T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİOLEFİN KAPLANARAK SÜPERHİDROFOBİK HALE GETİRİLEN POLYESTER KUMAŞLARIN SENTEZİ VE KARAKTERİZE EDİLMESİ

BAHAR ŞENGÜL
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

GEBZE
2020

T.C.
GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

POLİOLEFİN KAPLANARAK SÜPERHİDROFOBİK HALE GETİRİLEN POLYESTER KUMAŞLARIN SENTEZİ VE KARAKTERİZE EDİLMESİ

BAHAR ŞENGÜL
YÜKSEK LİSANS TEZİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMANI
PROF. DR. HÜSNÜ YILDIRIM ERBİL

GEBZE
2020

T.R.

GEBZE TECHNICAL UNIVERSITY

GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF SUPERHYDROPHOBIC POLYESTER FABRICS COATED BY POLYOLEFINS

BAHAR ŞENGÜL

A THESIS SUBMITTED FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE

DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING

THESIS SUPERVISOR

PROF. DR. HÜSNÜ YILDIRIM ERBİL

GEBZE

2020

GEBZE TEKNİK ÜNİVERSİTESİ	**YÜKSEK LİSANS JÜRİ ONAY FORMU**

GTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun 23/01/2020 tarih ve 2020/05 sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından 20/02/2020 tarihinde tez savunma sınavı yapılan Bahar ŞENGÜL'ün tez çalışması Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı'nda YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE (TEZ DANIŞMANI)	: Prof. Dr. Hüsnü Yıldırım ERBİL
ÜYE	: Doç. Dr. Rezan DEMİR ÇAKAN
ÜYE	: Prof. Dr. HÜSEYİN DELİGÖZ

ONAY

Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun

..... tarih ve ..... sayılı kararı.

ÖZET

Yüzeyinde 150º'den büyük su temas açıları veren süperhidrofobik kumaşlar, yağmurda ıslanmayan askeri ve sivil pardesüler, filtrasyonda kullanılan membranlar, metal levha depolamada korozyon önleyici, askeri örtüler, hastanelerde tıbbi önlükler, itfaiye kıyafetleri, fonksiyonel spor giyim ve korozyon önleyici brandalar gibi birçok alanda uygulanma potansiyeline sahiptir. Ayrıca, kendi kendini temizleme performansı sayesinde bazı tekstil ürünlerinin yıkama sayısını azaltabilir.

Bu tez çalışmasında, polipropilen (PP) ve polietilen (LDPE), polipropilen-polietilen kopolimer (PP-PE), siklo-olefin kopolimer (COC) çözeltileriyle, 79 gr/m² ve 149 gr/m² ağırlıklarında 2 farklı %100 polyester kumaş kaplanmıştır. Değişik miktarlardaki polimerleri çözmek için ksilen solventi kullanılmış, sonra bu çözeltilere değişik miktarlarda 1:1 oranında çözücü olmayan metil etil keton ve siklohekzanon non-solventleri eklenmiş ve çözeltide bulutlanma başlamadan şeffaf halde iken daldırma ile kaplamalar yapılmış ve karakterize edilmiştir. Kumaşlar kaplanmadan önce bir çerçeve ile gerdirilmiş sonra da sabit bir hızda daldırılıp, çıkarılıp, kurutulmuştur. Kaplama esnasında farklı sıcaklıklar (polimer tipine bağlı olarak 40-120 °C arasında) ve solvent/non-solvent oranları (10:90-40:60 arasında) uygulanmıştır. Ayrıca PP/PP-PE ve PP/COC polimer karışımlarının beraber kullanımlarının da su temas açısı üzerine etkisi incelenmiştir. Her bir polimer kaplama malzemesi için farklı optimum kaplama sıcaklığının mevcut olduğu saptanmıştır. Çalışmalar esnasında kullanılan polimer tipinin, kaplandıktan sonra kumaş yüzeyinde ölçülen temas açısını önemli derecede etkilediği sonucuna varılmıştır. Optimum kaplama çözelti konsantrasyonu 30 mg/ml olarak bulunmuştur, ancak optimum kaplama sıcaklığı her polimer için farklıdır: PP-PE kopolimeri için 63°C; PP polimeri için 90 °C; siklo-olefin kopolimeri için 60 °C ve LDPE polimeri için 72 °C'dir. En yüksek temas açısı 79 gr/m²'lik kumaş için 152° ± 2 olarak PP polimeri ve 1:1 oranlı PP/PP-PE bileşimi ile elde edilmiştir. 149 gr/m²'lik kumaşı için elde edilen maksimum temas açısı PP-PE kopolimeri ile 150° olarak elde edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Süperhidrofob, Polipropilen, Polietilen, Polipropilen-Polietilen Kopolimer, Siklik Olefin Kopolimer, Polyester kumaş.

SUMMARY

Superhydrophobic fabrics that allow water contact angles higher than 150º have a big potential to be applied in many areas such as non-wetting military and civilian topcoats in the rain, filtration membranes, anti-corrosion in metal sheet storage, military drapes, medical gowns in hospitals, firefighting clothing, functional sportswear and anti-corrosion tarpaulins. In addition, it can reduce the number of washing some textile products due to its self-cleaning performance.

In this thesis, two different 100% polyester fabrics which has 79 g/m² and 149 g/m² weight types were coated by using solutions of polypropylene, polyethylene, polypropylene-polyethylene copolymer and cyclic-olefin copolymer. Xylene was used to dissolve different amounts of polymers, then different amounts of MEK and cyclohexanone by ratio of 1:1 as a non-solvent couple and fabrics were dipped before clouding point and finally coated fabrics characterized. The fabrics were stretched with a frame and then dipped at a constant speed, removed and dried. In the coating process different temperatures (between 40-120 ° C depend on the polymer type) and solvent/non-solvent ratios (between 10:90-40:60) were applied. In addition, the effects of PP/PP-PE and PP/COC polymer mixtures were investigated on water contact angle. It has been found that There are different optimum coating temperatures for each polymer coating material. It was concluded that the type of polymer used during the studies significantly affected the contact angle measured on the fabric surface after coating. The optimum coating concentration of the solution was determined as 30 mg/ml, but the optimum coating temperature was different for each polymer: these are 63 °C for the PP-PE copolymer; 90 °C for PP polymer; 60 °C for cyclic-olefin copolymer; and 72 °C for PE polymer. In addition, It is 90 °C for 1:1 ratio PP-PE/PP solution and COC/PP solutions. The highest contact angles were obtained with a PP polymer of 152 ° ± 2 and a PP/PP-PE composition in a ratio of 1:1 for the fabric of 79 g/m². The maximum contact angle for the 149 g/m² fabric was 150 ° with the PP-PE copolymer solition.

Keywords: Superhydrophobic, Polypropylene, Polyethylene, Polypropylene-Polyethylene Copolymer, Cyclic Olefin Copolymer, Polyester fabric.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve tecrübelerini hiçbir zaman esirgemeyen, zorlandığım ve ne yapacağımı bilemediğim anlarda desteğiyle yol gösteren, pes etmeden çalışmaya devam etmemi sağlayan ve ilgimi her daim diri tutmaya çalışan Sayın Prof. Dr. H. Yıldırım ERBİL hocama,

Desteğini ve hoşgörüsünü esirgemeyen değerli aileme,

Derslere katılmam ve tezimle ilgili çalışmalarımı yapabilmem adına gerekli durumlarda izin kullanmam konusunda esneklik tanıyan ve destek veren yöneticilerim N. Selma GÖNEN, Onur ERTUN'a,

Bunaldığımda benle ilgilenip rahatlatmaya çalışan arkadaşlarım Hilal AKSUNGUR, Rana ÜÇÜNCÜOĞLU, Meral AYKAÇ, Özlem KABALCI, Bilge DİLAVER, Sayme DİNCER, Ayşe ÇOBAN'a teşekkürlerimi bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	v
SUMMARY	vi
TEŞEKKÜRLER	vii
İÇİNDEKİLER	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ	xiii
TABLOLAR DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
1.1. Tezin Amacı ve İçeriği	3
2. TEMAS AÇISI KAVRAMI	5
2.1. Temas Açısı	5
2.2. Gonyometre ile Temas Açısı Ölçümü	7
2.3. Yüzey Pürüzlülüğü	8
2.4. Yüzey Gerilimi ve Serbest Yüzey Enerjisi Kavramları	8
3. SÜPERHİDROFOBİK YÜZEYLER ve GENEL KULLANIM ALANLARI	10
3.1. Süperhidrofobik ve Süperhidrofilik Yüzeyler	10
3.2. Doğal ve Yapay Süperhidrofobik Yüzeyler	11
3.2.1. Doğal Süperhidrofobik Yüzeyler	11
3.2.2. Yapay Süperhidrofobik Yüzeyler	13
3.3. Süperhidrofobik Yüzeylerin Elde Edilmesi İçin Kullanılan Yöntemler	14
3.4. Süperhidrofobik Malzemelerin Genel Kullanım Alanları	15
3.4.1. Süperhidrofobik Malzemelerin Genel Kullanım Alanları	15
3.4.2. Süperhidrofobik Kumaşların Genel Kullanım Alanları	17
4. POLYESTER LİFİNDEN ÜRETİLEN KUMAŞ	22
4.1. Polyester lifi sentezi (Polietilenteraftalat-PET)	22
4.2. Polyester Liflerinin Özellikleri	23

4.3. Polyester Liflerinin Fiziksel Özellikleri 24
4.4. Polyester Liflerinin Kimyasal Özellikleri 24
4.5. Polyester Liflerinin Tekstilde Kullanım Alanları 24
5. SÜPERHİDROFOBİK KUMAŞLARIN ÜRETİM METOTLARI 26
5.1. Poliolefin Bazlı Plastiklerin (PP/PE bazlı) Kullanıldığı Kaplamalar 26
5.1.1. Daldırma Kaplama Yöntemi 27
5.1.2. Damlatarak Kaplama Yöntemi 38
5.1.3. Spin-Coating Kaplama Yöntemi 40
5.2. Poliolefin Dışı Malzemelerin Kullanıldığı Kaplamalar ve Kaplama Metotları 41
5.2.1. Daldırarak Kaplama Yöntemi 41
5.2.2. Elektrik Alan Destekli Kaplama Yöntemi 46
5.2.3. Kumaş Üzerine Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi 48
5.2.4. Kimyasal Ortamda Bekleterek Kaplama Yöntemi 50
5.2.5. Polimer Aşılama/Grafting Yöntemi 52
6. KULLANILAN MALZEMELER ve KAPLAMA YÖNTEMİ 55
6.1. Kullanılan Malzemeler 55
6.1.1. Kullanılan Polimerler 55
6.1.2. Kaplanan %100 Polyester Kumaş Tipleri 58
6.1.3. Kullanılan Solvent ve Non-solvent Tipleri 59
6.2. Kumaş Kaplama Yöntemi 59
6.2.1. Kaplama Çözeltisi Hazırlanma Yöntemi 60
6.2.2. Kaplanacak Polyester Kumaşlarının Hazırlanması 63
6.2.3. Kaplama İşlemi ve Kaplanmış Kumaşların Laboratuvar Koşullarında Kurutulması 64
6.2.4. Kaplanmış Kumaşların Kalınlık ve Birim (m^2) Ağırlığının Ölçümü 65
6.2.5. Kaplanmış Kumaşların Statik Temas Açılarının Ölçümü ve Optik Mikroskop Görüntülerinin Alınması 66
7. BULGULAR ve YORUMLAR 68
7.1. Kumaş Üzerine PP-PE Kopolimeri ile Yapılan Kaplamalar 68
7.1.1. 15,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar 68

