerlendirmesi yapılmıştır.

Termal kamera ölçümleri, 0 °C'de bir gün boyunca bekletilen halı numunelerinin 40 °C'ye ısıtılmış yalıtımlı poliüretan kutu içerisine yerleştirdikten sonra yüzey sıcaklıklarındaki değişimin süreye bağlı olarak belirlenmesi esasına göre yapılmıştır. Ölçüm sisteminin şematik görünümü Şekil 4'te verilmiştir.

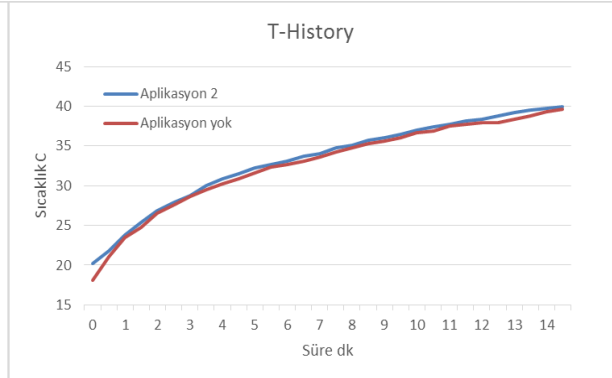


Şekil 4. Termal kamera ölçüm sistemi

Termal kamera ölçüm sonuçları ise Şekil5'daki gibidir. Bu sonuçlarda, aplikasyon yok / referans olarak tanımlanan numune, aplikasyon yapılmamış Nm15/3 iplikten üretilen tuft halı numunesidir.



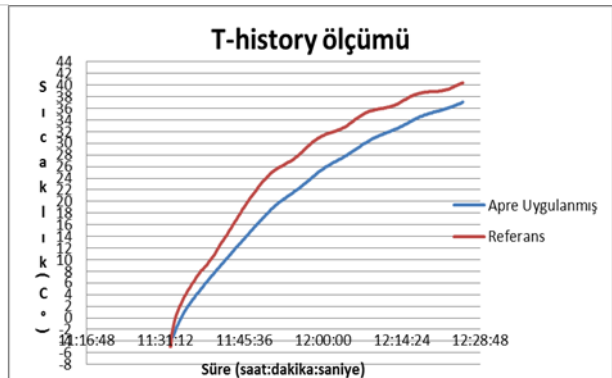
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 4.a) %1,5 n-eikosan b) %1,5 n-eikosan : n-hekzadekan banyosu haşıl makinesinde c)%12,5 n-eikosan d) %12,5 n-eikosan : n-hekzadekan banyosu bobin boyama makinesinde applike edilmiş iplik numunesinden elde edilen tuft halı örneğinin termal analiz diyagramları

Termal analiz ölçümleri (T-history), haşıl teknesinde aplikasyon yapılan iplikten üretilen numunelerin referans tuft halı numunesine göre benzer ısınma davranışı gösterdiğini, bobin boyama makinesinde çektirme yöntemi ile aplikasyonu tamamlanan numunelerin ise referans numunelerden daha düşük yüzey sıcaklık değerleri sergilediğini göstermiştir. PCM aplikasyonu yapılmış yüzeylerin, referans yüzeylerden daha yavaş ısınma özelliği sergilemesi beklenen bir sonuçtur. n-eikosan aplikasyonu yapılmış numunede sıcaklık farkı 0,5 – 3,10C aralığında iken, diğer numunede 0,6 – 6⁰C aralığındadır. Bu sonuç, çektirme yöntemi ile aplikasyon ile iplik üzerine daha fazla PCM aktarılması ile ilişkili olduğu gibi, aplikasyon süresinin uzun olmasının da hiç şüphesiz olumlu etkisi vardır. Ölçüm sonuçları, PCM’lerin halı ipliklerine çektirme yöntemi ile aktarılabilceğini de göstermiştir.

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, parafin esaslı PCM içeren halı örneklerinin PCM içermeyen özdeş numuneye göre daha yavaş ısınma özelliği sergilediği, sıcaklık değerleri oda sıcaklığının üzerine çıkıldığında 5⁰C’nin üzerinde sıcaklık farkının görülebildiğini göstermiştir. Ayrıca çalışma sonuçları, PCM’lerin iplilere çektirme yöntemi ile aktarabildiğini; hazırlanacak bir PCM banyosunun konsantrasyonunun da sonuç üzerine etkili olacağını göstermiştir.

TEŞEKKÜR

Çalışma, Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığı tarafından SAN-TEZ programı altında desteklenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Sarier, N., Önder E., Thermochimica Acta, 2012, 540, 7-60
- [2] Fabien, S., Developments in Heat Transfer, InTech, 2011, 171 – 198
- [3] Sanches, P., Sanchez-Fernandez, M.V., Romero, A., Roriguez, J., Sanchez-Silva, J., Thermochimica Acta, 2010, 498, 16-21
- [4] Mondal, S., Applied Thermal Engineering, 2008, 28, 1536 - 1550

Sorumlu yazar:

Cem Güneşoğlu

Gaziantep Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü

gunesoglu@gantep.edu.tr

Investigated the water repellent performance of chenille fabrics

S YILÖNÜ, B KARTAL and B ZERVENT ÜNAL

Department of Textile Engineering, Çukurova University, Adana, Turkey
syilonu@cu.edu.tr

ABSTRACT

In this study, effects of the abrasion and washing processes on water repellent performance of upholstery chenille fabrics were investigated. For this purpose, three different upholstery fabrics were produced from chenille yarns with similar parameters apart from their pile raw materials. After weaving process, in order to provide water repellency in sample fabrics, water-repellent finishing procedure was applied at a selected liquid ratio with impregnation method. Following the finishing, samples were fixed at 140°C and 170°C respectively. Then, water repellency tests were applied to all the samples after abrasion and washing process for determining the effect of friction and washing on the water repellency finishing performance of upholstery fabrics. The experiments show that; abrasion and washing process were decreased the water repellency of all upholstery chenille fabric samples at different rates.

ÖZET

Bu çalışmada; aşınma ve yıkama işleminin şönil iplikten üretilen döşemelik kumaşların su iticilik performansı üzerindeki etkisi değerlendirilmiştir. Bu amaçla, hav hammaddesi dışında diğer tüm parametreleri birbirine yakın olan 3 farklı şönil iplik kullanılarak dokunmuş döşemelik kumaşlar numune olarak seçilmiştir. Örnek kumaşlarda su iticiliği sağlamak için dokuma işleminden sonra apre uygulaması belirli bir apre oranında gerçekleştirilmiştir. Apre işleminden sonra numunelere 140°C ve 170°C olarak 2 farklı sıcaklıkta fikse işlemi yapılmıştır. Aşınma ve yıkamanın döşemelik kumaşların su iticilik performansına etkisini belirlemek için aşınma ve yıkama işleminden sonra tüm numunelere su iticilik testleri uygulanmıştır. Deneysel çalışma sonucu; aşınma ve yıkama işlemleri sonucu tüm döşemelik şönil kumaş örneklerinin su iticiliğinin farklı oranlarda etkilendiği tespit edilmiştir.

INTRODUCTION

Upholstery fabrics are an important product category of home textile products and make up a notable proportion of textile imports and exports [1]. Upholstery fabrics are widely used in both the furniture and the automotive sectors. Due to the wide application of upholstery fabrics a high level of performance properties is required, in particular abrasion resistance and tear strength properties. In addition to these properties, fabrics are expected to provide low drape and firm handle, with added value provided by a range of finishes such as antibacterial and water-dirt-fat repellency.

In the literature, a number of studies on chenille yarns and the fabrics formed by these yarns are described. There have also been a number of studies of water-repellent finishes applied to textile products for a variety of applications. Erem (2006) investigated the effect of chenille yarn properties on fabric abrasion resistance in a dissertation study [2]. Mikheev and Shustov (2014) studied about oil resistance of chenille upholstery fabrics in abrasive wear process [3]. Ülkü et al. (2003) studied the effects of chenille yarn on the abrasion resistance of upholstery fabrics [4]. Philips et al. (1957) investigated the effect of water repellency (fluorocarbon) on cotton surface properties [5].

In previous studies, the effect of raw material and yarn properties of chenille fabrics on abrasion resistance was investigated. Also this study has different point the other studies. Unlike previous studies, in this study, the performance of water repellency finishing used commonly for upholstery fabrics was evaluated for different pile raw material. The performance properties of chenille fabrics were measured before and after finishing. However, the effect of abrasion and washing processes on fabric performance were considered differently.

In the present study, water-repellent finishing with fluorocarbon-based chemicals was applied to upholstery fabrics produced from three different chenille yarns and their water repellent performance after abrasion and washing processes were evaluated.

EXPERIMENTAL

Upholstery fabrics produced from three different chenille yarns of similar parameters apart from their pile raw materials were chosen for study. Weaving parameters and fabric construction properties in all samples were kept constant and are summarized in Table 1. The samples were coded as S1, S2 and S3.

Table 1. The Properties of Sample Fabrics

Properties	S1	S2	S3
Chenille Material (Pile Yarn)	86%Viscose/14%PES	85% Acrylic/15% PES	100 %PES
Chenille Material (Chain Yarn)	100 % PES	100 % PES	100 % PES
Warp Yarn Material	100 % PES	100 % PES	100 % PES
Material of Second Weft Yarn	100 % Cotton	100 % Cotton	100 % Cotton
Weaving Construction	Plain Weave	Plain Weave	Plain Weave
Weft Density	14 yarn/cm	16 yarn/cm	14 yarn/cm
Warp Density	65 yarn/cm	65 yarn/cm	65 yarn/cm
Chenille Yarn Count	Nm5	Nm4	Nm4
Chenille Yarn Twist (turns/m)	930 turns/m	980 turns/m	920 turns/m

In order to provide water repellency in upholstery fabrics produced from chenille yarns (samples coded S1, S2 and S3), a fluorocarbon-based finishing chemical Rucostar EEE[®] was padded using a laboratory type ATAÇ (FY 350) pad–batch machine at a 77% liquid ratio with impregnation method. Following the finishing procedure using a laboratory type pad–batch machine, the material was dried in a laboratory type ATAÇ (FT 200) dryer at 100°C for different durations and fixed at 140°C and 170°C, respectively. The duration of drying was varied in order to maintain a fixed drying ratio in all fabrics following the finishing procedure. The conditions of the finishing procedure are shown in Table 2.

Table 2. Finishing Procedure of Chenille Upholstery Fabrics

	S1	S2	S3
Method of Finishing	Impregnation	Impregnation	Impregnation
Liquid Ratio	77 %	77 %	77 %
Drying Temperature and Time	100°C / 12 min	100°C / 15 min	100°C / 17 min
Fixation Temperature and Time	140°C / 2 min	140°C / 2 min	140°C / 2 min
	170°C / 1 min	170°C / 1 min	170°C / 1 min

The standard tests applied to the samples after water-repellent finishing and fixation procedures are summarized in Table 3.

Table 3. The Tests used in the Study and Their Standards

Tests	Standards	Testing Devices
Determination of Resistance to Surface Wetting of Fabrics (Spray Test)	TS EN ISO 4920	James H. Heal Spray Rating Tester
Determination of the Abrasion Resistance of Fabrics by the Martindale Method (Part 2-Part3)	TS EN ISO 12947-2 TS EN ISO 12947-3	Nu-Martindale Abrasion and Pilling Tester

The performance properties of finished fabrics were tested after washing process and abrasion in order to evaluate the effectiveness of the finishing procedure. Washing was carried out at 30°C without detergent and the material was then centrifuged at 600 rpm for 15 minutes. Also abrasion procedure at a certain rpm properties of the fabrics were analyzed and evaluated.