7.1.2. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar 75
7.1.3. 45,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar 86
7.2. Kumaş Üzerine PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar 95
7.2.1. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu %17 Solvent/Non-solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar 95
7.3. Kumaş Üzerine Siklo-Olefin Kopolimeri (COC) ile Yapılan Kaplamalar 98
7.3.1. 50,0 mg/ml Konsantrasyonlu %17 Solvent/Non-solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar 98
7.4. Kumaş Üzerine LDPE Polimeri ile Yapılan Kaplamalar 101
7.4.1. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu %100 Solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar 101
7.5. İki polimer karışımları ile yapılan Kaplamalar 103
7.5.1. Kumaş Üzerine 1:1 Oranlı PE-PP Kopolimeri ve PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar (30 mg/ml Konsantrasyonlu ve %17 Non-solvent Oranı) 103
7.5.2. Kumaş Üzerine 1:1 Oranlı Siklo Olefin Kopolimeri ve PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar (30 mg/ml Konsantrasyonlu ve %17 Non-solvent Oranı) 105
7.6. Polimer Tipinin Statik Temas Açısı Üzerine ve Katlanma Esnasında Kumaş Yüzeyine Etkisi 108
GENEL SONUÇLAR 111
KAYNAKLAR 113
ÖZGEÇMİŞ 119

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler ve Kısaltmalar	**Açıklamalar**
θ	: Temas Açısı
Δ	: Delta
°C	: Santigrat derece
cm^3	: Santimetreküp
dk.	: Dakika
J	: Joule
K	: Kelvin
M	: Molar Konsantrasyon
m^2	: Metrekare
m^3	: Metreküp
ppm	: Milyonda Bir
rpm	: Dakikada Dönen Devir Sayısı
µm	: Mikrometre
µS	: MikroSiemens
AgNP	: Ag Nanopartikülleri
CA	: Temas Açısı
CAH	: Temas Açı Histerisi
$CH_3(CH_2)_{16}COOH$	: Stearik Asit
C_2H_5OH	: Etanol
COC	: Siklo-olefin kopolimeri
CVD	: Kimyasal Buhar Çöktürme
CYH	: Siklohekzanon
EMI	: Elektromanyetik Girişim
EPD	: Elektrik Alan Destekli Kaplama
FAS	: Florlanmış alkil silan
FD-POSS	: Florlu Desil Çok Yüzlü Oligomerik Silseskioksan
HMDSO	: Heksametildisiloksan
HMT ($C_6H_{12}N_4$)	: Heksametilentetraamin

ISI	: Bilgi Bilimleri Enstitüsü
ITO	: İndiyum Kalay Oksit
i-PP	: İzotaktik Polipropilen
LDPE	: Düşük Yoğunluklu Polietilen
MA	: Molekül Ağırlığı
MEK	: Metil Etil Keton
Mg	: Miligram
PA	: Poliakrilat
PANI	: Polianilin
PDA	: Polidopamin
PDMS	: Polidimetilsiloksan
PDMS	: Polidimetilsiloksan
PECVD	: Kimyasal Buhar Biriktirme
PEDOT	: 3,4-ethylenedioxythiophene
PE-PP	: Poli Etilen-Poli Propilen kopolimeri
PFDTES	: 1H, 1H, 2H, 2H-perflorodetiltrietoksisilan
POTS	: H, 1H, 2H, 2H, 2H-per-hidrotiltiletoksisilan
PP	: Poli Propilen
PTES	: 1H, 1H, 2H, 2H-perhidroksi-melanetrilanitin
PTO	: Potasyum titanyum oksalatı
PU	: Poliüretan
SA	: Kayma Açısı
SE	: Koruma Etkinliği
SEM	: Taramlı Elektron Mikroskopu
SSE	: Spesifik Koruma Etkinliği
STA	: Silver Trifloroasetat
TEOS	: Tetraetil Ortosilinat
TiO_2	: Titanyum Dioksit
UT	: Untreatment (İşlem Görmemiş)
WCA	: Su Temas Açısı
WVTR	: Su Buharı İletim Hızı
$Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	: Çinko Nitrat Heksahidrat
ZnO	: Çinko Oksit

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil No		Sayfa No
2.1:	Katı yüzeye damlatılan sıvının yüzey gerilimi etmenleri.	6
3.1:	Hidrofilik (su seven) ve süperhidrofobik (su sevmeyen) kumaş yüzeyleri.	10
3.2:	Hidrofobik ve hidrofilik yüzeylerde temas açısı.	10
3.3:	Nilüfer çiçeği(lotus) yapraklarındaki nano ve mikro ve yapı.	12
3.4:	Hidrofob yüzeye sahip hayvanlar.	13
3.5:	Kao ve ekip arkadaşlarının cam yüzeyinde oluşturduğu kaplama.	13
3.6:	Kirlerin süperhidrofobik yüzeyden su damlası ile uzaklaşması.	15
3.7:	Süperhidrofobik kumaşların kullanım sebepleri.	18
3.8:	Tekstil ürünlerinde süperhidrofobik kaplama uygulamaları.	18
5.1:	Kullanılan non-solvent tipi ile yüzey morfolojisindeki değişimi gösteren SEM görüntüleri.	40
5.2:	Dip-Coating/Daldırmalı kaplama yöntemi aşamaları.	42
5.3:	Test sonrası kumaş yüzeyindeki su damlası görselleri.	44
5.4:	Huang ve arkadaşlarını kumaş kaplama prosesi.	52
6.1:	%100 polyester kumaşların 500 kat büyütme görselleri.	58
6.2:	Test uygulama metodu şematik gösterimi.	60
6.3:	Çözeltilerde kullanılan granüller ve kaplama çözeltisi hazırlama sistemi.	61
6.4:	Kumaş yerleştirilmiş çerçeve örneği.	64
6.5:	Daldırma (Dip-coating) cihazı ve daldırma prosesi görselleri.	65
6.6:	Dijital mikrometre.	66
6.7:	m² ağırlığı hesaplanacak kumaşın boyutları.	66
6.8:	KSV CAM 200 Cihazı.	67
6.9:	Nikon Eclipse LV 100 Optik Mikroskop.	67
7.1:	50 mg/ml ve %17 non-solvent oranına sahip COC polimeri çözeltisi kaplama sayısı-temas açısı grafiği.	99

TABLO DİZİNİ

Tablo		Sayfa No
5.1:	Kim ve arkadaşlarının kullandığı test reçeteleri.	29
5.2:	Kim ve arkadaşlarının deneylerde kullandığı numune kodları ve açıklamaları.	30
5.3:	İzotaktik polipropilen/solvent (p-ksilen) ile işlenmiş kumaşlarda polipropilen parçacıkların çapı.	30
5.4:	Amorf polipropilen/solvent (Sikloheksan) ile işlem görmüş kumaşlarda polipropilen parçacıklarının çapı.	31
5.5:	İzotaktik PP/Solvent(p-ksilen) /Non-solvent (metil etil keton) kaplanmış kumaşlarda PP parçacıklarının çapı.	32
5.6:	Amorf PP/Solvent(sikloheksan)/Non-solvent(aseton) işlenmiş kumaşlar üzerindeki PP parçacıklarının çapı.	33
6.1:	PP polimerinin (PETOPLEN MH 418) ticari teknik özellikleri.	56
6.2:	Siklo olefin kopolimeri (COC- TOPAS 6013S) bileşiğinin ticari teknik özellikleri.	56
6.3:	PP-PE ’nin (VERSIFY 2300) ticari teknik özellikleri.	57
6.4:	Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE-Petkim-G08-21T) ticari teknik özellikleri.	58
6.5:	Kaplama çözeltisi içerik reçeteleri.	62
7.1:	15 mg/ml ve %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.	70
7.2:	15 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.	71
7.3:	15 mg/ml ve %20 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.	73
7.4:	15 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.	74
7.5:	30 mg/ml ve %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.	77

7.6: 30 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 78
7.7: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 81
7.8: 30 mg/ml ve %25 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 82
7.9: 30 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 85
7.10: 45 mg/ml ve %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 88
7.11: 45 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 90
7.12: 45 mg/ml ve %20 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 91
7.13: 45 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları. 94
7.14: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan PP çözeltisi kaplamaları. 97
7.15: 50 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan COC çözeltisi kaplamaları. 100
7.16: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan PE çözeltisi kaplamaları 102
7.17: 30 mg/ml, %17 non-solvent ve 1:1 oranlı PP/PP-PE çözeltisi kaplamaları. 104
7.18: 30 mg/ml, %17 non-solvent ve 1:1 oranlı PP/COC çözeltisi kaplamaları. 107
7.19: 30 mg/ml PP, PP-PE ve 1:1 oranıyla hazırlanan PP/PP-PE kaplamaları. 110
7.20: 30 mg/ml PP, PP-PE ve 1:1 oranı ile hazırlanan PP/COC kaplamaları. 110

1.GİRİŞ

Son zamanların önemli bilimsel çalışmaları arasında süperhidrofobik yüzeyler konusu bulunmaktadır [Liu et al., 2016], [Shim et al., 2014]. Süperhidrofobik yüzeylere verilebilecek en bilinen örnek lotus (nilüfer) çiçeği yapraklarıdır, bunlar kir tutmaz ve yaprakların üzerine düşen su damlalarının yüzeyden kayarak toz ve kirlerin uzaklaşmasını sağlar [Park et al., 2014]. Bu yüzey karakteristiği, kir tutmama, yağ geçirmezliği, buğulanmayı önleme, donmayı engelleme, biyo-yapışmama ve su-yağ ayrıştırma endüstrilerinde uygulanmaktadır [Kwon et al., 2015]. Süperhidrofobik boya ve koruyucu kaplamalar, teknik kumaşlar, dış cephe camları ve çatılar, güneş panelleri, uçaklar ve rüzgâr türbini kanatları yaygın bir kullanım alanı sağlamıştır [Park et al., 2014]. Günümüzde doğayı taklit etmek birçok araştırma için başlangıç noktası haline gelmiştir. 1990'lı yılların sonlarında aralarında nilüfer (lotus) bitkisinin de bulunduğu pek çok doğal bitki yaprağının yüzey yapılarının Barthlott ve Neinhuis isimli iki botanikçi tarafından detaylı bir biçimde incelenmesi bu çalışmalara ivme kazandırmıştır [Liu et al., 2016], [Shim et al., 2014].

Temas açısı ile tanımlanan yüzey ıslanabilirliği, genellikle yüzey pürüzlülüğü ve yüzey enerjisi arasındaki karşılıklı bağımlılığı göstermektedir. Süperhidrofobik bir yüzey elde etmek için tipik strateji, yüzeyin enerjisini azaltmak ve yüzey pürüzlülüğü yaratmaktır. Bu stratejiye göre elde edilen katı yüzey ve sıvı arasında azaltılmış temas alanına sahip olacak, böylece sıvı damlalar kolayca yüzeyden yuvarlanacaktır. Bu tür yüksek su itici bir yüzey kendi kendini temizleme özelliklerini sergiler [Jin et al., 2016]. Süperhidrofobik malzemeler için, su temas açısının 150°'den büyük olması ve temas açı histerisinin (CAH) 10°'den düşük olması beklenmektedir [Kwon et al., 2015]. Süperhidrofobik yüzeyler; genellikle malzemelerin yüzey kimyası ve yüzey pürüzlülüğünün karmaşık prosesler aracılığıyla ve kaplanan pahalı malzemeler aracılığıyla, kontrol altına alınarak oluşturulur [Kwon et al., 2015].

Giysiler için süperhidrofobik tekstiller üzerinde yapılan araştırmalar diğer alanlardan nispeten daha geç başlamıştır [Kwon et al., 2015]. Süperhidrofobik kumaşlar, yağmurda ıslanmayan askeri ve sivil pardesüler, filtrasyonda kullanılan membranlar, metal levha depolamada korozyon önleyici, diğer askeri kıyafetler, hastanelerde, tıbbi önlüklerde, itfaiye kıyafetlerinde, fonksiyonel spor giyim, spor

ayakkabılarında, kişisel korunma, buzlanma önleyici, korozyon önleyici brandalar gibi birçok alanda potansiyel uygulamalara sahiptir. Süperhidrofobik kumaşların hazırlanması için birçok yöntem geliştirilmiştir. Ayrıca, kendi kendini temizleme performansı sayesinde tekstil ürünlerin yıkama sayısını azaltabilir. Çamaşırlar için gerekli olan kaynak ve enerji kullanımını azaltabilecek çevre dostu malzemelerin geliştirilmesine yol açabilir [Kwon et al., 2015]. Süperhidrofobik kumaşların çoğu, bir kaplama işlemi yoluyla flor içeren maddeler kullanılarak hazırlanır [Kwon et al., 2015], [Han et al., 2016]. Daldırarak kaplama [Çimenoğlu ve Özler, 2007], [Hguyen-Tri et al., 2019a], [Mihiri Ekanayake et al., 2018], elektrik alan destekli kaplama [Lai et al., 2012], [Joung and Buire, 2015], kimyasal buhar biriktirme ile kaplama [Kim et al., 2016], [Kim and Park, 2016], [Wang et al., 2012], kimyasal banyo biriktirme ile kaplama (ıslak kimyasal yaklaşım) [Huang et al., 2015], [Zhang et al., 2015], polimer aşılama/grafting metodu [Xu et al., 2020], [Hu et al., 2016], vb. kaplama yöntemleri kullanılarak süperhidrofobik tekstil kumaşları elde edilebilir.