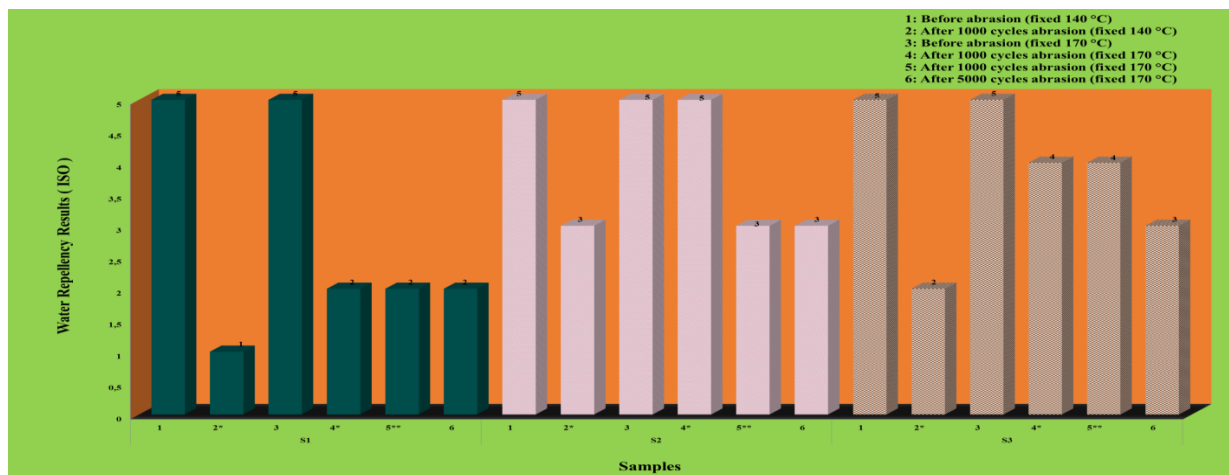
RESULTS and DISCUSSION

Effect of abrasion/friction procedure on water repellency

In common with other textile products, upholstery fabrics tend to be affected by external factors such as washing, friction, etc., and over time they suffer a reduction in their expected performance properties. One of the most common external effects for upholstery fabrics are exposed to is friction. As the result of friction, it could be observed the effect of abrasion on the fabrics and reduction in abrasion resistance of the fabrics, base weight and thickness, possibly with a change in color and formation of beading on the fabric surface.

In the present study, in order to determine the effect of friction on the water repellency finishing performance of upholstery fabrics, abrasion procedures were applied to all the fabrics by using the reverse abrasion method in the Martindale device at 1000 and 5000 cycles [2]. The abrasion procedure was carried out at 1000 abrasion cycles in two different ways with the friction of fabrics with itself and woolen fabric. In addition, the fabric was subjected to 5000 cycles abrasion with an abrasive fabric. Water repellency tests were applied to all the samples after abrasion test and the results are presented in Figure 1.

In Figure 1, the water repellency of finished fabrics treated at 140°C or 170°C of fixation temperatures are measured as ISO 5. As expected, the water repellency values after abrasion test decreased the highest decrease in water repellency values occurred for S1 samples treated at 140°C of fixation temperature. In the case of S2 and S3 samples, however, the samples treated at 140°C of fixation temperature showed the lowest decrease in water repellency. It could be concluded that, in the case of fixation at 140°C, the water repellency values of fabric samples after abrasion test were inadequate. In the case of S1 and S3 samples, it is seen that friction of the fabric at 1000 cycles, both with itself or with woolen fabric, did not influence the results and affected the water repellency equally. When the sample S2 was subject to friction against itself, the water repellency did not change, but water repellency became worse after friction against the woolen fabric.



* Abrasion with woolen fabric.

** Abrasion using the fabric itself.

Figure 1. Water Repellency Results after Friction

Effect of washing procedure on water repellency

Figure 2 shows the water repellency values of samples with finishing fixated at either 140°C or 170°C and similar samples after washing. It is seen that the samples S1, S2, S3 that had undergone finishing at either fixation temperature reached a maximum level (ISO 5).

On examining the effect of washing on the finishing, it was observed that washing reduced the effectiveness of finishing in all samples apart from S1. The greatest decrease in finishing efficacy after washing was observed in sample S1 fixed at 140 °C, and it can therefore be concluded that fixation at 140°C might not be suitable for fabrics with viscose in the pile.

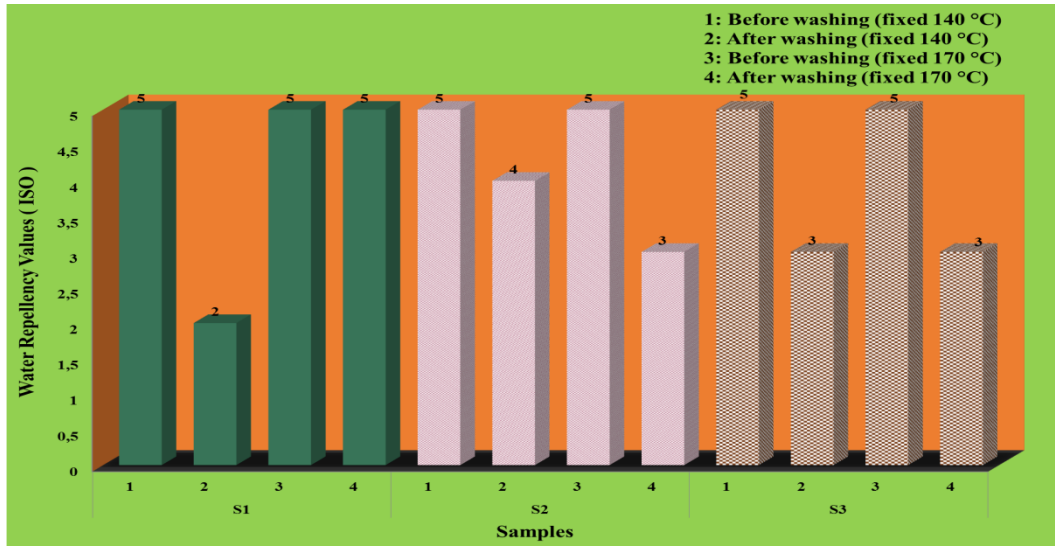


Figure 2. Water Repellency Values after Finishing and Washing

CONCLUSIONS

1. When the abrasion at different cycles was applied to samples after finishing process, the water repellency of sample material containing viscose (S1) (at 140°C and 170°C of fixation temperature) significantly decreased whereas the resistance of other samples was higher. It could be results from the low abrasion resistance of the bonds between finishing chemical agent and viscose fibers.
2. The lowest water repellency values after abrasion were measured to the samples fixed 140°C. It can be said that, this fixation temperature is not suitable for upholstery chenille fabrics.
3. After washing process the water repellency decreased in all cases, apart from sample S1 which had been fixed at 170°C. In the case of the sample containing viscose a fixation temperature of 170°C was ideal, but fixation at 140°C was not satisfactory for washing.
4. It is seen that the water repellency values of S3 samples fixed at 140°C and 170°C fixation temperature are equal. In this case it is foreseen that the most suitable fixation temperature will be found by washing the samples repeatedly.

REFERENCES

- [1] TETSIAD, Home Textiles Import and Export Report, 2014, February (in Turkish).
- [2] Erem A D, *Master's Thesis, Istanbul Technical University, Institute of Science and Technology, Department of Textile Engineering, 2006*, "The Influence of Chenille Yarn Parameters on the Upholstery Fabric Performance and Abrasion Resistance", Istanbul.
- [3] Mikheev A A, Shustov Y S, *Fibre Chemistry* 2014, Oil Resistance of Chenille Upholstery Fabrics in Abrasive Wear Process, 3 (46) 191-193.
- [4] Ülkü S, Örtlek H, Ömeroğlu S, *FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe* 2003, The Effect of Chenille Yarn Properties on the Abrasion Resistance of Upholstery Fabrics, Vol: 11, No: 3(42), 38-41.
- [5] Philips F J, Loeb L, Segal L, *Textile Research Journal* 1957, The Application of Fluor Chemicals to Cotton Fabrics to Obtain Oil and Water Repellent Surfaces, 9(27), 369-370.

Corresponding author:

Sait YILÖNÜ

Department of Textile Engineering, Çukurova University, Adana, Turkey;

syilonu@cu.edu.tr

Indicate your preference for the presentation: **Oral**

Indicate the preference for the conference topic : **Research and Development/Product Development**

An Investigation on Easy-Care Finishing of Viscose Fabric

Mehmet ORHAN *¹

¹Uludag University Textile Engineering Department, Bursa, Turkey
morhan@uludag.edu.tr,

Abstract

Cellulose fibers such as cotton, viscose, and flax are still the most important kind of fibers in textile industry, because of their numerous advantages. One of the biggest problems when working with them is their tendency to crease easily, moreover this problem should be carefully considered for viscose and linen fabrics. In order to overcome this condition, the most common approach is the reaction of multifunctional crosslinking agents with the hydroxyl groups of adjacent cellulose molecules that hinder the swelling of the cellulose fibers. In this study, the viscose fabrics were treated at different concentrations of two different commercial chemicals with a softening agent. The surface morphology was observed by SEM photographs and FTIR spectrum. The color difference, breaking strength, and also wrinkle recovery angle were instrumentally measured and evaluated after finishing. The study results showed that the treatment with cross linkers affects positively on wrinkle properties of the fabric. Especially the use of different types of cross linking chemicals offers several benefits in terms of comparisons.

Keywords: Viscose, crease resistance, cross linking, SEM, FTIR

Introduction

Cellulose is the most abundant and inexpensive polymer on earth. Cellulose fibers such as cotton, viscose, and flax are still the most important kind of fibers in textile industry, because of their numerous advantages such as low density, low cost, absorbency and moisture management, hydrophilic structure, softness, recyclable and biodegradable, environmentally friendly, insoluble in water, good processability, and uniform quality. The good processability are key reasons explaining why cellulose fibers occupy a steadily growing on the global fiber market. Cellulose fibers market has been witnessing strong growth over the past few years on account of increasing demand from textile industry. Growing environmental friendly, skin friendly and bio-degradable fabrics demand is the key factor, expected to drive the market by 2020.^[1]

In textile industry, cellulose fibers are still one of the most preferred fibers because of its own natural and distinctive properties but have serious disadvantages such as wrinkle and soil easily, poor dimensional stability, low biological resistance, no thermal plasticity, low processing temperature, incompatible with hydrophobic materials. One of the biggest problems when working with the viscose fibers is their tendency to crease formation and poor crease recovery.

Considering to improve crease recovery of cellulose fibers, mostly applied approach has been to introduce covalently crosslinking with adjacent cellulose chains within fibers. Crosslinking agents are usually small molecules containing several functional groups capable of reacting with some active groups in the polymer, such as hydroxyl groups in cellulose. Dimethylol dihydroxy ethylene urea (DMDHEU) is the most widely used crosslinking agent because it provides good durable press properties at low cost and is less detrimental to fabric strength, discoloration, and other properties than other agents. The finishing treatment comprises simply impregnating the cellulosic fabric with the pre-condensate so that it penetrates into the fibers and then heating fabric to temperatures between 130-180 C in the presence of a catalyst, so that the pre-condensate is converted into an insoluble resin by polycondensation in and around the fibers and/or by reacting with the cellulose to form crosslinks.^[5-14]

The primary effects of the easy-care and durable press finish on cellulosic fibers are reduction in swelling and shrinkage, improved wet and dry wrinkle recovery, smoothness of appearance after drying, and retention of intentional creases and pleats.

An unavoidable side effect of the cellulosic crosslinking finishes is a reduction in the elasticity and flexibility of the cellulose fibers. This produces a considerable decrease in abrasion resistance, tear and tensile strengths on natural cellulose fibers. A rule of thumb states that an increase in the wrinkle

recovery angle of 10^0 corresponds to a loss in abrasion and tear strength of about 7%. Therefore, the general purpose softener for all fibers may be used in recipe for overcoming this problem.

The aim of this study is to investigate the crease resistant effect of various types of resin on viscose fabric. We used two different types of resin with a softening agent and examined the performance properties of the tested fabrics which obviously have fundamental importance on fabric end use. For this purpose, surface morphology was observed, color difference, breaking strength and also wrinkle recovery angle were instrumentally measured and evaluated after finishing.

Materials and Methods

In this study, it was used the viscose fabrics (200 g/m², 60x28 thread/cm). Fabrics were finished by three different types of resin agent with a softening agent as given in Table 1.

Recipes were prepared by manufacture's recommendations and treatments were performed according to the details as given in Table 2. Treatments were performed by a laboratory-type padder, fabrics were padded through squeeze rollers made by Mathis with two dips and two nips, at a setting 4 bar to give a wet pick-up of about 80% on weight of fabrics and then dried at 120 C for 3 m and finally cured at 150 C for 1 m in Mathis curing oven.

Table 1. Properties of chemicals used in the study

Product code	Resin agents
C1	N-Methylol dihydroxy ethylene urea
C2	Imidazoline derivative
S1	Fatty acid condensation product

▲ C code defines the resin chemicals and S code defines also softening chemical.

Table 2. The details of experimental treatments

Recipe Code	Chemical concentrations (g/L)		
	C1	C2	S1
R0	---	---	---
R1	80	---	30
R2	115	---	30
R3	150	---	30
R4	---	80	30
R5	---	115	30
R6	---	150	30

▲ The recipe code R0 defines the untreated fabric.

Table 3. Fabric properties and standards

Measurement	Standard	Device
Surface analysis		JEOL JSM 6060 Scanning Electron Microscope
Surface modification		Perkin Elmer Spectrum 2000 GX FTIR Spectrometer
Color values	AATCC 173	Konica Minolta CM-3600D Reflectance Spectrophotometer
Breaking strength	ASTM D1682	Instron 4301 Breaking Strength Tester
Wrinkle angle	AATCC 66	SDL Atlas Wrinkle Angle Device

Surface morphology was observed using a JEOL JSM 6060 Scanning Electron Microscope. The samples were coated with gold for 150 s before SEM testing, and all images were obtained at ambient conditions immediately after treatment.