Şimdiye kadar, TiO_2, selüloz, polimer membran, silika, ZnO, zeolit, hidrojel, grafen oksit vb. gibi süperhidrofobik özelliklere sahip çeşitli malzemeler uygun yüzey enerjisinin yanı sıra pürüzlü yüzeyin inşası ile petrol-su ayrımı için membranlarda geliştirilmiştir [Park et al., 2015]. Ayrıca çoğu araştırmada poliakrilat (PA), polidimetilsiloksan (PDMS), poliüretan (PU), polipropilen (PP) ve polianilin (PANI) süperhidrofobik yüzey üretmek için düşük yüzey enerji malzemeleri olarak kullanılmıştır [Jin et al., 2016]. Her bir sürecin kendine has avantaj ve dezavantajları vardır. Sol-gel yöntemiyle hazırlanan silika nanoparçacıklı tekstillerin işlenmesi, kumaşın çapraz bağlanma nedeniyle sertleşmesini ve yırtılma mukavemetini azaltmasını sağlar [Kim et al., 2016].

Polipropilen birçok akademik çalışmada ambalaj malzemesi ve membran sentezinde kullanılmıştır. Polipropilen (PP) iyi termal ve kimyasal kararlılığı nedeniyle hidrofobik mikro gözenekli membranın üretimi için yaygın olarak kullanılmaktadır [Jin et al., 2016]. 2003 yılında Erbil ve öğrencileri ucuz bir malzeme olan polipropileni süperhidrofobik bir kaplama oluşturmak üzere faz ayrımı metoduyla kullanmıştır [Erbil et al., 2003]. Solvent karışımında granüler PP'yi çözerek ve solventi buharlaştırarak 160° 'lik temas açısına sahip süperhidrofobik gözenekli izotaktik-polipropilen (i-PP) membran elde etmişlerdir. Bu metot ucuz ve basit bir metot olup çok sayıda akademik ve endüstriyel çalışmalarda kullanılmıştır [Park et al., 2017], [Park et al., 2016].

Erbil ve çalışma arkadaşlarının makalesine dayanarak, Kim ve Park süperhidrofobik bir yüzey elde etmek için gözenekli polipropilen filtre disklerinin kaplanması üzerine bu tür çözücü döküm teknikleri uyguladılar. 21,4 mg ml^{-1} polipropilen konsantrasyonu olan çözelti yardımı ile en yüksek temas açısı 169 ° olan bir kaplama elde ettiler [Kim and Park, 2016]. Yuexia Lv bu metot [Park et al., 2017], [Park et al., 2016] ve malzeme yardımıyla kumaş bir malzemeyi kaplayarak membran oluşturmayı başarmıştır. Siklohekzanon ve MEK karışımı iyi homojenliğe ve kabul edilebilir şekilde yüksek hidrofobikliğe sahip elyaf yüzeyine ulaşmak için en iyi çözücü çifti olarak kabul edildi. Temas açısı modifikasyon ile 122 °‘den 158 °’ye önemli ölçüde artmıştır, böylece süperhidrofobik membranlar elde edilmiştir [Lu et al., 2004].

1.1. Tezin Amacı, Bilime Katkısı ve İçeriği

Bu tez çalışmasında polipropilen ve polietilen gibi değişik tipteki poliolefinlerin farklı yapıdaki polyester kumaşlara emdirilmesi/kaplanmasıyla süperhidrofobik kumaş eldesi ve karakterize edilmesi amaçlanmıştır.

Yapılan literatür araştırmasında kumaşların polipropilen ve polietilen gibi plastik malzemeler ile kaplanması konusu üzerine son yıllarda yapılan çalışmaların sayısının artmakta olduğu ve literatürde konu üzerindeki birçok eksik bilgilerin tamamlanması için daha fazla sayıda çalışmaya halen ihtiyaç duyulduğu görülmüştür. Yapılacak olan bu tez çalışması ile değişik tipteki polipropilen ve polietilen ile kaplanan kumaşların, su temas açısı ölçülüp; optimum çözelti derişimi, kaplama sıcaklığı, kaplama sayısı, non-solvent /solvent oranı ve en uygun poliolefin tipi ya da poliolefin çifti saptanmıştır. Çalışmanın sonunda kumaş yüzeyinde 150º’nin üzerinde temas açıları elde edilerek kaplanan kumaşlara su itici özellik kazandırılmıştır.

Çalışma kapsamında ticari PP ve düşük yoğunluk polietilen (LDPE) granülleri, solvent olarak kullanılan teknik ksilen içinde 150° C'de çözünüp, sonra bunlara değişik miktarlarda çözücü olmayan siklohekzanon (CYH) ve metil etil keton (MEK) non-solventleri eklenmiştir. Ardından bir çerçeve içerisine gerdirilerek yerleştirilmiş ve vidalar yardımı ile tutturulmuş olan kumaş parçaları bu karışımlara daldırılıp belirli bir süre bekletilip belli bir çekme hızında çıkarılmıştır. Son olarak kumaş parçalarının

çözeltideki organik solventlerden arınması ve kuruması için laboratuvar koşullarında kurumaya bırakılmıştır.

Değişik polipropilen ve polietilen tipleri ile birlikte polyester kumaş üzerine oluşturulacak yüzey pürüzlülüğünü kontrol etmek için uygun organik çözücüler, değişik sıcaklıklar ve değişik derişimler kullanılmıştır. Bu parametrelerin yardımı ile süperhidrofobik bir kaplama oluşturmak için daldırarak kaplama metodu ile basit ve ucuz bir kaplama yöntemi kullanılmıştır. (Değişik özelliklerde ticari PP ve LDPE granülleri, metil etil keton, ksilen, siklohekzanon ve değişik özelliklerde iki tip kumaş kullanılmıştır.) Kullandığımız metotta solvent/Non-solvent karışımı kaplayacağımız polyester kumaşı çözemeyecektir. Polimerin pürüzlü bir şekilde kristalize olması sonucunda kumaş yüzeyinde süperhidrofobik bir kaplama oluşturacaktır. Kristallendirme, polimer reolojisini önemli ölçüde etkiler. Ve plastiklerde katılaşma genellikle sıcaklık düşüşünden ziyade kristallik artışı nedeniyle gerçekleşir [Rioboo et al., 2008].

2. TEMAS AÇISI KAVRAMI

2.1. Temas Açısı

Temas açısı, katı bir maddenin sıvı bir madde tarafından ıslatılma oranının nicel bir ölçümüdür. Sıvı madde yüzeyi ıslatıyor ise temas açısı 90 dereceden küçüktür, ıslatmıyor ise 90 dereceden büyüktür. Su damlası yüzeyde yayılıyorsa hidrofilik yüzey, küresel bir şekilde durup yayılmıyorsa hidrofobiktir. Su damlası tamamen yayılıyorsa ve yüzeyle yaptığı açı 5 dereceden küçükse süperhidrofilik, damla küresel bir şekilde durup yüzeyle yaptığı açı 150 dereceden büyükse süperhidrofobik yüzey olarak adlandırılır. Yunancada "hydro" kelimesinin karşılığı su, "phobos"un korku, "philia"nın ise arkadaşlıktır. Bu bilgileri kombine edersek hidrofobik sudan korkan ve suyu sevmeyen; suyla arkadaş yani suyu seven hidrofilik anlamı çıkar. Suyu çok seven süperhidrofilik, sudan nefret eden ise süperhidrofobik olarak adlandırılır [Erbil, 2006].

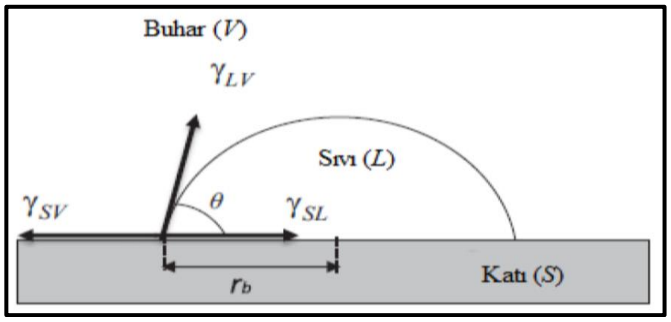
Thomas Young 1805 yılında denge temas açısını ele alan ilk kişidir. Araştırılmaları sonucu Young, katı yüzeyi ve kimyasal yönden homojen ve yeteri kadar pürüzsüz ise denge temas açısını katı, sıvı ve buhar ile aralarında oluşan gerilim kuvvet dengesi yaratır. Bu eşitlik Young eşitliği olarak bilinir ve 2.1 numaralı denklemde verildiği gibidir [Young, 1805].

$$\gamma_{sv} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} cos\theta \tag{2.1}$$

Young'un bu eşitliğinde "θ" temas açısını, γSV simgesi katı-buhar, γSL simgesi katı-sıvı ve γLV ise sıvı-buhar yüzeyleri arasındaki yüzey gerilimlerini ifade eder. Şekil 2.1'de görüldüğü gibi sıvı damlasının bir katının yüzeyindeki yüzey gerilimi faktörleri gösterilmeye çalışılmıştır.

Yüzey enerjisi ile yüzeyin pürüzlülüğü temas açısını etkileyen en büyük etmenlerdir. Yüzey geriliminin ardından yüzey enerjisi açığa çıkar. Bunları kristal bir maddenin üzerinde düşünürsek, kristalin içindeki atomlar her tarafından çekme kuvvetine tabidir ve bu şekilde yerini koruma sebebi kayma kuvvetidir. Fakat bu yüzeyindeki atomlar için geçerli değildir. Yüzey atomunun kopma eğilimi göstermesinin sebebi maddenin içerisindeki bir atomun ona karşı uygulanan çekme kuvvetinin yarısını hissetmesidir bundan dolayı da atom kopma eğilimi gösterir.

Gerçekleşen bu olay yüzey gerilimini meydana getirir. Yüzey gerilimi düşmesi temas açısını da aynı oranda düşürür.



Şekil 2.1: Katı yüzeye damlatılan sıvının yüzey gerilimi etmenleri.

Yüzey pürüzlülüğündeki yükseliş hidrofilik ve hidrofobik özelliklerin artışında etkilidir. Pürüzlülük etmeni olmadan hidrofobik yüzey için maksimum temas açısı sayısı 120 derecenin üstüne çıkamaz. Temas açısının etkisi hidrofobik yüzeylerde yüksektir. Bunun sebebi, pürüzlülüğün yüzeyle su damlasının arasındaki hava sıkışmasını sağlayıp etkileşme miktarını düşürmesidir. Başka bir deyimle temas açısı; sıvının kendine içerisinde molekülleri arasındaki çekme kuvvetleri (kohezyon kuvveti) ile sıvı-katı arasındaki çekim kuvvetinin (adezyon kuvveti) büyüklüklerine bağlıdır. Sıvı-katı sistemleri arasındaki temas açısının büyüklüğü kohezyon kuvvetinin adezyon kuvvetinden büyüklük oranına bağlıdır [Young, 1805], [Erbil, 2006], [Özgür vd., 2007], [Erbil, 2014].

Bir yüzeyin herhangi bir sıvı ile gerçekleştirdiği temas açısını açıklayabilmek için kullanılacak bir diğer ölçüm yöntemi temas açısı karmaşasıdır. Young'un bulduğu denkleme göre yüzeyin ideal olması şarttır. Bir yüzeyin ideal yüzey olabilmesi için pürüzsüz olmalıdır ve kimyasal homojenliğe sahip olmalıdır. İdeal yüzeyler tek bir temas açısı ile sonuçlanır. Gerçek yüzeylerde ise tersi olarak yüzeyler pürüzlü ve heterojendir. Ayrıca heterojen yüzeylerde farklı temas açıları verir ve Young eşitliğine tam olarak eşit değildir fakat yakın değerdedir. Temas açısının ilerleyen ve gerileyen kavramlarına dikkat edilerek temas açısı karmaşası açıklanır.