The samples were analyzed by the attenuated total reflection Fourier transforms infrared spectroscopy (ATR-FTIR) and spectra were obtained using a Perkin Elmer Spectrum 2000 GX FTIR Spectrometer, which scanned at frequencies from 4000 to 400 cm^{-1} , the number of scan times was 32, and the resolution was set at 2 cm^{-1} , and there were four scans for each spectrum.

Color changes after treatments were instrumentally determined using a Macbeth Spectrophotometer (MS 2020+) coupled to a PC under D65/100 illuminant and the measurements were taken according to AATCC Test Method 173. The control sample was taken as the standards and the treated fabrics were taken as the trials when calculating the color differences (ΔE) values. The averages of three measurements were reported as color difference.

Breaking strengths were determined by the grab method using Instron Testing Machine up to 5 kN according to the ASTM D1682. Each specimen was prepared as 26x150 mm, where the long side was parallel to the direction for which the breaking load was required. The crosshead speed was 100 mm/min and the rupture load of the specimen was defined as the breaking strength. Three measurements were made on each sample and the averages were reported as breaking strength. The testing was accomplished at 21°C and 65% relative humidity.

Wrinkle recovery angle (WRA) was measured according to AATCC Standard Test Method 66, Wrinkle Recovery of Fabrics, Recovery Angle Method. Specimens were prepared in 15x40 mm swatches and 1 kg of weight was loaded on the folded specimens for 5 min. WRA was recorded as the added total of warp and weft averages and measurements were repeated three times.

Results and Discussions

Surface Analysis

The viscose fabrics were analyzed with SEM and images are shown in Fig. 1. As can be seen in Fig. 1 (a), the untreated fibers have rough surface with a lot of grooves and imperfections on surface. When comparing to (b) and (c), it could be found that fibers were coated with resin and there were a lot of remarkable cross-linking between adjacent fibers after finishing. It is well known that hydroxyl groups in resin react with hydroxyl groups of two cellulose chains as well as those of one chain. [5,6,10,11]

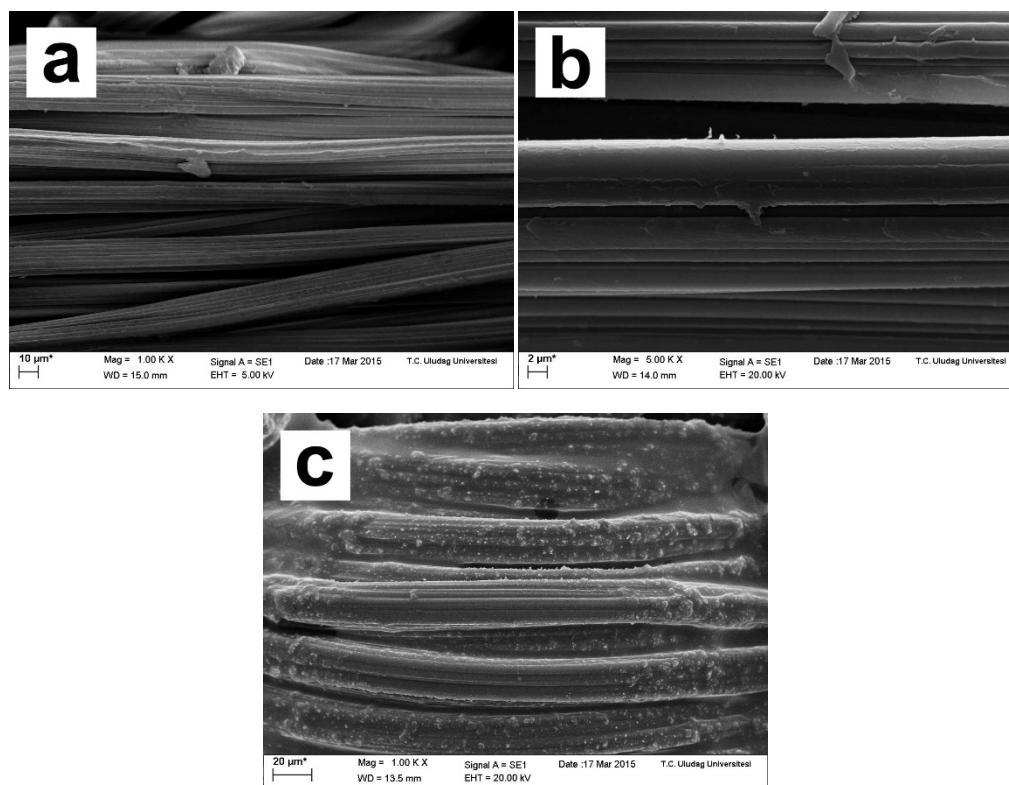


Figure 1. SEM micrographs of viscose: (a) untreated; (b) treated with C1; (b) treated with C2

Fourier Transform Infrared Spectroscopy

The ATR-FTIR spectra were used to determine the changes caused by resin treatments, and results are shown in Fig. 2 and 3. It has long been known that viscose has numerous hydroxyl groups. The broad peak above $3500\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$ is assigned to the hydroxyl group and the weak band at 1620 cm^{-1} is caused by water of hydration. After treating with C1, the new peak appeared at 1680 cm^{-1} , which can be attributable to C-O stretching vibration of groups in resin.

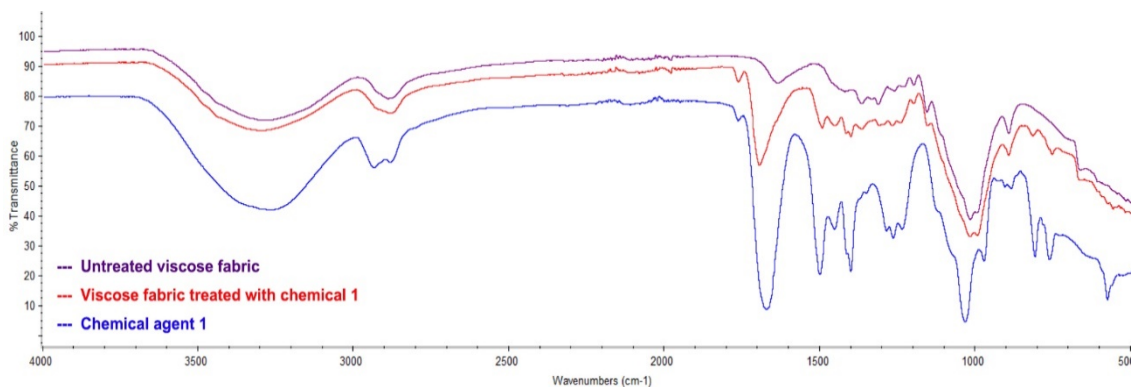


Figure 2. FTIR spectrum of viscose fabric treated with C1

In Fig. 3, the new peaks appeared similarly at 1690 cm^{-1} which can be attributable to C-O stretching vibration of groups in resin after treating with C2.

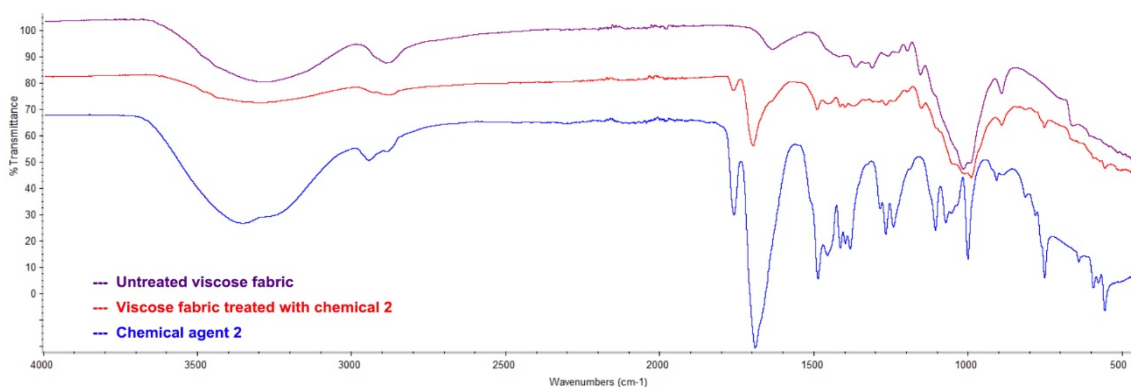


Figure 3. FTIR spectrum of viscose fabric treated with C2

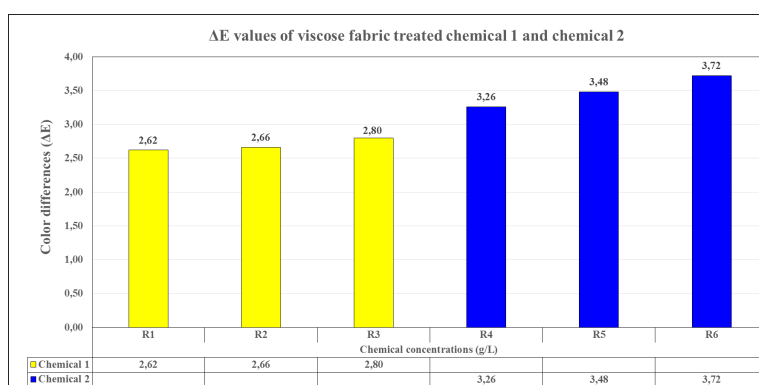
These new sharp peaks at 1690 and 1680 cm^{-1} confirmed that both resin agents have been successfully coated onto viscose surface and also chemical reaction has been taken place to form ether linkages between hydroxyl groups of both resin and viscose fibers.^[5,6,9]

Color Evaluation

For textile materials, color change is defined as a change in color of any kind, whether in hue, chroma or lightness and it is an important aspect to take into consideration after any treatment. Color difference (ΔE) values of viscose fabrics after resin finishing were instrumentally determined using a spectrophotometer according to AATCC Test Method 173 and results are presented in Fig and Table 4. It is clearly seen that ΔE values are gradually increased by raising concentration, as expected. Through the experimental studies, it is found that commercially important chemicals used in durable press finishes such as dihydroxy methylethylen eurea, carbamates, and dihydroxy methyl-4, 5-dihydroxy ethylene urea cause yellowing and discoloration on white fabric at high temperature curing and change the shades of fabric colors.^[3,4,12,14] Viscose fabrics treated with C1 and C2 exhibited increase in ΔE values, as expected. C2 resin had a slightly less negative effect on ΔE values than C1. Selection and using amount of the proper catalyst for durable press finishes are therefore important.

Table 4. Color values of viscose fabric treated with C1 and C2

		D65 / 10 ⁰				
		Recipe code	L*	a*	b*	ΔE
		R0	43,93	-42,11	10,15	---
C1		R1	42,17	-40,57	11,32	2,62
		R2	42,04	-40,94	11,61	2,66
		R3	42,43	-40,35	11,73	2,80
C2		R4	41,70	-40,56	11,95	3,26
		R5	41,60	-40,37	12,05	3,48
		R6	41,70	-39,99	12,23	3,72

**Figure 4.** ΔE values of viscose fabric treated with C1 and C2

Breaking Strength

Samples were subjected to tensile testing in accordance with the warp direction and then breaking strengths were determined according to ASTM D5035-95. The measurement results are given in Fig. 5. It is expected that the decrease in breaking strength is clearly shown after resin finishing. The decrease in breaking strength of cellulose fabric treated with N-methylol derivates is a mainly result of the acid catalysts at elevated curing temperatures. The other factor is the restriction of stress distribution within the fibers due to intra macromolecular crosslinking and crosslinked sites by surface polymerization. The magnitude of fabric strength loss is affected by temperature, time of treatment and concentration of catalyst. Selecting the proper acids as a catalyst is important because stronger acids are required to catalyze the reaction of some less reactive crosslinking reagents, but the stronger the acid, the faster the reaction, the more damage to the cellulosic fibers through hydrolysis.^[2-4]

It appears from the Fig. 5 that both resin treatments have not led to significant decrease in strength. However, significant recovery in tensile strength was noticed while adding softener in finishing formulation. Incorporation of softener is known to help in some retention of fabric strength, usually at the cost of crease recovery performance.^[5] It is also explained that softener in the finishing formulation provide enhanced breaking and tear strength, abrasion resistance, and high-speed sewability.^[3,7]