İdeal olmayan bir yüzeye eğim verildiğinde üzerindeki bir damla için eğim kazandırılacak olunursa temas açısının değeri gerileyen sıvı kenarında minimum, ilerleyen kenarda ise maksimum değere sahiptir. Bu sebeple maksimum değer "ilerleme" ve minimum değer "gerileme" temas açısı olarak adlandırılır ve aralarındaki fark alınarak temas açısı karmaşası (CAH, hysteresis) elde edilir. İlerleyen

temas açısı göre ya denge temas açısına eşit ya da daha büyüktür. Denge temas açısı ise gerileyen temas açısından küçük bir temas açısına sahiptir [Özgür vd., 2007], [Erbil, 2006], [Erbil, 2014], [Young, 1805]. Yüzeye eğim verilmeyerek de katı yüzeyde bulunan damlanın ilerleyen ve gerileyen temas açılarını hesaplamak mümkündür. İlerleyen temas açısını ölçebilmek için yüzeyde şırınga ile bir damla oluşturulur ve oluşturulan bu damla ile şırınga temas ettirilerek damlanın hacmi yükseltilir. Bu yöntemle ölçülen temas açısı ilerleyen θ_a temas açısıdır. Yine aynı yöntem uygulanarak damlanın hacmi azaltılarak gerileyen θ_r temas açısı bulunur. Kimyasal heterojenlik ve yüzey pürüzlülüğü temas açısı karmaşasını etkileyen en önemli iki faktördür. Yüzeyin pürüzlülüğünün artması ile birlikte gerileyen ve ilerleyen temas açıları arasındaki fark artar. Bu sebeple pürüzlülüğün ve kimyasal heterojenliğin artması temas açısı karmaşasını artırır. Temas açısı karmaşasını etkileyen diğer etmenler kirlilik, damlanın boyutu, moleküler yönelim, deformasyon ve sıvı moleküllerinin geçişidir. [Erbil, 2006], [Erbil, 2014].

Süperhidrofob ve süperoleofob bir yüzeye hafiften eğim kazandırıldığında yüzeyin üzerinde bulunan damla kayma ve yapışma göstermeden yuvarlanarak ilerlerken, hidrofil ve oleofil yüzeylerde damla yüzeyin üzerinde yapışarak ve kayarak ilerler. Süperhidrofob bir yüzeyde damlanın kayarak ilerleyebilmesi için kayma açısı 5 dereceden küçük olmalıdır [Erayman ve Korkmaz, 2017], [Zimmermann et al., 2009].

2.2. Gonyometre ile Temas Açısı Ölçümü

Gonyometre ile yüzeyin temas açısı pratik olarak ölçülebilir. Video kamera yardımıyla belirli zaman aralıklarıyla yüzey üzerindeki dengede duran damlayı kaydederek ölçüm yapan bir sistemdir. Cihaz raylı bir sistemin üzerine oturtulmuş bir kamera, netliği kalibre edilebilir bir lens, ışık kaynağı (mavi ya da kırmızı ışık), örnek standı, istenilen sıvı hacmi elde edilebilen bir dispenser ve görüntü analiz programından meydana gelmektedir. Katı bir yüzeyin üzerine damlatılan damlanın görüntü analizi bu yöntemin temelidir. Kayıt edilen damlanın cihazın içerdiği program sayesinde üçlü faz çizgisinin tanjant değeri alınarak denge temas açısı, θ_e bulunur. Denge temas açısı Young denkleminin (2.1)'in doğrudan bir sonucudur. Yüzey

üzerinde oluşturulmuş damlanın hacminin artırılıp azaltılmasıyla, ilerleyen ve gerileyen temas açılarının sonucu da elde edilebilir [Erbil, 2006], [Doğancı, 2014].

2.3. Yüzey Pürüzlülüğü

Birçok kaynakta süperhidrofob ve süperoleofob yüzeylerin üretiminde en önemli faktörün yüzey pürüzlülüğünün olduğu belirtilmektedir. Kullanılan kimyasal maddeler ile yüzey pürüzlülüğünün artışını sağlayarak yüzey ile sıvı arasındaki temas alanı azaltılmakta ve böylece süperhidrofob ve süperoleofob yüzeyler üretilir [Erayman ve Korkmaz, 2017].

2.4. Yüzey Gerilimi ve Serbest Yüzey Enerjisi Kavramları

Farklı iki maddenin arasında bulunan ve bu maddelerin birbirine yapışmasına sebep olan çekim kuvvetine adezyon(yapışma) kuvveti denir. Suyun ve yağın itici özelliğini artıran faktörlerinden biri katı ve sıvının arasındaki adezyonun az olmasıdır. Bununla birlikte kalıcı bir süperhidrofobik etki oluşması için yüzeyde bulunan su itici özellik sağlayan madde ile tekstil yüzeyi arasında adezyon kuvveti oluşturmaktır [Erayman ve Korkmaz, 2017].

Bir sıvı damlası kütlesi içerisindeki moleküllerin etrafı diğer moleküller tarafından sarılmış ve her taraftan eşit çekim kuvvetlerinin etkisi altındadır. Bu kuvvetler; kohezyon kuvvetinin çekim kuvvetleridir. Diğer bir taraftan, yüzeydeki gaz/sıvı ara fazda bulunan moleküller ile altlarında ve yanlarında bulunan sıvı moleküller birbirleriyle aralarında kohezyon çekim kuvveti vardır. Yine aynı şekilde bu yüzeyin üzerinde bulunan sıvı molekülleri ile ara fazın diğer fazını meydana getiren gaz molekülleri ile aralarında adezyon çekim kuvveti vardır. Adhesif çekim kuvveti gaz ve sıvı ara fazı olduğundan dolayı küçüktür [Gönül, 2000].

Sıvının yüzeyindeki bir molekülün alınması ile gaz fazın birim hacmindeki molekül miktarı, sıvı fazındaki miktarından çok daha az olduğundan, başka bir ifade ile çekim kuvveti eşit olmadığından molekül sıvının içerisine doğru çekilir yani içeri doğru çekmeye çalışan bir kuvvet oluşur ve sıvının yüzeyi gergin bir zar şeklini alıp en küçük değerini almasını sağlar. Bu kuvvet su yüzeyinin içeri doğru çekilip damla şeklini almasına sebep olan kuvvettir. Buna “yüzey gerilimi’’ adı verilir. Su

damlasının küre şekli almasının sebebi sıvı moleküllerinin olabilecek en küçük yüzeye sahip olarak serbest yüzey enerjilerini küçültmek istemeleridir. Yüzeyin dışında serbest enerji bulunmaktadır. Dış enerji azaltılarak daha dengeli bir duruma geçiş sağlanacaktır. Bir adet molekülün sıvı üzerinde kalışı 10^{-6} saniyedir ve bu süre bittiğinde geri döner. Kendisine tesir eden bütün kuvvetler sıvı kütlesinin şeklini belirler. Maddenin sahip olduğu "yüzey serbest enerjisi" içeriye doğru gitmeye çalışan molekülleri tekrar yüzeye döndürmek için yapılan iş miktarına eşittir. Bir küre birim hacimde en küçük yüzey alanına sahiptir bu yüzden sıvı damlaları bir küre şeklini alma yönelimi gösterir [Gönül, 2000].

Sabit bir sıcaklık altında bir cismin birim yüzey alanını bir metrekare genişletebilmek için harcanması gereken enerjiye "Serbest yüzey enerji" denir. Sıvılarda yüzey gerilimi ve serbest yüzey enerjisi arasında sayısal olarak fark bulunmamaktadır. Bir sıvının her yerinde serbest yüzey enerji değeri aynıdır. Bunun sebebi sıvının yüzeyi ile içi arasında dinamik bir denge bulundurmasıdır. Katı yüzeylerde de yine aynı şekilde sıvılardaki gibi durum aynıdır. Bu durumun sebebi moleküllerde bulunan denkleşmemiş kuvvetlerinin doğurduğu serbest enerjidir. Bir katının yüzeyinde bulunan serbest yüzey enerjisi her noktasında aynı değildir. Katı yüzeylerin molekül hareketleri sıvılarla karşılaştırıldığında oranla çok daha küçüktür. Katı madde yüzeyinde serbest yüzey enerjisini minimize edebilecek makroskobik özellikleri bulundurmazlar. Katıların birçoğu dengeye ulaşmamış durumdadır ve pratik olarak yüzey yapılarında bazı eksiklikler bulundurmakta, engebeli ve yüzey dalgalarından ötürü geniş ölçüde donmuş olarak nitelendirilmektedir. Katı maddelerin serbest yüzey enerjileri direkt olarak ölçülemediği için dolaylı yoldan temas açısı ölçümlerinden faydalanarak ölçülebilir [Erbil, 2006], [Erbil, 2014].

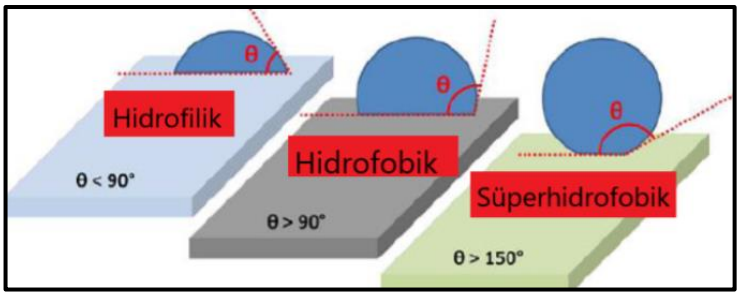
3. SÜPERHİDROFOBİK YÜZEYLER

Su seven ve çeken yüzeyler hidrofiliktir, su sevmeyen ve iten yüzeyler ise hidrofobiktir. Süperhidrofobik suyu hiç sevmeyen, nefret eden ve süperhidrofilik ise suyu çok seven demektir. Şekil 3.1'de süperhidrofilik ve süperhidrofobik özellikteki iki farklı kumaş yüzeyi gösterilmektedir.

Şekil 3.1: Hidrofilik (su seven) ve süperhidrofobik (su sevmeyen) kumaş yüzeyleri.

3.1. Süperhidrofobik ve Süperhidrofilik Yüzeyler

Temas açısı, bir yüzey veya malzemenin ıslanabilirliğini ölçmenin yollarından biridir. Islatma, katı (veya sıvı) bir substrat üzerine biriken bir sıvının nasıl yayıldığının veya sıvıların katı hallerle sınır yüzeyleri oluşturma kabiliyetinin araştırılması anlamına gelir. Islatma, sıvının katılar veya sıvılarla temas halinde oluşturduğu temas açısının ölçülmesiyle belirlenir. Temas açısı 90°'den küçükse sıvı yüzeyi ıslatıyor; 90°'den büyükse ıslatmıyor demektir. Şekil 3.2'de süperhidrofobik, hidrofobik ve hidrofilik yüzeylerdeki temas açısı gösterilmektedir.



Şekil 3.2: Hidrofobik ve hidrofilik yüzeylerde temas açısı.

Su damlası, hidrofilik yüzeyleri sevmesi sebebiyle yayılma eylemi göstermektedir ve süperhidrofobik yüzeyleri sevmemesi sebebiyle ise küresel bir şekilde durma eylemi göstermektedir. Su damlasının yüzeyle yaptığı su açı <5° ise süperhidrofilik, damla küresel bir şekil gösteriyorsa ve yüzeyle yaptığı su temas açısı >150 ise süperhidrofobik yüzey olarak isimlendirilir. Süperhidrofilik yüzeyler yapılarındaki polar grup sayesinde su damlalarını çekmektedir.

Temas açısı iki önemli faktörden etkilenmektedir. Bunlardan birincisi yüzey enerjisidir ve yüzey geriliminden dolayı oluşmaktadır. Yüzey geriliminin düşmesiyle birlikte yüzey enerjisi de düşmektedir ve böylece temas açısı düşüş göstermektedir. Yüzeyde bir pürüzlülük oluşturulmadan elde edilebilecek maksimum su temas açısı 120 dereceyi geçmemektedir. Pürüzlülük sayesinde yüzey ile su damlası atasında hava sıkışması sağlanıp yüzey-damlacık etkileşimi oranı düşürülür. Bu sayede temas açısının yükseltilmesi sağlanıp hidrofobiklik anlamında olumlu etki yaratılmaktadır [Bağçeci, 2010].