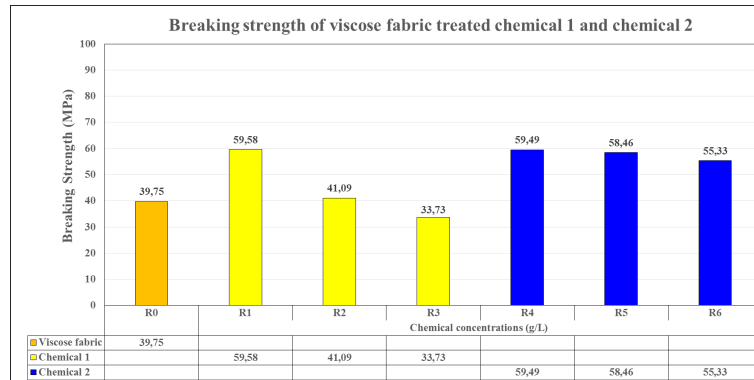


Figure 5. Breaking strength of viscose fabric treated with C1 and C2

Wrinkle Recovery Angle

WRA was measured according to AATCC Standard Test Method 66. The results given in Fig 6 and Table 5 are the sum of the mean values of the WRA values in warp and weft directions. The total WRA that is the sum of the WRA of the warp and the fill directions of the fabric, increases from about 150° to about 300° after finishing treatment. The larger the WRA value, the greater crease resistance the fabric exhibits. It is observed that WRA values are increased in both treatments, as expected. C1 resin chemical had a slightly better effect on WRA than R2 at lower concentration. This effect may be related to the chemical content in resin solution and it can be correlated with higher values of ΔE of treated fabrics as seen in Table 4. Nevertheless, the presence of softener slightly reduces crease resistance property since WRA values are decreased while adding softener in recipe.^[7-9]

Table 5. WRA values of viscose fabric treated with C1 and C2

	Recipe code	Warp	Weft	Total
C1	R0	70	65	135
	R1	72	75	147
	R2	73	85	158
	R3	72	88	160
C2	R4	70	73	143
	R5	71	76	147
	R6	84	84	168

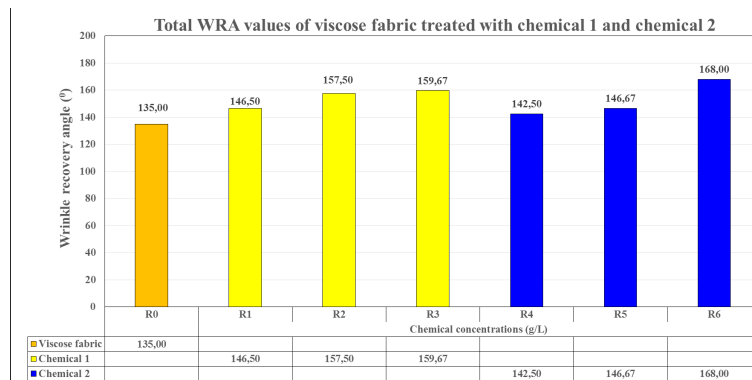


Figure 6. Total WRA values of viscose fabric treated with C1 and C2

Conclusion

Cellulose fibers have been used in textile industry for ages. It has serious disadvantages such as tendency to crease formation and poor crease recovery while having superior properties and significant advantages. Therefore, surface treatment with using resins which introduce covalently crosslinking with adjacent chains, is one of the ways to improve crease recovery.

This study focused on investigating effect of two different resin chemicals on properties of viscose fabric. SEM and FTIR results have approved that there were a lot of crosslinking between resin and fibers after finishing. Both resin chemicals have not led to significant decrease in strength and the treated viscose fabrics had better WRA when they inherently exhibited increase in color difference values. On the other hand, softener used in recipe has a positive effect on fabric hand, drape and mechanical properties.

Finally, the results indicate that two different resin chemicals can be effectively used to improve the crease recovery of viscose fabric.

References

- [1] <https://www.hexaresearch.com/research-report/cellulose-fibers-industry/> (13.04.2017)
- [2] Abdel Mohdy F A, Aly A S, Hebeish A, *Journal of Textile Association*, 2004, **65**, 25-30.
- [3] Blanch R M, *American Dyestuff Reporter*, 1995, **84**, 26-30.
- [4] Brodmann G L, *Textile Chemist and Colorist*, 1990, **22**, 13-16.
- [5] Cooke T F, Weigmann H D, *Textile Chemist and Colorist*, 1982, **14**, 100-106.
- [6] Cooke T F, Weigmann H D, *Textile Chemist and Colorist*, 1982, **14**, 136-144.
- [7] Gunesoglu C, Kut D, Orhan M, *Journal of Applied Polymer Science*, 2007, **104(4)**, 2587-2594.
- [8] Kato K, Vasilets V N, Fursa M N, Megura M, Ikada Y Y, Nakamae K, *Journal of Applied Polymer Science Part A: Polymer Chemistry*, 1999, **37(3)**, 357-361.
- [9] Orhan M, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 2013, **23(2)**, 152-158.
- [10] Petersen H, Mark H, Wooding, N.S. and Atlas, S.M., New York:Wiley Interscience, 1971.
- [11] Petersen H, *Review of Progress in Coloration and Related Topics*, 1987, **17(1)**, 7-22.
- [12] Wakelyn P J, Bertoni N R, French A D, Thibodeaux D P, Triplett BA, Rousselle M A, Goynes, W R, Edwards J V, Hunter L, McAlister D D, Gamble G R, Boca Raton F L, Taylor and Francis Group, 2006.
- [13] Wei W, Yang C Q, *Textile Chemist and Colorist*, 2000, **32**, 53-57.
- [14] Welch C M, Andrews B K, *Textile Chemist and Colorist*, 1989, **21**, 13-17.

Acknowledgement

I wish to thank to Yilmazipek Tekstil in Bursa, Turkey for participating in this study by providing the fabrics and chemical agents.

***Corresponding Author:** Mehmet ORHAN

Address: Textile Engineering Department, Uludag University, Bursa, Turkey.

Tel: + 90 224 294 20 64

E-mail: morhan@uludag.edu.tr

Effect of finishing on protective leather gloves

Arife Candas Adiguzel Zengin¹, Nima Pourrasoul Sardroudi, Nilay Ork¹, Gökhan Zengin¹ and Eylem Kılıç²

¹Ege University, Engineering Faculty, Leather Engineering Department, 35100, Bornova, Izmir, Turkey

²Usak University Faculty of Engineering, Material Science and Nanotechnology Engineering Department, 64100 Usak, Turkey

E mail of the Presenting author: eylem.kilic@usak.edu.tr

Corresponding author: Eylem KILIÇ, Usak University Faculty of Engineering, Material Science and Nanotechnology Engineering Department, 64100 Usak, Turkey, eylem.kilic@usak.edu.tr

ABSTRACT

Protective gloves are essential to avoid the workers from occupational accidents. Various materials mostly leather and textile are chosen by the employers for technical gloves. Mechanical resistance, high protection properties against water and temperature are the general requirements from the protective leather gloves as well as the fire resistance property. Although leather products are known with their better fire protection compared to cloth and plastics in general conditions, limited literature is available on leather gloves as a protective clothing material.

In this study different finishing recipes were applied to improve the technical properties of leather gloves and effect of different finishing techniques on protective performance of leathers were determined in terms of physical and mechanical properties, water absorption and thermal stability. For trials chromium tanned split calf leathers were used and retanning of protective leather gloves were performed by using tara and phosphonium combination. After the aforementioned fatliquoring process, finishing operations were differentiated. For control trials, the crust leather samples obtained after the post tanning processes were used. The effect of different finishing techniques on heat resistance and other performance properties including tensile (ISO 3376) stitch tear (ISO 23910) and tear resistance (ISO 3377-2) were tested according to the standards. Static water absorption property was also tested with Kubelka test device in accordance with ISO 2417 standard as well as the dynamic water absorption test (ISO 5403-1), and the performance test results obtained from different finishing techniques were comparatively evaluated with crust glove leathers. Results reveal that different finishing techniques have significant effect on the protective performance properties of leather gloves, in terms of mechanical and thermal properties.

INTRODUCTION

Scald and contact injuries to hands and/or wrists are the most common injuries in heavy-duty jobs. Workers of manufacturing and processing industries face with various hazardous conditions such as contact with hot or cold objects, cuts and punctures from sharp instruments, which makes the use of protective glove mandatory.

Safety gloves play an important protective role as they have to be durable and resilient against water and hazardous chemicals. Flame retardancy is another significant feature for personal safety and the characteristics of material used for the production safety gloves is an important component affecting the insulation against high temperature and fire resistance.

Leather is one of the natural materials chosen by professionals for flame resistant technical gloves. Although there is a plenty of studies regarding different types of protective gloves (synthetics, fabrics, other natural fibres etc.) [1, 2], limited published information is available about the properties and effect of production processes on protective characteristic of leather gloves [3-5] while up to our knowledge no

information is available about the effect of finishing process on gloving leathers as a protective clothing material.

Finishing is a process which aims to improve generally, the wear properties of leather, to protect the leather from wet and dirt, to correct the skin imperfections, to apply artificial skin layer to the splitted or corrected grain leather, and to modify the surface properties. The appearance and performance of leathers can be substantially or completely changed by means of finishing formulations with different specialties. For this purpose, various finishing materials (casein, nitrocellulose, polyurethane, acrylic, other components of resin and polymer) and techniques (curtain, embossing, coating and spray finishing etc.) can be used. Features like color homogeneity, surface structure, glossy and dry-fatty- waxiness, surface characteristics, water proofing and flame retardancy properties can be provided by different types of finishing chemicals. Protective top coat can be transparent (aniline finishing) or cover whole leather surface (pigment finishing). From this background information about finishing process it can be concluded that selection of finishing type is a significant factor that affects properties of final leather. For instance, if the leather is intended for use as a safety glove the finishing types must fulfill protective the performance requirements such as insulation for high temperatures, mechanical resistance without tearing during high stress loadings, water absorption and etc.

In the present study, the effects of different finishing treatments on protective characteristics of glove leathers were investigated by determination of strength characteristics, water absorption and thermal resistance properties. The measurements were performed following the application of two different finishing types such as aniline and aniline finish with waterproof treatment

EXPERIMENTAL

In the study, five sides chromium tanned split calf leathers retanned by tara and phosphonium combination which was previously determined as the optimum tanning combination for better protective properties was used for experimental trials [3]. The fatliquoring based on vegetable oil combinations was applied with and without the bromine and antimon derivate application, and finishing operations were differentiated and various finishing recipes such as; **i)** aniline finishing and **ii)** aniline finish with waterproof treatment were applied, in order to determine the effect of different finishing techniques on protective performance of leathers. Finishing treatments were applied to four sides of crust leathers. The conventional finishing chemicals were used in the leather finishing processes. For control trials, the crust leather samples obtained after the post tanning processes were used.

Sampling and conditioning of the finished leathers were carried out according to TS EN ISO 2418 (2006) and TS EN ISO 2419 (2006) respectively [6, 7]. The physical properties such as tensile strength (ISO 3376), stitch tear and tear resistance (ISO 3377-2) [9] were investigated with reference to standard methods. The static and dynamic water absorption behavior of the protective leather gloves was tested according to TS 4123 EN ISO 2417 and TS EN ISO 5403-1 standards respectively [10, 11].

Kubelka apparatus was used for determination of the water absorption of the leathers under static condition and the measurements were carried out for 15min, 30 min, 1h, 2h and 24h of the test. For the dynamic water absorption test, penetrometer (Bally, Satra) test device was used.

The effect of different finishing applications on thermal stability was analyzed by dry heat resistance (ISO 17227) at 200°C for 15 min, heat stability (ISO 11645) contact at 300°C for 1 min. The performance test results were comparatively evaluated with the protective glove leathers without finishing application. The assays were performed in duplicates and results were given in mean values.

RESULTS and DISCUSSION

Mechanical tests results

In Table 1 the mechanical resistance tests results of glove leather samples treated with different finishing formulations are presented.

Table1 Mechanical test results for aniline and waterproof aniline finished glove leather samples

Samples	Thickness (mm)	Tensile	Elongation at break %	Tear load (N/mm)	Stitch tear
Control sample (fatliquoring + bromine and antimone)	1.85	30.97	78.51	163.58	394.97 / 18
Control only fatliquoring	1.07	15	60.44	87.95	167.96 / 1.08
Aniline-finished samples without bromine and antimone	1.84	38.14	77.78	141.41	469.24 / 17
Aniline-finished samples with bromine and antimone	1.73	45.95	82.97	193.24	471.88 / 16
Aniline-water proofing finished samples without bromine and antimone	1.83	25.23	66.07	111.43	338.84 / 17
Aniline-water proofing finished samples with bromine and antimone	1.76	53.11	75.06	181.28	558.30 / 17
UNIDO*		15N/mm		30 N/mm	50 N/mm

*UNIDO, 1996, *Acceptable quality standards in the leather and footwear industry*. ISBN: 92-1-106301-9, Vienna.

The glove leathers fatliquored with vegetable oil combination and differentiated in finishing process gave satisfactory results compared to UNIDO requirements. Aniline and waterproof-aniline-finishes increased the strength properties of technical leathers although a slight decrease in strength values was observed for the aniline-waterproofing finish.

The results of bromine and antimone application at fatliquoring process which were differentiated at also finishing process were found significantly higher than the control groups as well as the other leather glove samples. The strength values were increased by the use of bromine and antimone derivate nearly three times for tensile, six times for tear load and ten times for stitch tear load.

Static water absorption tests results

The finishing processes except the finishing that leathers treated with bromine and finished by anilin technique caused an increase at water absorption values. This application resulted better water absorption values than the control sample. In our study, a direct correlation between different leather finishing types and static absorption values for the technical leather gloves characteristics was found. The bromine and antimone applications with two different finishing types gave better results than the others.

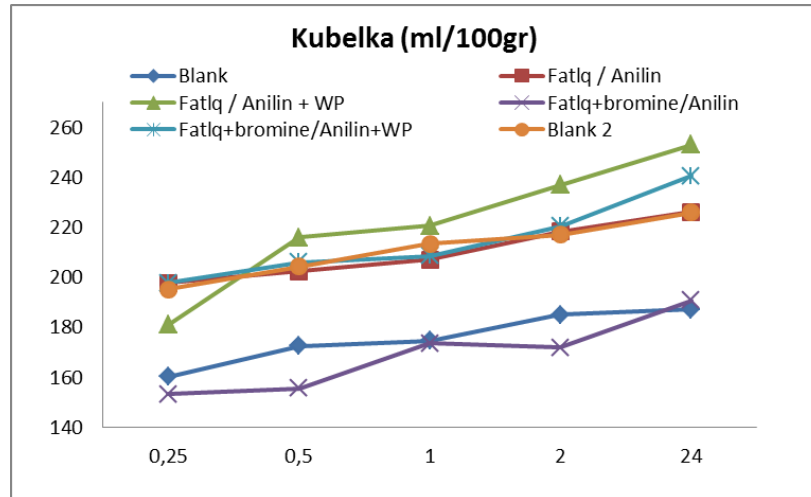


Figure 1. Kubelka (Static water absorption) values of glove leathers (ml/100gr)

When static water absorption values in 24 h were evaluated it can be seen that aniline finished leathers treated with bromine and antimone derivate provided the lowest value and absorbed 190.5 ml water. Generally all results of the other finishing applications were found similar. The highest water absorption was determined from the leathers not treated with bromine and antimony derivate. No minimum or maximum water absorption value for technical leathers is available in UNIDO quality standards.

Dynamic water absorption tests results

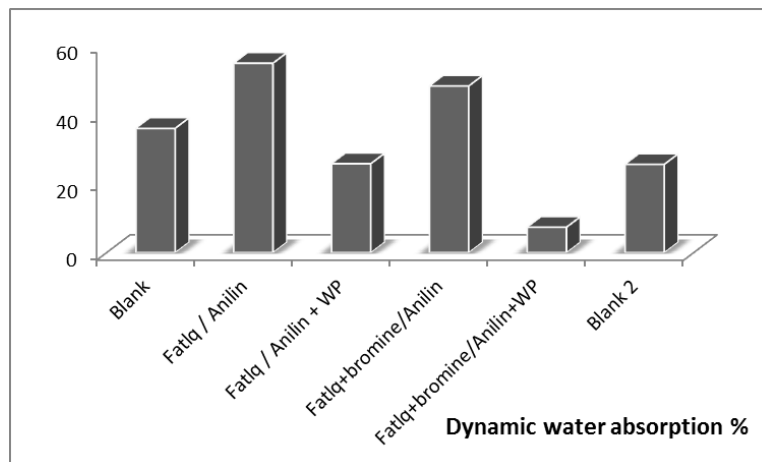


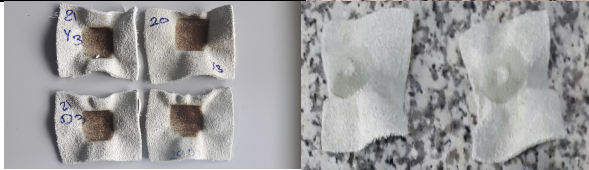
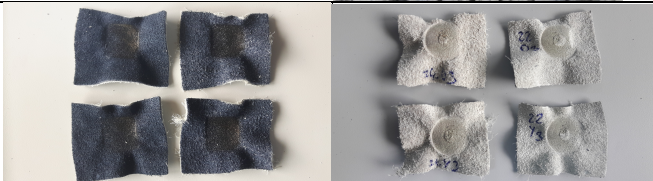
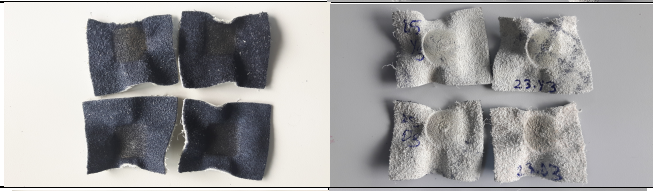
Figure 2. Dynamic water absorption values of glove leathers (%)

Different finishing techniques had a significant effect on the dynamic water absorption values of technical glove leathers. The addition of waterproofing agent decreased the amount of water absorbed by the leathers and with the addition of bromine and antimone lead absorption at a minimum degree.

Thermal resistance test results

Thermal properties values of leather samples are given in Table 2. In UNIDO standards no quality standard value regarding thermal resistance of technical leathers is still available.

Table 2. Thermal resistance test results for aniline and pigmented finished glove leather samples

Samples	Dry heat resistance (200°C)	Heat stability test (300°C)	
	Surface area alteration (%)	Appearance	
Control sample (with vegetable oil)	24.53		
Control sample (with TOC)	28.54		
Aniline-finished samples without bromine and antimony derivatives	29.34		
Aniline-finished samples with bromine and antimony derivatives	28.54		
Aniline-water proofing finished samples without bromine and antimony derivatives	26.95		
Aniline-water proofing finished samples with bromine and antimony derivatives	27.23		

Aniline-finished samples without bromine and antimony derivative were the most adversely affected samples from dry heat (200°C) and showed the highest surface alteration. Aniline-water proofing finished samples without bromine and antimony derivative provided the lowest area alteration value. All samples exhibited good and similar heat stability values at 300°C.

CONCLUSIONS

In the present study, the effects of different leather finishing types, aniline and waterproof-aniline on protective properties of glove leathers were investigated in terms of water absorption, tensile and tear resistance and thermal resistance tests to emphasize the importance of the materials used in the manufacture of safety gloves. Aniline-water proof finished samples without bromine and antimone derivate provided the lowest area alteration value when exposed to dry heat. The addition of waterproofing agent decreased the amount of water absorbed by the leathers with waterproof finishes and with the addition of bromine and antimone at fatliqouring process. There was no significant effect of aniline and waterproof aniline finishing types on heat stability test. Both finishing applications showed satisfactory structural strength in terms of tensile, tear and stitch tear strength values.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank Ata Dilek Company for supplying calf leather and Derbosan Leather company for the application of finishing techniques.

REFERENCES

- [1] Irzmańska E, Okrasa M, Preliminary study evaluating manual dexterity tests assessing gloves protecting against cuts and stabs by hand knives, *International Journal of Industrial Ergonomics* 2016,**56**, 138.
- [2]Ceballos D, Reeb-Whitaker C, Glazer P, Murphy-Robinson H, and Yost M, Understanding Factors That Influence Protective Glove Use Among Automotive Spray Painters, *Journal of Occupational And Environmental Hygiene* 2014, **11**, 5.
- [3]Örk N, Zengin G, AdıgüzelZengin AC, Kılıç E, Performance properties of protective leather gloves, 7th European Conference on Protective Clothing (7thECPC), 23-25 May 2016, İzmir, Turkey.
- [4] Da C, Kangjian W, Nianhua D, Meng L and Weihua D, Flame Resistance of Leather Tanned with Zr-Al- Ti Complex Tanning Agent, *JSLTC* 2012, **96**, 116.
- [5] Wang K J, Chen D, Liu L 2012, Functional leather series –flame retardant leather, *Beijing Leather* 24 87
- [6] TS EN ISO 2418, Chemical, physical and mechanical and fastness tests, Sampling location, Turkish Standard (TSE), Ankara, Turkey, 2006.
- [7] TS EN ISO 2419, “Leather- Physical and mechanical tests- Sample preparation and conditioning”, Turkish Standard (TSE), Ankara, Turkey, 2006.
- [8] TS 4119 EN ISO 3376 Physical and mechanical tests, Determination of tensile strength and percentage extention. Turkish Standard (TSE), Ankara, Turkey, 2006.
- [9] TS 4118-2 EN ISO 3377-2, Leather - Physical and mechanical tests; Determination of tear load - Part 2: Double edge tear, Institute of Turkish Standard, (TSE), Ankara, 2005
- [10]TS 4123 EN ISO 2417,Leather - Physical and mechanical tests - Determination of the static absorption of water, Institute of Turkish Standard, (TSE), Ankara, 2005
- [11] TS EN ISO 5403-1, Leather - Determination of water resistance of flexible leather - Part 1: Repeated linear compression (penetrometer), Institute of Turkish Standard, (TSE), Ankara, 2005.

Tekstil Ürünlerine Yerleştirilen Ultrasonik Sivrisinek Kovucularının Koruma Amaçlı Kullanımı

M. KARAHAN¹, N. KARAHAN², P. AKYUVA³ ve B. KUL⁴

¹ Prof. Dr., Uludağ Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Nilüfer/Bursa

² Öğr. Gör., Uludağ Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Nilüfer/Bursa

³ Öğr. Gör.Dr., Uludağ Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Nilüfer/Bursa

⁴ Öğr. Gör., Uludağ Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu, Nilüfer /Bursa basrikul@uludag.edu.tr

ÖZET

Flavivirus ailesinde bulunan zika virüsü (ZIKV)nün neden olduğu hastalık enfekte sivrisinekler tarafından insanlara bulaştırılmaktadır. Sivrisinek tarafından ısırılan kişilerde hafif semptomlar görülmekle birlikte ölüm ile sonuçlanan vakalar da görülebilmektedir. Ayrıca hamile bayandan bebeğine geçen etken, bebeklerde doğumsal anomalilere neden olmaktadır.

ZIKV için ilaç veya aşı bulunmadığından tek etkili yöntem ısırıklardan korunmaktır. Özellikle hamile, yaşlı ve çocukların korunması gerekmektedir. Günümüzde sıklıkla kullanılan kimyasallarla korunma yönteminde, etkili oldukları süre boyunca tam koruma sağlayamadığı gibi yüksek dozlarda kimyasal maddeye de maruz kalınmaktadır. Bunun için sivrisinek ısırmasının daha etkin şekilde önlenmesi gerekmektedir.

Bu amaçla ultrasonik ses dalgalarından yararlanılarak sivrisinek ısırmalarının önüne geçilmesi amaçlanmıştır. Kullanılan aksesuarlara pille çalışan ve kendi kendine şarj olabilmeye özelliğine sahip ultrasonik sistem yerleştirilmek suretiyle etkinlik sağlanmaktadır. Çok küçük ebatlarda hazırlanan bu düzenek, tekstil dokularıyla birleştirilerek hem gözü yormayan hem de doğa ve insan sağlığı için güvenli ürünler elde edilebilmesini sağlayacaktır. Aksesuar olarak rahatlıkla kullanılabilen, sağlık üzerinde olumsuz etkisi bulunmayan, kolaylıkla taşınabilir özellikte olan bu ürünler ile etkili korunma yöntemi sağlanmaktadır.

ABSTRACT

The disease caused by zika virus (ZIKV) in the Flavivirus family is transmitted to humans by infected mosquitoes. While mosquito bites are seen with mild symptoms, deaths can also be seen. In addition, the factor that passes from the pregnant woman to the baby causes congenital anomalies in infants.

Since no drug or vaccine is available for ZIKV, the only effective method is to protect it from bites. Especially pregnant, older people and children should be protected. Today chemical protection methods are commonly used, they are not able to provide complete protection during their effective period, but while using them people can be exposed to chemical substances at high doses. For this, it is necessary to prevent mosquito bites more effectively.

For this purpose, it is aimed to prevent mosquito bites by using ultrasonic sound waves. Ultrasonic system which has the feature of pile working and self-charging ability is used to produce the efficiency. This device, which is prepared in very small sizes, can be combined with textile products to produce products that are both eye-catching and safe for nature and human health. Effective protection method is provided by these products which can be easily used as an accessory, have no negative effect on health and are easily portable.