3.2. Doğal ve Yapay Süperhidrofobik Yüzeyler

Süperhidrofobik kaplamalar, dünya çapındaki araştırmacılar için büyük ilgi çeken önemli bir akıllı kaplama sınıfıdır. Süperhidrofobik materyallerle ilgili on binden fazla makale yıllık olarak Bilgi Bilimleri Enstitüsü'nün (ISI) indeksli dergilerinde yayınlanmaktadır. Bu alandaki yayın sayısının önümüzdeki yıllarda çarpıcı biçimde artması bekleniyor. Ek olarak, süperhidrofobik malzemelerin özellikleri, ilgili gerçek dünyadaki uygulamalar için de tartışılmaktadır. (Kendi kendini temizleyen, biyolojik, anti bakteriyel, buzlanma önleyici, buğu önleyici, korozyon önleyici ve su / yağ itici) [Nguyen-Tri et al., 2019b].

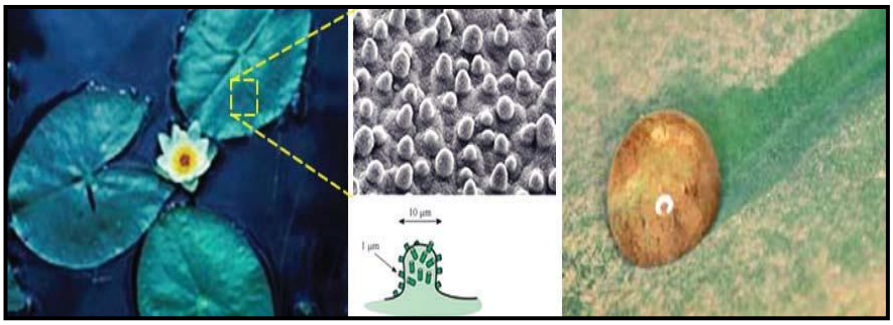
Süperhidrofobik yüzeyler doğal ve yapay süperhidrofobik yüzeyler olarak ikiye ayrılır.

3.2.1. Doğal Süperhidrofobik Yüzeyler

Doğada canlılar yüzey özelliklerini hızlı ve kolay bir şekilde kontrol edebilirler. Süperhidrofobik yüzeyli canlılara doğada birçok örnek bulmak mümkündür ve en bilinen örneği nilüfer çiçeğidir(lotus). Nilüfer çiçeğinin yaprakları nano yapı ve

hidrofob özellik göstermekle birlikte suyun hareketi ile yapraklarının yüzeyini temizleyebilmektedir. Abzamson 1982'de lotus yaprağı yüzeyini ve hidrofobikliğini tarif etmiş fakat kendi kendini temizleyebilme yeteneğinin açıklayamamıştır. 1997'de botanikçi Wihhelm Barthlott Lotus çiçeği yaprağının kendi kendine temizleyebilme özelliğini ilk defa tanımlayan bilim insanı olmuştur [Nguyen-Tri et al., 2019b].

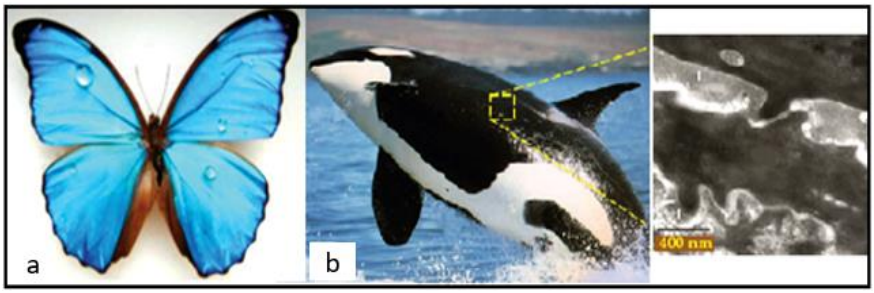
Aşağıdaki Şekil 3.3 görselinde de görüleceği üzere nilüfer yapraklarında, 5-10 mikrometre çapında ve 10-15 mikro metre civarı uzaklığında bulunan yumrucuklar vardır. Bu avantajlarla birlikte yaprak yüzeyi 1 nm çaplı hidrofob tabaka ile kaplıdır. Tabaka yapısı kütin isimli bir polimer ve mumdan oluşmaktadır. Yüzeydeki bu mumsu tabaka yaprak ile çevre arasında çok fonksiyonlu bir ara yüz oluşturur ve çok yüksek bir su iticiliği oluşturur. Ayrıca bu mumsu tabaka hava akışı ve ışık yansımasını da etkilemektedir [Özgür vd., 2007].



Şekil 3.3: Nilüfer çiçeği (lotus) yapraklarındaki nano ve mikro yapı.

Yaprak yüzeyine su damlatıldığında hidrofobik kaplama ve yüzey pürüzlülüğü sebebiyle 170° civarı bir temas açısı elde edilebilmektedir. Bununla birlikte 5°'den daha düşük bir kayma açısı elde edilebilmektedir ve böylece kendini temizleyebilmektedir. Bu sebeple yüzeyde biriken kirler su damlacığı üzerine yapışıp suyla birlikte yuvarlanıp yüzeyi terk etmektedir. Hidrofob yapı neredeyse bütün bitkilerde bulunmaktadır. Fakat bitkilerin çoğunda kayma açısının 5°'den büyük olmasından dolayı kendi kendini temizleyemez ve yüzeyinde kir biriktirirler. Ayrıca kanatlı hayvanların çoğunda da süperhidrofobik yüzeyler bulunmaktadır. Kelebeklerin bir kısmının suyu itip ıslanmaması, balinaların yüzeylerinin devamlı temiz olması ve büyük cüsselerine rağmen hızlı yüzebilmesi süperhidrofobik yüzeylerinin sağladığı avantajlardır. Balina bedeni yüzeyinde 0,1-200 mikrometre çapında sırayla tekrarlanan hidrofob ve hidrofil tabakalar ve 30 nanometre

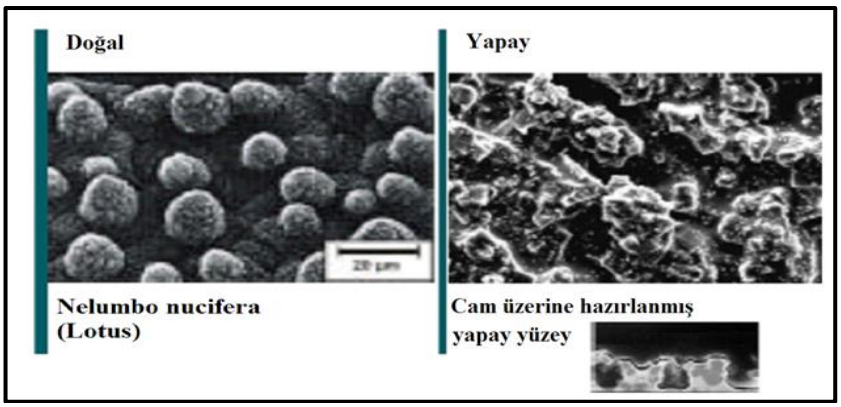
büyüklüğünde pürüzler mevcuttur. Balinalar avantajlı bu hidrofobik deri yüzeyi sayesinde sürtünmeyi minimuma düşürür ve beklenmeyen hızları yakalarlar (Şekil 3.4) [Özgür vd., 2007].



Şekil 3.4: Hidrofob yüzeye sahip hayvanlar a) Suda ıslanmayan kelebek kanadı b) Nano yapıya sahip ve jel kaplı balina derisi.

3.2.2. Yapay Süperhidrofobik Yüzeyler

Yapay süperhidrofobik yüzeyler 1990'lı yıllarda ilk kez Kao ve ekip arkadaşları tarafından yüzeylere pürüzlülük kazandırılarak elde edilmiştir. Bu çalışmalarla birlikte lotus etkisini bir başlangıç noktası kabul eden çok sayıda benzer akademik çalışma yapılmıştır (Şekil 3.5). Boyut olarak değerlendirildiğinde 250 nanometre ve altında bulunan yapılar hidrofobik özellik göstermektedir fakat kalıcı bir özellik olarak sağlanamamaktadır. Günümüze kadar yapılmış olan çalışmalarda süperhidrofobik yüzeylerin eldesinde yüzey serbest enerjisi ve pürüzlülük (mikro-nano yapılar) birlikte kullanılmaktadır [Bağçeci, 2010].



Şekil 3.5: Kao ve ekip arkadaşlarının cam yüzeyinde oluşturduğu kaplama.

3.3. Süperhidrofobik Yüzeylerin Elde Edilmesi İçin Kullanılan Yöntemler

Süperhidrofobik bir yüzey enerjisi düşük olan bir malzemeye pürüzlülük kazandırılması veya pürüzlü olan bir yüzeyin yüzey enerjisi düşük olan başka bir malzemeyle kaplanması metotlarıyla üretilebilmektedir.

Yüzey enerjisi düşük olan bir malzemenin pürüzlülüğünün artırılması için izlenmesi gerekli olan yollar genellikle tek basamaklı, uygulanması basit, ekonomik yönden ucuz ve kolay proseslerdir. Ancak kaplamada kullanılan malzemelerin sınırlı miktarda olmasından ötürü dezavantaja sahiptirler. Düşük yüzey enerjisine sahip olması sebebiyle florokarbonlar süperhidrofobik yüzeylerin yapım aşamasında sıklıkla kullanılırlar. Yüzey pürüzlülüğü artırılan bu polimerlerde süperhidrofobik özellik direkt olarak gözlemlenmektedir. Kullanılan diğer düşük enerjili malzeme ise silikondur. Polidimetilsiloksan gibi birçok silikon çok farklı yöntemler kullanılarak süperhidrofobik hale getirilebilir. Florokarbon ve slikonlar haricinde; polikarbonat, poliamid, parafinik hidrokarbonlar gibi organik olan malzemelere de pürüzlülük kazandırılarak süperhidrofobik yüzey elde edilebilir. Bunlar haricinde ZnO, TiO_2 gibi inorganik olan malzemelerde kullanılabilir [Ma and Hill, 2006], [Erayman ve Korkmaz, 2017].

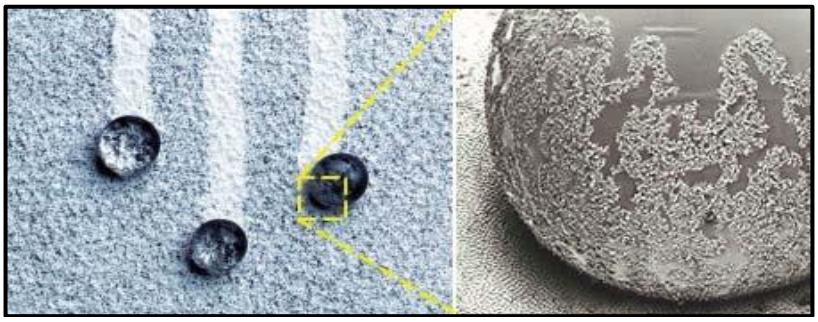
Yüzey enerjisi düşük maddelere pürüzlülük kazandırılması kısıtlı malzemeler ile gerçekleştiği için, pürüzlü bir yüzeyin yüzey enerjisi düşük olan bir malzemeyle modifikasyonu olarak bilinen farklı yöntemlerde bulunmaktadır. Bu yöntemde düşük yüzey enerjili bir yüzey ile modifiye edilmeden önce pürüzlü yüzey hazır hale getirilir. Bir yüzeyin pürüzlü hale getirilmesi için izlenebilecek yollar; sol-gel işlemi, koloidal birleşme, elektrokimyasal reaksiyon ve çöktürme, tabaka tabaka, litografi, plazma/lazer/kimyasal aşındırma, çözelti dökme, elektrospining ve kimyasal buhar çöktürme (CVD) gibi pek çok farklı yöntemle gerçekleştirilebilir. Kovalent bağlanma, fiziksel bağlanma, adsorpsiyon ve kaplama gibi yöntemlerle ise yüzey kimyasal modifikasyonu için yüzey enerjisi azaltılabilir [Ma and Hill, 2006].