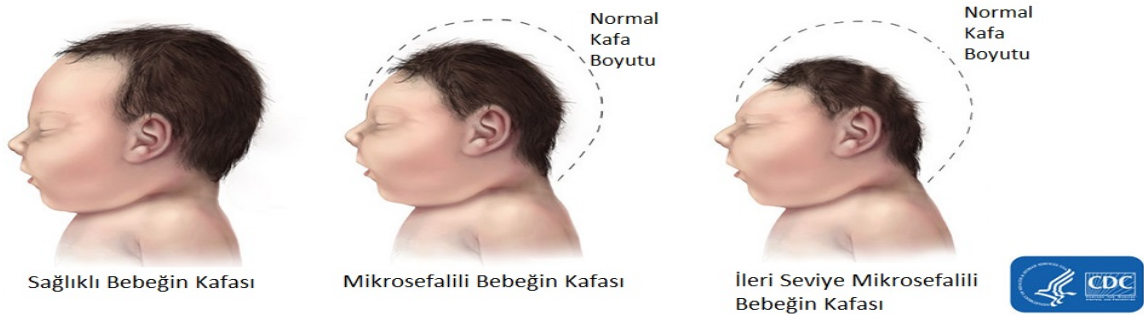
GİRİŞ

Zika virus hastalığına Flavivirus ailesinde bulunan zika virüsü (ZIKV) neden olmaktadır. Öncelikli olarak enfekte Aedes türü sivrisinekler tarafından insanlara bulaşmaktadır. İlk olarak 1947 yılında Uganda’da tespit edilen bu virüsün ilk defa 1952 yılında insanlarda hastalık yaptığı görülmüştür. O günden beri Tropikal Afrika, Güneydoğu Asya ve Pasifik Adaları’nda vakalarla karşılaşmıştır. 2007 yılından önce sadece 14 vakanın tespit edilmesinin nedeni diğer hastalıklarla benzer semptomları gösterdiğinden dolayı ayırt edilememesidir. 1 Şubat 2016 tarihinde Dünya Sağlık Örgütü (WHO) Zika Virüsünü uluslararası düzeyde endişe verici halk sağlığı acil durumu (PHEIC) ilan etti. Virüs diğer birçok ülke ve bölgede rapor edilmiş ve yeni alanlara yayılmaya devam etme ihtimali bulunmaktadır [4,7,8].

ZIKV’de en yaygın belirtiler; ateş, döküntü, eklem ağrısı ve konjunktivit (kırmızı göz) ve baş ağrısıdır. Sivrisinek tarafından ısırılan kişi bir hafta ile birkaç gün süren hafif belirtiler göstermektedir. Semptomlar çok genel olduğundan dolayı genelde insanlar hastanelere başvurmazlar ve farkında olmadan enfeksiyonu geçirebilirler. Ölüm vakaları ile sonuçlanan vakalar da bulunmaktadır.

Bulaşma yollarına baktığımızda; en tipik olanı enfekte dişi sivrisineğin kan emmek için ısırması esnasında olmaktadır. Artropod vektör ile bulaşmanın dışında perinetal (doğum öncesi, esnasında) ve emzirme ile bulaşma söz konusudur. Bunlara ilave olarak kan yolu ve cinsel yolla da bulaştığı belirtilmektedir. Ayrıca ZIKV’nın RNA ve/ veya proteinlerinin idrar, tükürük, amniyotik sıvılar, plasental dokulardan da izole edilmiş olması hastalığı birçok bulaşma yolunun olacağını göstermektedir. Zika virüsü hamile bayandan bebeğine geçmektedir. Bebeklerde mikrosefali olarak doğumsal beyin defekti (Şekil 1) görülmektedir. [1,2,8]

ZİKA virüsü ile enfekte olan kişilerin %80’ini belirgin semptom göstermemektedir. Ayrıca laboratuvar testleri kullanılarak teşhisi oldukça zordur. Bunun yanı sıra klinik belirtiler görülmeye başladığından uygulanabilecek olan tedavi sadece gözlenen klinik semptomlara uygun olarak yapılabilecek tedavilerdir. Uygulanacak olan bazı tedavilerin de hemorajik sendrom ve Reje sendromu gibi diğer durumların ortaya çıkmasına neden olabilmektedir [6].



Şekil 1. Mikrosefali olarak bilinen doğumsal anomalli bebek ile sağlıklı bebek ile karşılaştırılması [3]

KORUNMA YOLLARI

ZIKV tedavi edici herhangi bir ilaç veya aşı bulunmamaktadır. Bundan korunmak için hamile kadınlar başta olmak üzere insanların ZİKA ile enfekte olan alanlara seyahat etmeleri engellenmeli ve tek korunma yolu olan sivrisinek ısırmasının önlenmesidir. [1,3,4,8] Sivrisinek ısırmalarından korunma yolları: koruyucu kıyafetler giymek, dışarıda az zaman geçirmek ve sinek uzaklaştırıcılar kullanmaktır. En etkili korunma yolu ise sivrisinek ısırmasının engellenmesidir.

Bunların dışında kimyasal madde içeren koruyucular bulunmaktadır. DEET (N,N- dietil m-toluamid, N,N-dietil-3-metilbenzamid olarak da bilinir) içeren kovucular en sıklıkla kullanılan ve en etkili olanıdır.

DEET maddesinin yetişkinlerde yenildiği takdirde hipotansiyon, nöbetler ve komaya neden olduğu hatta bazı durumlarda ölüm şekillendiği belirtilmektedir. Deri veya göz ile temas ettiğinde ise kontakt dermatit, kaşıntı, anjiyoödem ve konjunktival hasarlara neden olmaktadır. İnsan ve çocuklarda en fazla günde 3 kere olacak şekilde maksimum %10'luk konsantrasyonunda kullanımı güvenli olan DEET sadece 2-3 saatlik koruma sağlamaktadır. Bu da özellikle tüm gün boyunca iç mekanlarda bile ısırma özelliği gösteren *Aedes* türü sivrisinekler için yeterli olmamaktadır [5].

Son yıllarda sivrisinek ısırıklarından ve Zika virüsünden korunma yolları ile ilgili olarak yapılan araştırmalarda kimyasal madde kullanımı dışından aşılama, terapötiklerler denenmiş ancak her iki durumunda etkili olmadığı gözlenmiştir.

Hastalık bulaşmasını engellemek için ZIKA etkeninin olduğu sık görüldüğü bölgelerde sivrisineklerle mücadele yöntemleri uygulanmaya başlanmış. DDT ve ağır pestisitler yüksek oranlarda kullanılmış ancak bunların da çevreye karşı olumsuz etkileri olduğundan dolayı yeni nesil pestisitler kullanılarak vektörel bazda korunma yöntemleri denenmektedir [7].

Sivrisinek ısırığından korunmak amacıyla kullanılan kovucu kimyasalların dezavantajları farklı ve zararsız kovucuları araştırmamıza bizleri yöneltmiştir. Sivrisinek ve haşerelerin etkilendikleri ses dalgaları belirlenerek üzerimizde çok kolay taşıyabileceğimiz zararsız aksesuarlar haline getirilebilir (şekil 2) . Çok küçük ebatlarda hazırlanacak bu düzenek tekstil dokularıyla birleştirilerek hem gözü yormayan hem de doğa ve insan sağlığı için güvenli ürünler elde edilebilir.

Doğada her hayvanın duyduğu ses frekansı farklıdır. Genel kural büyük boy hayvanlar düşük frekans sesleri ufak hayvanlar ise yüksek frekanslardaki sesleri duyarlar. Ultrasonik kovucu cihazlar amacına ve hedefine uygun olarak ultrasonik sesler yayarak haşere ve zararlılarda dayanamayacakları bir rahatsızlığa yol açarlar. Ultrasonik kovucuların çalışma mantığını şu şekilde açıklayabiliriz. Birçok canlının yaşam süreci işitme sistemlerine bağlıdır. Araştırmalar şunu göstermiştir ki; eğer siz onların hayati kritik işitme frekansları dahilinde ses üretirseniz, onlar kendilerini çok rahatsız hissederler ve hayatları tehdit edilmiş diye algırlar ve bulundukları alanı terk etmeye zorlanırlar. Nasıl ki insanlar gürültülü ortamlardan uzaklaşırlarsa, sivrisinekler ve haşereler de kendileri için gürültülü ortama pille desteklenen ultrasonik kovuculara yerleştirilecek sinyal vericiler, güç kaynağının azalması hakkında uyarı vereceklerdir. Bu sistem, bir insanın üzerinde taşıyabileceği aksesuarlarla birleştirilerek hem görsellik sağlanmış hem de zararsız bir şekilde sivrisinek ve haşerelerden korunulmuş olacaktır.



Şekil 2. Kovucuların taşınabilme özelliklerinin gösterimi

KAYNAKLAR

- [1] Alvarado Maria G, Schwartz David A, *Arch Pathol Lab Med* 2017, **141**, 26
- [2] Chan Jasper F.W, Choi Garnet K.Y, Cheng Vincent C.C, Yuen Kwok-Yung, *Journal of Infection*, 2016 **72**, 507
- [3] Center for disease control and prevention. <http://www.cdc.gov/zika> (Eriřim tarihi:16.03.2016)
- [4] Dünya Saęlık Örgütü (WHO),Media centre. Zika virüs, Fact sheet , Updated February 2016 (Eriřim tarihi:12.01.2017)
- [5] Koren G, Matsui D, Bailey B, *CMAJ*, 2003; **169**, 209
- [6] Rabaana Ali A, Bazzib Ali M, Al-Ahmed Shamsah H, Al-Ghaith Mohamed H, Al-Tawfiq Jaffar A, *Journal of Infection and Public Health*, 2017, **10**, 141
- [7] Weaver Scott C, Costa Federico., Garcia-Blanco , Ko Albert I., Ribeiro Guilherme S, Saade George, Shi Pei-Yong, Vasilakis Nikos, *Antiviral Research*. 2017, **30**, 69
- [8] Zanluca C., Santos C.N.D, *Microbes and Infection*, 2016, **18**, 295

Sorumlu yazar:

Pelin Fatma AKYUVA

Uludaę Üniversitesi Teknik Bilimler Meslek Yüksekokulu

E-mail: pekinak@uludag.edu.tr

Sunumla ilgili belirtilmesi gerekenler

1. Sunumun nitelięi **sözlü sunum**

2. Ekolojik Üretim

Karides atıklarından kitosan biyopolimerinin üretimi ve nanoparçacıklarının sentezi

¹Mahmut TAŞ, ¹Emel Ceyhan SABİR, ²Aygül KÜÇÜKGÜLMEZ

¹Çukurova Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, ADANA

²Çukurova Üniversitesi, Su Ürünleri Fakültesi, ADANA

mahmuttas@cu.edu.tr

ÖZET

Polimerik nanoparçacıklar medikal ve çevre gibi sektörlerde; ilaç salınımı, ağır metal giderimi gibi farklı amaçlarla kullanılmaktadır. Bu nanoparçacıklar tekstil sektöründe de dokunmuş, örülmüş yada dokusuz yüzeylere fonksiyonel özellik kazandırmak amacıyla kullanılabilir. Bu çalışma kapsamında kitin, derin su pembe karidesi kabuklarından kimyasal yöntemler ile ekstrakte edilmiştir. Elde edilen kitin daha sonra deasetilasyon işlemi ile kitosana dönüştürülmüş ve deasetilasyon derecesi titrasyon yöntemi kullanılarak %93 olarak tespit edilmiştir. Kitosan nanoparçacıkların üretimi için öne çıkan yöntemlerden biri olarak bilinen iyonik jelleşme yöntemi üretilen biyopolimeri nanoparçacık haline getirmek için kullanılmıştır. Bu yöntemin seçilmesinin nedeni toksik çapraz bağlayıcılara gerek olmaması ve prosesin kolay uygulanabilmesidir. Üretilen nanoparçacıkların boyutları ve morfolojik yapıları taramalı elektron mikroskobu kullanılarak analiz edilmiş ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Bu çalışma ülkemizde atık olarak ayrılıp değerlendirilemeyen karides kabuklarının nanoparçacık formunda tekstil sektöründe kullanımına olanak sağlaması açısından önem arz etmektedir.

Anahtar Kelimeler: Kitosan, Kitosanın tekstil uygulamaları, karides atığı, nanoparçacık

The production of chitosan from shrimp shells and synthesis of chitosan nanoparticles

ABSTRACT

Polymeric nanoparticles are used in the medical and environmental sectors; Drug release, heavy metal removal, and so on. These nanoparticles can also be used in the textile sector to impart functional properties to woven, knitted, nonwoven surfaces. In this study, chitin was extracted from deep water pink shrimp shells by chemical methods. The resulting chitin was then converted to chitosan by deacetylation and determined to be 93% using deacetylation gradient titration method. One of the most prominent methods for the production of chitosan nanoparticles is the ionic gelation method, which is used to convert the produced biopolymer into nanoparticles. Selecting this method does not require the use of toxic cross-linkers and is easy to apply the process. The sizes and morphological structures of the nanoparticles produced were analyzed using a scanning electron microscope and the results were evaluated. This study is important in terms of enabling the use of shrimp shells in the nanoparticle form in the textile sector.