3.4. Süperhidrofobik Malzemelerin Kullanım Alanları

Geçmişte yapılan araştırmalar sayesinde insanlar doğadan değişik kullanışlı bilgi edindiler böylece nilüfer yaprağını ve diğer canlıları taklit eden çok işlevli tekstil malzemeleri üretmeyi başarmışlardır. Çok işlevli süperhidrofobik yüzeyler; anti-ıslatma (sıvılar, kir ve emülsiyonlar), kendi kendini temizleme, UV koruyucu, korozyon direnci sağlama, anti-bakteriler özellik sağlama, alev geciktiricilik ve benzeri gibi birçok önemli özelliğe sahiptir. Diğer önemli uygulamalar arasında yağ/su ayrımı, fotokataliz, kendi kendini iyileştirme ve mikro akışkan yönetimi bulunur [Li et al.,2017].

3.4.1. Süperhidrofobik Malzemelerin Genel Kullanım Alanları

Hidrofobik ve hidrofilik maddelerin endüstride değişik kullanım alanları bulunmaktadır. Süperhidrofobik ve süperhidrofilik yüzeylerin en belirgin özelliği, kendi kendini temizleyebilmeleridir. Temizlenme işlemi, süperhidrofobik yüzeylerde üzerinde yuvarlanan su damlalarına kirin tutunması ile gerçekleşir iken, süperhidrofilik yüzeylerde ise yüzeye yayılan suyun akar iken kiri de beraberinde sürükleyerek götürmesiyle gerçekleşir. Şekil 3.6'de süperhidrofobik özelliğe sahip bir yüzeyin su damlaları ile temizlenme işlemi görülmektedir. Toz partikülleri kayma işlemi sırasında damlanın yüzeyine tutunup yüzeyden uzaklaşmaktadır [Özgür vd., 2007].



Şekil 3.6: Kirlerin süperhidrofobik yüzeyden su damlası ile uzaklaşması.

Kaplama metodu ile süperhidrofobik ve süperhibrofilik yapıların cam yüzeylerine şeffaf bir şekilde kaplanması ile değişik uygulama alanları sunmaktadır.

Günümüzde nano yapılı bazlı kaplamalar sadece mekanik baskılara veya dekoratif amaçlara karşı koruma tabakası olarak değil, aynı zamanda akıllı çok işlevli malzemeler olarak da işlev görmektedir. Literatüre göre akıllı kaplamalar korozyon önleyici, aşınma önleyici, antibakteriyel, antifungal, kendi kendini temizleyen, güneş yansıtıcı, fotokatalitik ve radar emici ve elektriksel olarak iletken polimerik uygulamalar için uygulanabilir [Nguyen-Tri et al., 2019b], [Das et al., 2018], [Taga, 1997].

Ayna yüzeyinde oluşan buğulanmanın önüne geçilmesi için süperhidrofilik bir kaplamanın iç yüzeye uygulanması ile birlikte su damlalarının yüzeye tamamen yayılması sağlanmaktadır. Araçta iç tarafta kalan kısmın kaplanması ile birlikte sıcaklık düşüşlerinden etkilenilmez ve buğulanmanın önüne geçilmesi konusunda önemli etki oluşturulur. Araç camlarının dış kısmının ise süperhidrofobik bir kaplama yardımı ile kir tutmaması sağlanır ve yüzeye düşen su damlalarının kayıp uzaklaşması sağlanmaktadır, böylece sürücü görüşünün olumsuz etkilenmesi önlenmiş olur. Aynı şekilde araç dış kısım boyalarında değişik katkı ürünleri yardımıyla kir tutma oranı düşürülmektedir [Taga, 1997], [Sethi and Manik, 2018].

Binaların dış cepherinin kir tutmasının önüne geçilebilmesi adına boya içerisine nanometre çaplarda parçacıklar eklenebilmektedir [Carneiro et al., 2012].

Titanyum dioksit içeren süperhidrofobik yüzeyler UV ışık altında aktifleşerek radikaller meydana getirmektedirler. Oluşan radikallerin yüzeye tutunan organik kirleri parçalamasıyla beraber kirlerin suyla beraber uzaklaşması sağlanmaktadır [Lai et al., 2012].

Uçakların dış yüzeylerinin süperhidrofobik kaplamalar yardımı ile buzlanması önlenir ve kir tutmaması sağlanır. Ayrıca sürtünme oranının da azaltılması sağlanır. Yağın kullanıldığı makine motorları gibi bölgelerde yağa karşı yüksek temas açısı sağlanarak sürtünme azaltılır ve enerji kayıpları azaltılır. Enerji sektöründe solar hücrelerin üst yüzeyi şeffaf kaplamalar yardımı ile kaplanarak kiri ve suyu itme özellikleri kazandırılabilir. İnsan kalbinde, damar içine yerleştirilen stent yüzeylerinin süperhidrofobik bir kaplama ile kaplanması yardımı ile daha kaygan yapının oluşması sağlanır ve tıkanmalar önlenmektedir. Süperhidrofobik ve süperhidrofilik kaplamalar mikro akışkanların karışmasının sağlanması ya da engellemesi işlemlerinde kullanılabilir. Süperhidrofobik kaplamalar gemi yüzeylerinin su altında kalan kısmında deniz canlılarının yüzeye tutunmasını engeller ve sürtünme oranını düşürür [Aygül, 2019].

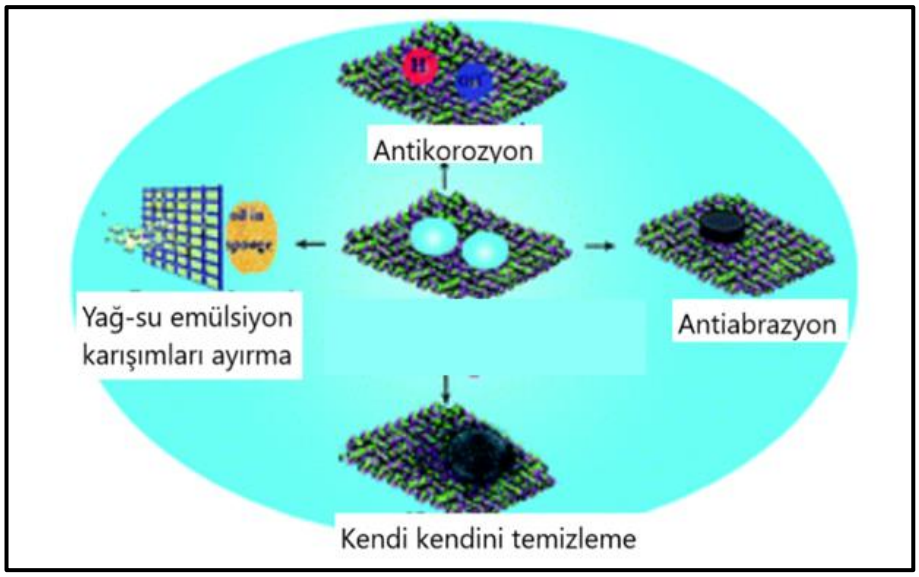
Tekstil endüstrisinde kir tutmayan veya kolay temizlenen kumaşlar elde edilebilir ve anti bakteriyel kumaşlar elde edilebilir. Ayrıca seçici geçirgen(filtrasyon) membranlar elde edilerek yağ/su karışımlarının ayrılması sağlanabilir [Li et al.,2017], [Nguyen-Tri et al., 2019b].

Bunlar dışında yakın gelecekte malzemelere üstün özellikler kazandırılması adına, yapısına süperhidrobobik ya da süperhidrofilik malzemelerin ekleneceği ya da bu tip malzemeler ile kaplanacağı düşünülmektedir. Böylece ürünlerin dış etkenlere karşı daha dayanıklı olması sağlanacaktır. Tıp, tekstil, ulaşım, enerji, konut gibi sektörlerde süperhidrofobik ve süper hidrofilik yapıların daha fazla önem kazanacağı düşünülmektedir. Bu sebeple bu alanlarda geliştirme çalışmaları gittikçe daha fazla önem kazanmaktadır. Düzenli olarak dizilen süperhidrofobik ve süperhidrofilik yüzeyler seçici olarak yalnızca istenen bölgeye ilaç vermekte kullanılabilir.

3.4.2. Süperhidrofobik Kumaşların Genel Kullanım Alanları

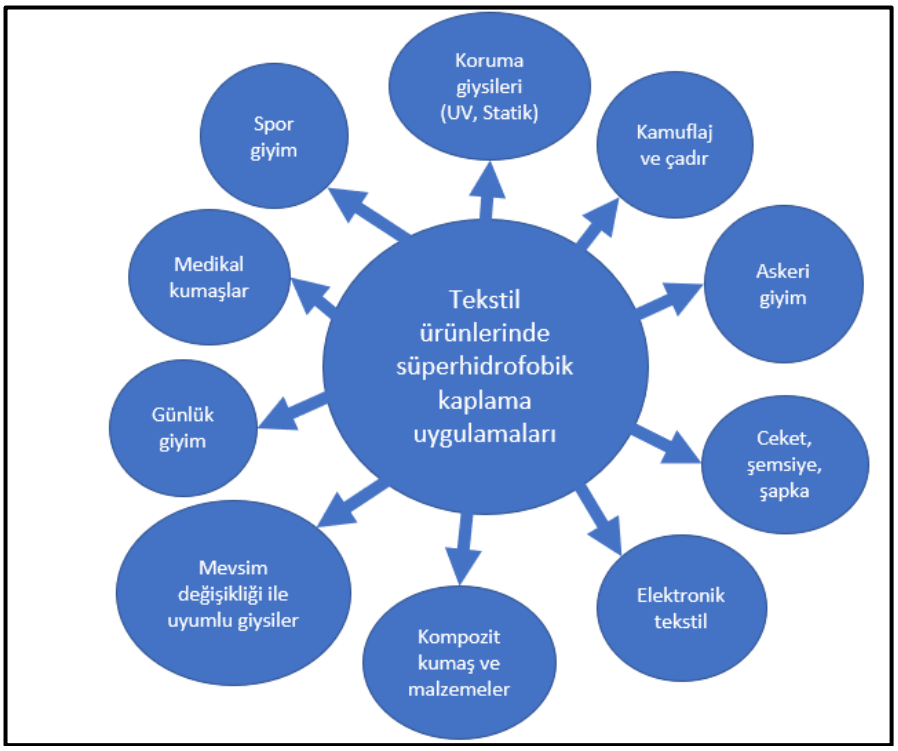
Bilimin katı kurallarının esnetilmesi, yapay liflerin kullanılması ve kaplama metotlarının geliştirilmesi ile birlikte son zamanlarda tekstil ve hazır giyim sektörlerinde büyük ilerlemeler kaydedilmiştir. Bu sektörlerdeki pek çok uygulama doğanın izlenmesi ve taklit edilmesi ile geliştirilmiştir. Ayrıca polyester liflerin kullanımı da doğrudan doğanın izlenmesi ile gerçekleşmiştir [Pad et al., 2015].

Dokulu bir yapıya sahip tekstiller, çeşitli kimyasal çözücüler (asit, baz, tuz, organik ve inorganik çözelti) tarafından kolayca etkileşime girmektedirler ve deforme olup özelliklerini kaybetmektedirler. Uygun yüzey pürüzlülüğü ve uygun kimyasal yapılar kullanılarak imal edilen süperhidrofobik tekstil ürünlerinin; UV dayanımı yükselebilir, su-yağ ayırmada kullanılabilir, kendi kendini temizleme (kirlenmezlik özelliği) arttırılabilir, alev geciktirici özelliği arttırılabilir, aşınma/tüylenme(abrazyon) dayanımı arttırılabilir ve foto-katalitik içeren çok işlevli malzemeler gibi çeşitli uygulamalarda kullanılabileceği yapılan çalışmalarda kanıtlanmıştır. Ayrıca kendi kendini iyileştiren, uyaranlara cevap veren, desenleme ve asimetrik tepkiye sahip bazı akıllı kumaşlar bu tip uygulamalara örnek verilebilir (Şekil 3.7) [Li et al.,2017], [Cao et al., 2016].



Şekil 3.7: Süperhidrofobik kumaşların kullanım sebepleri.