Key Words: Chitosan, Nanotechnology, Shrimp wastes, Textile applications of Chitosan

1. GİRİŞ

Polimerik nanoparçacıklar kolayca üretilen ve birçok farklı kullanım alanına hitap eden ve üstün özelliklere sahip malzemelerdir[1]. Bu konuda çalışılan biyopolimerlerin başında yer alan kitosan, yeryüzünde selülozdan sonra en fazla bulunan biyopolimer olan kitinin deasetillenmiş hali olarak tanınmaktadır. Kitinin deasetilasyonu ile elde edilen kitosan ise sahip olduğu biyobozunurluk, kolay çözünebilirlik, antibakteriyellik gibi özellikleri ile son zamanlarda oldukça dikkat çekmektedir[2], [3].

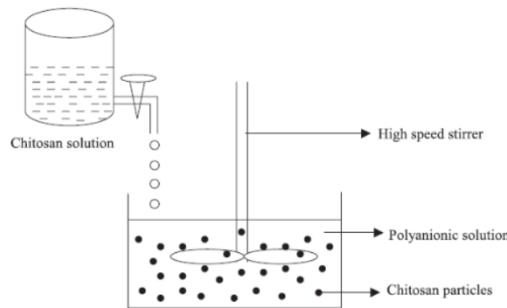
Kitosan tekstilde ve diğer sektörlerde mikro-nanoparçacık, hidrojel, lif, sünger gibi farklı formlarda kullanılabilir. Bu formların arasında tekstil sektörü için en önemlileri lif ve nanoparçacık formlarıdır. Kitosan nanoparçacıkların tekstil uygulamalarına bakıldığında bu nanoparçacıkların konvansiyonel tekstillere antibakteriyellik, renk haslıklarının iyileştirilmesi, yünl kumaşlar için keçeleşmezlik, UV koruyuculuk gibi özelliklerin kazandırılması için sıkça kullanıldığı görülmektedir [3-5]. Kitosan nanoparçacıkların üretimi için ortaya bir çok yöntem atılmış fakat bunların yalnızca bir kısmı kabul görmüştür[6]. Kitosan nanoparçacıkların tekstil yüzeyine uygulandığında gösterdiği etkinin miktarı bu nanoparçacıkların boyutları ile doğrudan ilgili olduğu için bu nanoparçacıkların üretimi kadar boyutlarının dağılımı da önem taşımaktadır.

Bu çalışmada ülkemizde avcılığı gerçekleştirilen karides atıklarının kitosan nanoparçacığı üretiminde kullanımı araştırılacaktır. Üretilen kitosan nanoparçacıkları tekstil yüzeylerine antimikrobiyal özellik kazandırmak için kullanılabileceği gibi metal iyonları ile takviye edilerek UV-koruyuculuk gibi spesifik alanlarda da kullanılabilecektir. Üretiminin yerel atık kaynaklardan gerçekleştirilecek olması ve nanoparçacık üretiminin toksik olmayan çapraz bağlayıcılar ile yapılabilmesi bu çalışmanın önemini artırmaktadır.

2. MATERYAL VE METOD

Kitosan biyopolimerinin üretimi ülkemizde de avcılığı yapılan derin su pembe karideslerinin atık olarak ayrılan kısmından Küçükgölmez ve arkadaşlarının uyguladığı kimyasal yöntem esas alınarak gerçekleştirilmiştir. Elde edilen biyopolimerin deasetilasyon derecesinin %93 olduğu görülmüştür.

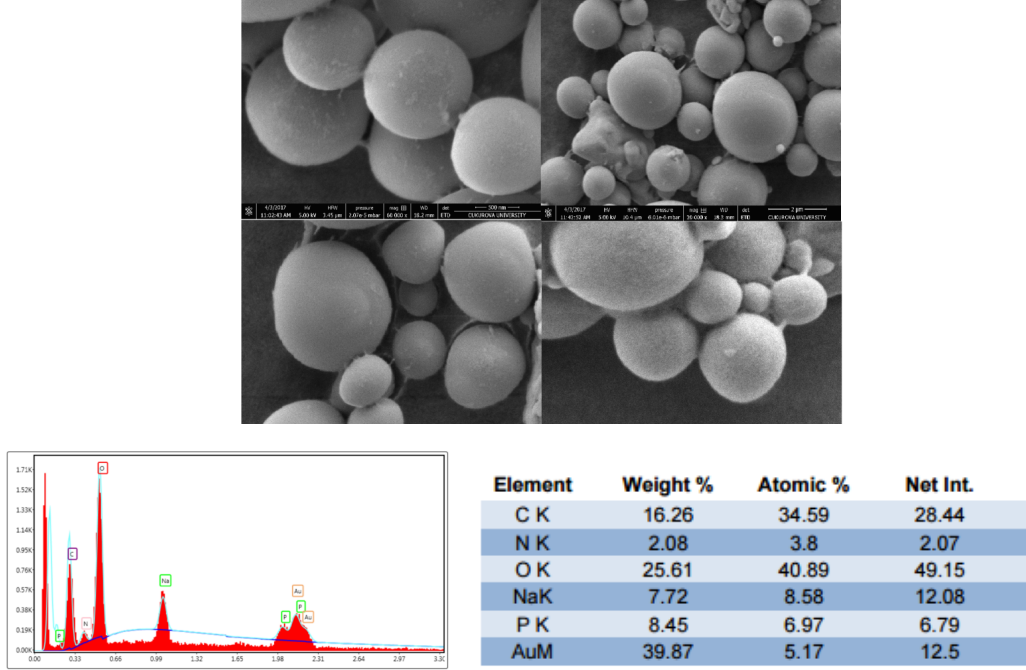
Üretilen kitosan biyopolimerinden nanoparçacıkların üretimi için iyonik jelleşme metodu kullanılmıştır. Bu metodun esası kitosanın pozitif yüklü amino grupları ile sodyum tripolifosfat gibi bir polianiyonun negatif uçları arasındaki etkileşime dayanmaktadır. Bu üretim için ilk olarak %0,1 konsantrasyonda kitosan çözeltisi %1'lik asetik asit içerisinde hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltinin PH değeri sodyum hidroksit kullanılarak 5-6 aralığına ayarlanmıştır. Daha sonra 1 mg/ml konsantrasyonda hazırlanan sodyum tripolifosfat çözeltiye damla damla eklenmiş ve nanoparçacıkların kendiliğinden oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 1: İyonik jelleşme yöntemine ait şematik gösterim

3. SONUÇLAR

Üretilen kitosan nano ve mikro parçacıkların taramalı elektron mikroskobu altındaki görüntüleri şekil 2’de verilmiştir. SEM sonuçları incelendiğinde üretilen nano ve mikro parçacıkların boyutlarının 250 nm ile 2 mikrometre arasında olduğu görülmektedir. Verilen EDX sonucunda ise kitosan biyopolimerini oluşturan elementler ve kullanılan çapraz bağlayıcının varlığı anlaşılmaktadır.



Şekil 2: Kitosan nano ve mikro parçacıkların SEM ve EDX analizi sonuçları

Teşekkür

Bu çalışma Çukurova Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiş olup (Proje numarası: FBA-2014-2831) Çukurova Üniversitesi Rektörlüğüne teşekkür ederiz.

Referanslar

1. Vauthier C, Bouchemal K. Methods for the Preparation and Manufacture of Polymeric Nanoparticles. Pharmaceutical Research. 2009;26(5):1025-58.
2. Younes I, Rinaudo M. Chitin and Chitosan Preparation from Marine Sources. Structure, Properties and Applications. Marine Drugs. 2015;13(3):1133-74.
3. Chung YS, Lee KK, Kim JW. Durable press and antimicrobial finishing of cotton fabrics with a citric acid and chitosan treatment. Textile Research Journal. 1998;68(10):772-5.
4. Fengzhi G, Yuli H, Lin C. Functional finish of wool knitting fabric using Chitosan and TiO₂ nanoparticles. Proceedings of 2006 China International Wool Textile Conference & IWTO Wool Forum. 2006:476-82.
5. Walawska A, Filipowska B, Rybicki E. Dyeing polyester and cotton-polyester fabrics by means of direct dyestuffs after chitosan treatment. Fibres & Textiles in Eastern Europe. 2003;11(2):71-4.
6. Rampino A, Borgogna M, Blasi P, Bellich B, Cesaro A. Chitosan nanoparticles: Preparation, size evolution and stability. International Journal of Pharmaceutics. 2013;455(1-2):219-28.

SYNTHESIS OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM WASTE COTTON FIBERS

ATIK PAMUK LİFLERİNDEN MİKROKRİSTAL SELÜLOZ SENTEZİ

Sabiha DEMİRCİ¹, Ebru BOZACI^{2*}, Fatma AYHAN^{1**}

*Presenting Author, **Corresponding Author

1 Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Biyokimya ve Biyomalzemeler Araştırma Laboratuvarı, Kötekli/Muğla, Türkiye

2 Ege Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Bornova/İzmir, Türkiye

ABSTRACT

Cellulose is the most common and abundant natural polymer, which can be obtained from higher plants, bacteria and algae. It is a renewable, biodegradable and biocompatible material. Large amounts of textile wastes are produced in textile industry and disposal of these wastes is becoming a major problem. It is an interesting subject to make use of cellulosic materials from textile wastes to reduce disposal problems. One of the methods to recycle waste cotton fibers is extracting microcrystalline cellulose (MCC). MCC has been used for many years in different industries such as cosmetics, plastics, food, pharmaceuticals, composite materials due to their unique chemical and physical properties. Also synthesis of microcrystalline cellulose is an intermediate step for synthesis of nanocrystalline cellulose.

In this study, microcrystalline cellulose was produced from waste-cotton fiber obtained from a spinning mill. Microcrystalline cellulose (MCC) was synthesized by acid hydrolysis method. A mixture of nitric and hydrochloric acids was used to hydrolyze the waste cotton fibers.

The microcrystalline cellulose was characterized with FTIR, Inverted Microscopy and Scanning Electron Microscopy (SEM) analysis. The synthesized MCC will be used for textile and polymer applications.

ÖZET

Selüloz bitkilerden, bakteri ve alglerden elde edilebilen, yaygın ve bol olarak bulunan yenilenebilir, biyolojik olarak parçalanabilen ve biyoyumlu doğal bir polimerdir. Tekstil sanayisinde büyük miktarda tekstil atıkları açığa çıkmakta ve bu atıkların bertaraf edilmesi büyük bir sorun haline gelmektedir. Atık imha sorunlarını azaltmak için tekstil atıklarında bulunan selülozik materyallerin kullanması ilgi çeken bir konudur. Atık pamuk liflerinin geri dönüşüm yöntemlerinden biri mikrokristalin selüloz (MKS) eldesidir. MKS benzersiz kimyasal ve fiziksel özellikleri nedeniyle kozmetik, plastik, gıda, ilaç, kompozit gibi değişik sanayilerde uzun yıllardır kullanılmaktadır. Ayrıca, mikrokristalin selüloz sentezi nanokristalin selüloz sentezi için ara basamak olarak kullanılmaktadır.

Bu çalışmada, iplik işletmesinden elde edilen atık pamuk lifler kullanılarak asit hidroliz yöntemi ile selüloz mikrokristal (SMK) sentezlenmiştir. Atık pamuk liflerinin hidrolize edilmesinde nitrik ve hidroklorik asit karışımı kullanılmıştır.

Mikrokristal selüloz, FTIR, inverted mikroskop ve taramalı elektron mikroskop (SEM) analizleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Sentezlenen SMK, tekstil ve polimer uygulamalarında kullanılacaktır.

GİRİŞ

Polimer endüstrisi, sürekli gelişen ve yenilenen bir sektördür. Polimer ürünlerin çoğunluğunun petrol ve türevlerine dayalı kaynaklardan üretilmesinin çevreye ve insan/hayvan sağlığına olumsuz etkisi ve geri dönüşümsüz olması gibi bazı dezavantajları bulunmaktadır. Yenilenebilir ve sürdürülebilir olması gibi nedenlerle bitkisel, mikrobiyal doğal kaynaklardan elde edilen biyopolimerik malzemelerin kullanımı giderek yaygınlaşmaktadır [1].