Süperhidrofobik kumaşlar; spor giyim, koruma giysileri (UV, statik), kamuflaj ve çadır uygulamaları, askeri giyim, ceket, şemsiye [Mihiri Ekanayake et al., 2018], şapka, elektronik tekstil uygulamaları, maliyet avantajı sağlayan kompozit uygulamaları, mevsim değişikliği ile uyumlu giysiler, günlük giyim, medikal alan uygulamaları, spor giyim gibi alanlarda ve uygulamalarda kullanılabilir (Şekil 3.8).



Şekil 3.8: Tekstil ürünlerinde süperhidrofobik kaplama uygulamaları.

Nemi algılayan kumaşlar, ilk olarak medikal alanda (sağlık sektöründe) hasta yataklarında kullanılmak üzere çıkmıştır. İdrarını tutmakta zorluk çeken hastalarda gözlem altında tutma amaçlı ve bu hastalara yardım etmek amaçlı geliştirilmiştir. Bu nemi algılayan kumaşlar hastanelerde yatak üzerine serilen çarşafın en alt kısmında kullanılmaktadır. Nemi algılayabilen bu kumaşlar tamamıyla yıkanabilir özellikte olup zorlu çevre şartlarına dayanabilecek şekilde geliştirilmiştir [Coşkun, 2007].

Bilim insanları süper su iticilik özelliği tasarlanan kumaşlarla birlikte tekstil sektörüne süperhidrofobik ve kendi kendini temizleme özellikleri kazandırmıştır. Kaplamalar sonucu elde edilen tekstil ürünleri üzerine su dökülmesi ile kolaylıkla temizlenebilir, kir veya tozun uzaklaşmasına olanak sağlar [Li et al., 2015].

Bu tür modifikasyonlarla, konforu, sıcaklığı, yumuşaklığı ve toksik olmayan, kırışıksız, dayanıklı vs. gibi kumaşa özgü özellikleri korurken tekstillerin ıslanma özelliğini değiştirebilir. Ortaya çıkan süperhidrofobik kumaşlar askeri kıyafetler, itfaiye ve diğer savunma ile ilgili mesleklerde tekstil uygulamalarından kullanılmaktadır. Performans, değerlendirme testleri, dayanıklılık, fiziko-mekanik özellikler, kimyasal direnç ve kişisel rahatlık gibi özelliklerin geliştirilmesiyle birlikte süperhidrofobik kumaşların kullanım alanlarını genişletmektedir. Çoğu ülke askerlerini kimyasal veya biyolojik olarak tehlikeli ortamlarda korumak konusunda endişe duyuyor [Nguyen-Tri et al., 2019b].

Doğal selülozik polimer zincirlerden oluşan pamuklu kumaşların yapısında bulunan hidroksil grupları kumaşa hidrofilik özellik kazandırır. Pamuklu kumaşların bu yapısal özellikleri biyolojik ve kimyasal maddelerin kontaminasyonuna karşı bir hassasiyet oluşmasına ve kullanım alanlarının sınırlandırılmasına sebep olur. Pamuklu kumaşalar hijyenik ve tıbbi giyim, inşaat, elektronik, ambalaj, tarım, jeo-tekstil gibi alanlarda kullanılabilir duruma getirilebilmesi adına kimyasal olarak fonksiyonel hale getirilmelidirler. Kumaşın organik kirleticili madde içeren ortamlarda dayanıklı ve su itici hale gelebilmesi için hidrofobik maddeler ile kaplanmalıdır. Fakat böyle bir durumda kaplama malzemesi olarak kullanılan bazı reaktifler pamuklu kumaşın yumuşaklığını, nefes alabilirliğini ve mekanik özelliklerini kaybetmesine sebep olabilmektedir. Bundan dolayı kaplama sonrası kaplanmış kumaşın faydalı özelliklerini kaybetmemesi önemlidir ve bu konuda son yıllarda değişik çalışmalar yapılmaktadır [Jeevahan et al., 2018], [Ahmad and Kan, 2016].

Pamuklu kumaşın yüzeyindeki TiO2 filmi, düşük ısı sol-gel prosesi kullanılarak ve uygun basınç altında alkoksid(alkoxide) çözeltisi ile oluşur. Kendi kendini

temizlemeyebilme özelliği, iyileştirilmiş antibakteriyel performans ve Neolan Blue 2G boyasının parçalanması ile ölçülebilir. Güneş ışığı ve floresan kaynaklı ışık altında ortamda bulunan oksijen ve su buharı yardımı ile mikropları %99,9 oranında bertaraf edebilir. Böylece mikroplardan dolayı oluşabilecek bozulmalar ve kokuşma oluşumu engellenebilir [Aygül, 2019], [Web 1, 2020].

Günümüzde özel ıslatma materyalleri üzerine araştırma çalışmaları, ileri malzemelerin geliştirilmesinde önemli bir yer haline gelmiştir. Islatmazlık özelliklerine sahip çok işlevli ileri malzemeler için artan talepler nedeniyle bilim insanlarını ve araştırmacıları değişik alanlarda ıslatmazlıkla ilgili özel konulara odaklanmaya teşvik etmiştir. Süperhidrofobik, süperhidrofilik, süperolefilik ve süperolefobik malzemelerin su ve yağa karşı ıslanabilirlik özelliklerinden dolayı iyi bir düzeyde yağ / su ayırma malzemeleri olarak kullanılabilir [Li et al.,2017].

Uzun süreli süperhidrofobikliğe ulaşmak ve düşük yüzey enerjisini elde etmek zorlu bir iştir. Ayrıca süperhidrofobik malzemelerin sağlamlığı ve performans faktörü sıklıkla sorgulanmaktadır. Kimyasal saldırı, gün ışığında solma, mekanik aşınma ve yıpranma (örneğin sürtünme, tüylenme, çizilme ve aşınma) gibi dış faktörler yüzey enerjisini düşürebilir. Bununla birlikte uzun ömürlü nano-yapılı süperhidrofobik polimerik malzemelerde sağlamlık oldukça umut vericidir ve önemlidir. Süper hidrofobik tekstillerin polimerik yüzeyleri, fiber geometrisi, çapı ve yoğunluğu, örgü yapısı konularında araştırmalar yapılarak su ıslatmazlık özelliklerinin geliştirilmesi adına çalışmalar yapılmaktadır. Ayrıca kendiliğinden iyileşme özelliği ile polimerik malzeme, hasarlı yüzeyi eski haline getirebilir ve düşük yüzey enerjisini korurken süperhidrofobikliğini de koruyabilir [Nguyen-Tri et al., 2019b].

Kendi kendini temizleyebilen süperhidrofobik ürünler günlük giyimlerde, endüstride, tarımda pratik bir şekilde kullanılabilmektedir.

ABD'de bulunan Massachusetts Teknoloji Enstitüsü'ndeki bir çalışma grubu, değişik elektrik yüklü polimerleri katman katman büyüterek, Stenocara böceğindeki gibi benzer özellikli fonksiyonel yüzeyler elde ettiler (PEM kaplama tekniği). Süperhidrofilik ve süperhidrofobik yapıları belirli bir düzen ile Stenocara'nın yüzeyindeki dizilimine benzer bir şekilde elde edilerek ucuz ve verimli bir su toplama yönteminin oluşturulması mümkündür. Bu tip bir uygulama sayesinde çöl gibi kurak veya dağ bölgeleri gibi suyun zor bulunabileceği bölgelere su taşımak zorunda kalmayız ve su ihtiyacımızı basit bir çadır yardımı ile giderebiliriz. Suyun az olduğu

bölgelerde yaşayanlar, bu teknik yardımı ile, içme suyunu verimli, kolay ve ucuz bir yol ile elde edebilirler [Aygül, 2019], [Özgür vd., 2007].

Tanker kazaları sonucu oluşan petrol kaçakları ve sanayinin gelişmesi ile oluşan yağlı fabrika atıkları nedeniyle dünyamızda önemli ekolojik ve çevresel sorunlar yaşanmaktadır. Su/yağ ayırma işlemi kumaşların değişik kimyasallarla kaplama işlemi ile gerçekleşmektedir. Yağ ve su ayırmada kullanılacak malzemelerin süperhidrofobik ve süperoleofilik özellik göstermesi gerekmektedir. Yağ ve su karışımları değişik sentez metotları (polimer, karbon nanotüp süngerler, metal kafes vb.) ile oluşturulan süperoleofilik/süperhidrofobik malzemeler ile ayrıştırılabilmektedir [Yeom and Kim, 2016], [Wang et al., 2015].

Asimetrik yüzeyleri doğada gözlemlemek oldukça yüksek bir orana sahiptir; örneğin, böceğin sırtı ve örümcek ağı, farklı yönlerde süperhidrofobik / süperhidrofilik, hidrofobik / hidrofilik gibi iki zıt ıslatma özelliği gösterir. Bu gibi durumlardan esinlenerek, tekstilde asimetrik kumaşlar üretilebilir. Kumaşın bir tarafı su, yağ ve hatta bakteri ve mikropları uzaklaştırmak için kullanılıyorken, diğer tarafı içsel hidrofilik özelliği koruduğu için büyük bir potansiyele sahiptir. Bu nedenle, süperhidrofobik taraf, diğer fonksiyonel özelliklerin yanı sıra kendi kendini temizleme yeteneği sağlar ve hidrofilik taraf, tekstil nemini emici, nefes alabilir, rahat ve yumuşak tutar. Ayrıca asimetrik veya gradyan ıslanabilirlik yüzeyi, sıvıların süperhidrofobik yüzeyden biyolojik, tıbbi ve kimyasal teşhis uygulamalarında potansiyeli bulunan süper hidrofilik yüzeye doğru yönlenmesini sağlar. Farklı ıslanabilirliğe sahip desenli yüzeyler, kimya bilgisini kodlamak, sıvı taşınımını arttırmak ve tıbbi tanılamayı etkinleştirmek için de önemlidir [Li et al.,2017].

Ayrıca çok iyi derecede olan su itici özellikleri sayesinde, bu tip bir tekstil ürününden üretilen branda(hidrofobik) tarafından örtülen metal ürünlerin korozyona uğrama ihtimali düşer. Kullanılan branda yardımı ile su ve nem ile iletişim kesilebilir.

4. POLYESTER LİFİNDEN ÜRETİLEN KUMAŞ

Polyesterler, polimerlerin bir çeşit kategorisi ya da ana bağları içerisinde ester fonksiyonel grupları bulunduran yoğuşma polimerleridir. Polyester kumaşlar polyester liflerden üretilmektedir. Doğal lifler, polyester giysilere göre daha fazla doğal hissedilir. Polyester liflerin çoğu zaman pamuk lifleri ile birlikte kullanımı daha iyi niteliklere sahip giysiler üretmektir.

Polyester lifleri: yüksek dayanıklılık, temizlikte kolaylık, yıpranmaya karşı direnç, yüksek ısı dayanımı, kuruma süresindeki kısalık, kırışmama ve estetik özellikler gibi birçok çağdaş gereksinimi karşılayabilecek niteliktedir [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

4.1. Polyester lifi sentezi (Polietilenteraftalat-PET)

Polyesterler, bir asitin bir alkol ile etkileşimi ya da esterin alkol değişimi sonucu elde edilirler. Bu polimerlerin önemli çıkış maddesi tereftalik asittir, daha çok metil esteri olarak kullanılır. Polyesterlerin eldesi genellikle reaktif bir anhidrit ile dialkol monomerlerin tepkimesi ile oluşur. Dimetil tereftalat ya da tereftalik asid ve etilen glikolün kondenzasyonu sonucu oluşan polietilen tereftalat poliesterin önemli bir sentez metodudur. Tereftalik asit bileşiği, nitrik asidin ya da havanın bulunduğu ortamda p-ksilen ile oksidasyon yoluyla gerçekleşir. Bu işlem ardından matanol ile esterleştirilir. Esterleşme reaktörüne her bir kgr poliester için: yaklaşık olarak 0,6 kgr ve 1,0 kgr ester kullanılır. Polimerizasyonun gerçekleşmesi için vakum altında ve 260-300 derece arası sıcaklıkta çalışılması gerekmektedir. Reaksiyon sonucunda glikol ve metanol serbest bırakılır, bu esnada yaklaşık olarak 80 benzen halkasından meydana gelen bir polimer zinciri oluşturur. Ardından karışım süzülür ve erimiş olan karışım elyaf haline getirilir. Teller uzunlukları ısı uygulanarak var olan uzunluğunun ortalama 3-6 katı haline getirilir. Esneme, sağlamlık ve buruşmama bu elyafın dikkat çekici bazı özellikleridir [Kim Robert and Ebewele, 2000].