Doğada en çok bulunan ve en önemli olan biyopolimerlerden olan selüloz, β -(1, 4) glikozidik bağlarla bağlanmış D-anhidropiranozlardan oluşan doğrusal sindiyotaktik homopolimerdir. Ulaşılabilirlik, biyoyoumluluk, biyodegradasyon ve sürdürülebilirlik gibi karakteristik özellikleri nedeniyle selüloz geniş bir kullanım alanına sahiptir. Selüloz, fibriller kristalin yapıdadır ve değişik biyolojik kaynaklardan elde edilmektedir [2].

Selüloz mikrokristaller, mikro ölçekteki boyutlarıyla biyopolimer malzemeler arasında geniş bir kullanıma sahiptir. Mikrokristal selülozlar geniş yüzey alanı, yüksek sağlamlık, düşük yoğunluk ve düşük termal genleşme özelliklerine sahiptir. Bu özellikler nedeniyle boya, kozmetik, gıda, farmasötik gibi endüstrilerde geniş bir kullanım alanını bulunmaktadır [3-5].

Dünyada nüfus artışı ile birlikte tüketim artmakta ve birçok ürün ve malzeme türünün çevresel zararları, özellikle atıkların değerlendirilmesi ve geri dönüşüm üzerine yapılan çalışmalar önem kazanmaktadır [6]. Türkiye’de GSYH’nin yaklaşık % 10’unu oluşturan ve dünyada olduğu gibi Türkiye’de de en önemli sektörlerden biri olan tekstil endüstrisinde her türlü doğal ve sentetik olarak elde edilen lifler kullanılmaktadır. Tekstil mamullerinin üretimi sırasında ve kullanım sonrası ortaya çıkan tekstil atıkları, mekaniksel, termo-mekaniksel, kimyasal yöntemler ya da enerji elde etme yöntemleri ile değerlendirilebilmektedir [7]. Tekstil endüstrisinde en çok kullanılan doğal lifler pamuk başta olmak üzere, jüt ve sisal gibi selülozik lifler ile yün ve ipek gibi hayvansal liflerdir [8]. Selülozik tekstil atıkları mekanik olarak kağıt gibi materyallere, karboksimetil selüloz, selüloz ester, selüloz asetat gibi selüloz türevlerine kimyasal olarak dönüştürülebilmektedir [7]. Atık tekstil liflerinin dönüşüm yöntemlerinden biri de mikrokristal selüloz elde edilmesidir. Pamuk liflerinin eğirme işlemi sırasında, bazı lifler kısa lifler oluşturacak şekilde kopmakta, eğirme işleminde kullanılamamakta ve yüksek miktarda lif telef olarak ayrılmaktadır [3].

Yapılan araştırmada SMK, asit hidrolizi yöntemiyle pamuk telefinden elde edilmiştir. Oluşan selüloz mikrokristallerin yapısal analizi Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometresi (FTIR) ile yapılmış, İnverted Mikroskop ve Taramalı Elektron Mikroskop (SEM) görüntüleri alınarak karakterize edilmiştir.

MATERYAL VE METOD

Pamuk telefi, NaOH ile işlem ardından NaClO işlem görmüştür. İşlem gören pamuk telefi daha sonra nitrik asit (%68 w/w), hidroklorik asit (%37 w/w) ve saf su (1:2:2 v/v) karışımı ile 60°C’de 1 saat işlem görmüştür. Elde edilen SMK filtre edilerek, nötralize edilmiş, etanol ve aseton ile yıkanmıştır [5, 9].

Asit hidrolizi ile elde edilen selüloz mikrokristaller inverted mikroskop (MOTİC AE31E Series Inverted Microscope), FTIR (Thermo-Scientific IS10-ATR FTIR) ve SEM (JEOL marka JSM-7600F model SEM, 15 kV) analizleri ile karakterize edilmiştir.

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

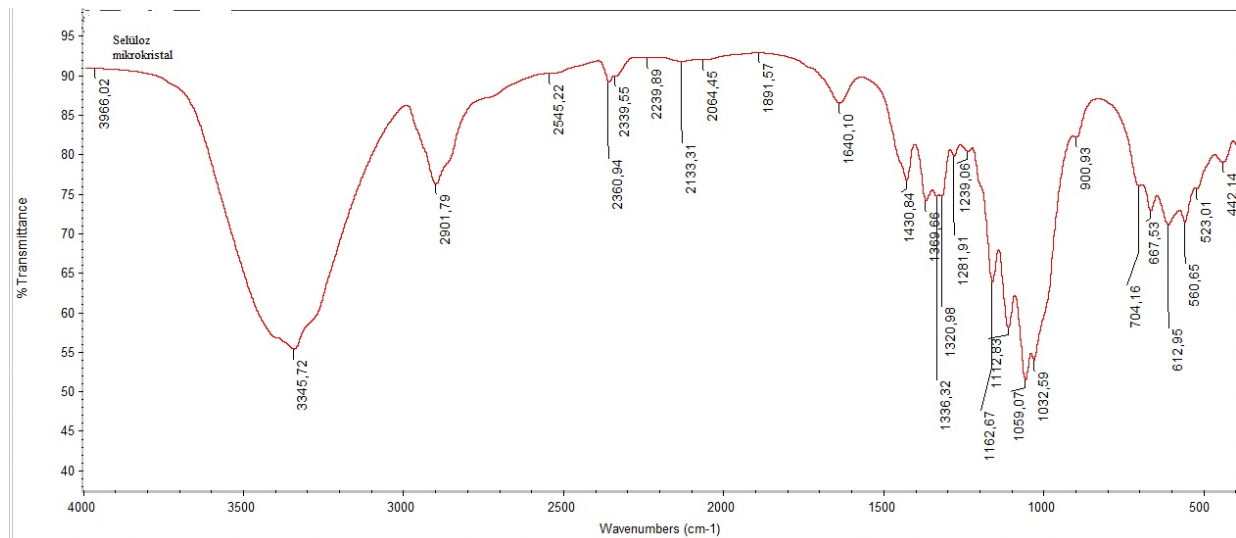
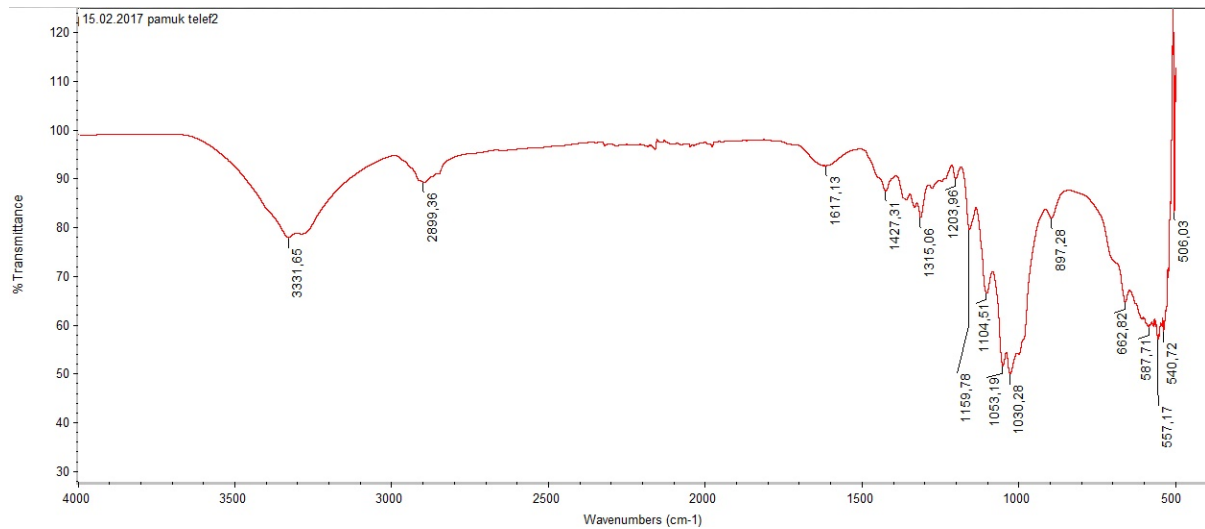
FTIR Spektroskopisi

Birçok selülozik malzeme, elde edildiği kaynağa göre farklı oranlarda olmak üzere kristal ve amorf bölgelerden oluşmaktadır. Reaktantların çoğu sadece amorf bölgelere girebilmektedir. Bu nedenle tepkimeler, amorf bölgelerde ve kristal bölgelerin yüzeyinde gerçekleşerek, kristalin iç bölgeleri

etkilememektedir[10]. SMK eldesi için yapılan asit hidrolizi işlemi sırasında amorf bölgeler öncelikli olarak hidrolize olurken, kristalin bölgeler asit saldırısına karşı daha yüksek dayanım göstermektedir [1].

Sentez sonrasında oluşan fonksiyonel grupların belirlenmesi için pamuk telefi ve SMK'lerin FTIR spektrumları alınmıştır. Kristal yapı düzenlemesi, kristal bölge bandlarındaki piklerin şiddetinin değişimi ile anlaşılabilmektedir.

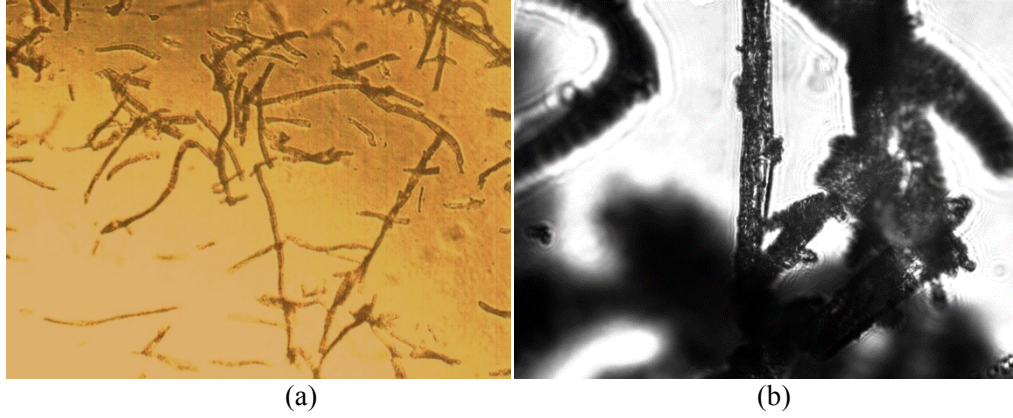
OH- gerilme titreşimi nedeniyle oluşan 3600- 3100 cm^{-1} aralığındaki absorpsiyon bandı hidrojen bağları hakkında önemli bilgi vermektedir. Hidrojen bağlarının, pik karakteristiğine göre SMK spektrumunda pamuk telefine göre daha keskin ve düşük şiddette olduğu görülmektedir. Bu durum, molekül içi ve arası hidrojen bağ kırılmaları ile bağlantılı olabileceği şeklinde yorumlanmıştır. Selülozik yapının varlığı C-H gerilme titreşimini veren 2900 cm^{-1} dalga boyundaki bant keskinliğinin artması ve şiddetinin azalması ile de doğrulanabilmektedir. Absorbe olan suyun H-O-H bükülmesi 1640 cm^{-1} 'deki bandın varlığı ile görülmüştür. SMK'lerin FTIR spektrumundaki 1430 cm^{-1} absorpsiyon piki, simetrik CH_2 bükülme titreşiminin şiddetinin azaldığı görülmektedir. Yani "kristallik bandı" olarak bilinen bu bandın aynı zamanda örneğin kristallik derecesinin azaldığını da göstermektedir [5, 9, 10]. Temel karakteristik pikler 898 cm^{-1} absorpsiyon bandlarında gözlenmiştir. Bu dalga boyunda gözlenen pik β -(1 $\rightarrow$ 4) glikozidik bağlardaki C-O-C gerilmesine karşılık gelir ve amorf absorpsiyon bandıdır.



Şekil 1. Pamuk ve mikrokristal selülozun FTIR spektrumu.

Optik Mikroskop Görüntüleri

Elde edilen SMK'lerin yapısının daha iyi aydınlatılması amacıyla inverted mikroskop (Şekil 2) görüntüleri çekilmiştir. Mikroskop görüntüleri incelendiğinde, fibriller yapıda çubuk şeklinde kristaller gözlenmiştir.



Şekil 2. Mikrokristal selülozun inverted mikroskop görüntüleri a) 40x, b) 60x

Taramalı Elektron Mikrograflar (SEM)

Şekil 3'de asit hidrolizi ile hazırlanan SMK'lerin SEM mikrografları görülmektedir. Mikrograflardan, mikrokristal yapıların morfolojisinin genelde çubuk şeklinde olduğu görülmektedir. Hammadde kaynağı ve hidroliz yöntemine göre morfolojik farklılıklar olabileceği dikkate alındığında, SMK yapıların elde edildiği görülmektedir [11, 12].