Bu elyaflar yazlık kıyafetler, erkek gömlekleri, kadın elbiseleri ve gömlekleri gibi dokunmuş olan kumaşlarla veya kazak ve hırka gibi kıyafetlerde örme işlerine uygundur. Sağlamlık özelliği sayesinde bu poliester elyaflar, otomobil

lastiklerinde(elyafı) ve halat alanlarında kullanımı mümkündür. Ayrıca yastık, uyku tulumu, iplik, yangın hortumu V-kayışları yapında da kullanımı etkindir. Poliester elyaflarının en önemli dezavantajlarından biri yağlı kiri çekmesi ve nemi kovmasıdır. Bu sebeple geliştirilen bir metoda göre akrilik asit poliesterin üzerine kimyasal bir bağ ile bağlanır ve böylece elyafa, sürekli nemlenme ve kir tutmama özelliği kazandırılmış olur. Bağlanmanın sağlanabilmesi için ortamda argon gazı bulundurulur ve bu ortamdaki elektriksel boşalım olayından faydalanılır. Carother 1930 lu yıllarda poliesterden lif elde etme konusunda araştırma yapan ilk kişidir. Fakat Carothers'in sentezinin sonucu olan alifatik polyesterler düşük molekül ağırlığı ve düşük erime noktalarına sahip olduğu için lif üretimi için yetersiz olmuşlardır.1941 yılında ilk defa İngiliz J:Rhwinfield ve çalışma arkadaşı J:T:Dickson etilen glikol ile dimetil tereftalattan yola çıkarak lif elde etmek için daha uygun olan poli(etilen tereftalat)ı sentezlemişlerdir. 1953'te ise Amerika'da etlen glikol ve teraftalik asit kullanımıyla Dacron adını alan poliester lif üretilmiştir. Çıkış maddeleri aynı olmasa da Dacron ve Terylene sentezi temel olarak aynı yapıya sahip olup polimerleride poli(etilen tereftalat)tır [Kim Robert and Ebewele, 2000].

4.2. Polyester Liflerinin Özellikleri

Polyester ısıyla şekillenmeye çok yatkın, deformasyonun ardından eski şeklini alabilen bir çeşit liftir ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olup dayanıklılıkları üretim yöntemlerine göre değişir. Stapel liflerde uzama %30-50, standart filamentlerden oluşan liflerde ise %15-30 arasında değişir. Inital modulleri çok yüksektir, germe kuvvetine karşı dayanıklıdırlar. Polyester liflerinin aşınma direnci oldukça yüksektir. Bu sebeple doğal lifler ile karıştırıldığında ürünlerin aşınma nitelikleri artırılır. Polyester lifleri az miktarda su emerler ve rutubetli ortamlar liflerin dayanıklılığını ve uzamalarını etkilemez. Buharlı ortamda ya da kaynayan suda bekletilirse, polimer hidrolize uğrayacağından dolayı bir süre sonra fiziksel özelliklerinde bozulma meydana gelmeye başlayacaktır. Fakat sıcaklık uzun bir süre kesilmediğinde diğer birçok kimyasal lif ve bazı doğal liflere göre daha az etkilenir. Polyesterler 260°C'de yumuşar ve 180°C de normal şartlar altındaki dayanıklılığın yarısına sahiptir. Genellikle çok zor alev alır. Alev lifin erimesine sebep olur ve ardından yanmaya

başlayarak sert bir madde halini alır. Ayrıca polyester gün ışığına da direnç gösterir [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

Seyreltik alkalilere(soğuk), yoğun asitlere karşı (oksitleyici olmamalıdır), adi organik solventlere ve hidrokarbonlara karşı kıyasla duyarsızdır. Polyesterlerin diğer özellikleri: Kısa sürede kurur, güçlü olup çekme ve aşınmaya karşı direnç gösterirler, yıkanabilirler ve ayrıca kuru temizlenebilirler, kuruma süresi kısadır, yumuşaktır. Statik ve tüylenme sorunuyla karşılaşılabilir. Kırışmaya karşı dayanıklıdır ve ısı temasında kıvrılabilirler. Emme kuvvetleri düşük olduğundan dolayı paslanma problemi yaratabilir [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

4.3. Polyester Liflerinin Fiziksel Özellikleri

Normal şartlar altındaki nem yüzdesi %0,4 tür, kopma esnasındaki uzama oranı %15-25 ‘tir. Spesifik ağırlığı 1,38g/cm3 civarındadır, kopmaya karşı dayanıklıdır ve kopma dayanıklılığı 4,5-5,5 gr/denye'dir. Enine kesitleri çoğunlukla yuvarlak olup farklı sebeplerle üretilen bazı liflerin kesitleri farklı olabilir. Merserizasyon işlemine uğradığında bir miktar çekme ve dayanıklılığında çok az miktarda azalama görülür [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

4.4. Polyester Liflerinin Kimyasal Özellikleri

Asitlere karşı dirençli, bazlara ise dirençsizdir, İndirgen ve yükseltgen maddelere karşı dirençlidir, çoğu çözücü içinde çözünmezler fakat benzil alkol, m-kresol, fenol ve türevleri gibi çözgenler içinde rahatça çözünebilmektedir. Elektriği iletebilme nitelikleri yüksekti, rutubeti az emmesi sayesinde elektrik iletkenliği azdır. Güve, zararlı böcekler, küf ve mantar gibi organizmalardan etkilenmez. Günışığı da bu liflere çok fazla zarar vermez [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

4.5. Polyester Liflerinin Tekstilde Kullanım Alanları

Polyesterler tekstil alanında geniş bir kullanım yer edinmiştir. Bunların birkaçı; elbiseler, ceket, halı, hazır giyim, takım elbise, nevresim gibi birçok alanda kullanılır.

Polyesterler oldukça yüksek dayanıklılık/ağırlık oranına sahiptir ve ticari kullanım için en başarılı alanı elyaftır. Örtü, lastik, çorap, ev tekstili (çarşaf, yastık, perde, halı vb.) ve kemerlerde kullanım amacı destekleyici elyaf olmasıdır. Yeni nesil yalıtılmış elyaflar Everest Dağı'nda dağcılar tarafından teste tabi tutulmuştur. Tırmanma kıyafetleri, uyku için tulumlarında, montlar ve açık hava giyiminde kullanılır [Direk Taşbaş, 2014], [Duru Baykal, 2010].

5. SÜPERHİDROFOBİK KUMAŞLARIN ÜRETİM METOTLARI

WCA'sı 150 ° 'nin üzerinde ve düşük CAH olan birçok süperhidrofobik tekstil kumaşları birçok endüstrilerde ticarileştirme çabalarıyla geliştirilmektedir. Süperhidrofobik malzemelerin oluşturulmasında kullanılan iki genel kural yüzeydeki kimyasal bileşimin düzenlenmesi ve yüzeyde pürüzlülüğün yaratılmasıdır.

Tekstil kumaşlarının yüzey serbest enerjisinin düşürülmesi genelde daha düşük serbest enerjili bir malzeme ile kaplama ile yapılmaktadır. Fakat bu işlem sırasında kaplama partiküllerinin mikro ya da nano boyutta olması tercih edilmesi gerekmektedir.

Sağlam süperhidrofobik tekstil yüzeylerinin hazırlanmasında kullanılan en yaygın yöntemler; Daldırarak kaplama metodu, elektrik Alan Destekli kaplama, kimyasal buhar fazı biriktirme, kimyasal banyo içinde kumaş kaplama ve polimer aşılama-grafting metodudur.

5.1. Poliolefin Bazlı Plastiklerin (PP/PE bazlı) Kullanıldığı Kaplamalar

Polipropilen (PP) düşük maliyetli, toksik olmayan, yüksek sertlik ve mukavemete sahip, aşınma direnci ve kimyasal stabilitesi yüksek, belirgin bir yorulma direnci olan bir plastiktir. PP plastiği tekstilde elyaflarda, ince film üretiminde, levha ve borularda, yaygın olarak ev aletlerinde, otomobillerde değişik parçaların üretiminde, mobilyalarda, paketleme sektöründe vb. uygulamalarda kullanılır. PP yüzeyinin süperhidrofobik hale getirilmesi ile PP ürünlerin kullanım alanını genişletebilir ve böylece PP tüketimini arttırabilir. Bu sebeple PP kaplamaların süperhidrofobik yapısının geliştirilmesi ve mekanik, kimyasal dayanımları açısından güçlendirilmesi ile ilgili çalışmalar devam etmektedir. Kaplama çalışmaları esnasında bir solvent ile birlikte değişik non-solvent tipleri kullanılmaktadır. Non-solvent kullanılmadan da bir PP kaplama oluşturulabilir fakat böyle bir durumda hidrofobiklik polimer çözeltisinin konsantrasyonundan kolayca etkilenecektir.

Yüksek kristallik derecesinden dolayı PP'nin çözülmesi zordur. Homojen bir çözelti elde edebilmek için yüksek sıcaklıkta (genellikle 120°C'nin üzerinde) uzun bir

süre karıştırma gerekmektedir. Haloysit nanotüpleri, çinko oksit nanoparçacıkları gibi heterojen çekirdekleştirici maddelerin eklenmesi süperhidrofobik PP kompozit kaplamalar hazırlamak için kullanılan diğer etkili yöntemlerdir. Bu nanomalzemeler faz ayırma işlemini hızlandırabilir ve mikronano çok ölçekli yapılar üretebilir [Zhu et al., 2015].

5.1.1. Daldırma Kaplama Yöntemi

Rioboo ve arkadaşları (2008), çözelti konsantrasyonu ve kaplama kalınlık değişiminin temas açısına etkisini incelemek için dip-coating ve kaplama yüzeyine dökme metotları ile kaplamalar oluşturmuşlardır. Çalışma grubu 6 farklı molekül ağırlığına sahip PP'ler (3 çeşit izotaktik, 1 çeşit ataktik ve 1 çeşit sindiotaktik PP) kullanmıştır ve çözücü olarak da p-ksilen ve non-solvent olarak 2-bütanon kullanmışlardır. Çözünme işlemi 135 °C'de gerçekleştirilip kuruma işlemi standart atmosfer altında 21-23 °C ve %30-55 nem altında en az 12 saat bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Kaplama işlemi 55 ± 3 °C aralığında gerçekleştirilmiştir ve kaplama i-PP plakalar üzerine daldırma ya da yüzeye dökme şeklinde yapmışlardır. Başlangıçta kaplanmamış i-PP yüzeyinde yapılan ölçüme göre 99,5° ± 3,9° ilerleyen statik temas açısı ve (advancing) 80,7°±2,6° gerileyen statik temas açısı(receding) ölçmüşlerdir. Sonuç olarak yaptıkları çalışmalar sonucunda 159,6° ± 3,9° ilerleyen statik temas açısı ve (advancing) 155,5°±2,6° gerileyen statik temas açısı(receding) elde etmişlerdir. Çalışmalar sonucunda yüksek kaplama kalınlığı ve konsantrasyonun süperhidrofobikliği düşürdüğü görmüşlerdir. Ayrıca 50 mikronluk kalınlığa sahip kaplamanın bile süperhidrofobik bir yapıya sahip olabileceği görmüşlerdir [Rioboo et al., 2008].

Zhu ve arkadaşları (2015), normal şartlarda kullanılan ksilen, dekalin ve triklorobenzen gibi toksik solventleri kullanmak istememiştir ve bunların yerine toksik olmayan heptan ve siklohekzan kullanmışlardır. Fiber çapı 19 μm ve ortalama kalınlığı 332 μm olan PP dokumasız(nonwoven) kumaşlarını 50 ml'deki siklohekzan veya siklohekzan/heptan karışımlarında belirli bir süre ihtiyaç duyulan sıcaklığa kadar bekletilerek ardından oda koşullarında kurumaya bıraktılar. Aynı şekilde diğer PP malzemeleri de aynı uygulamaya tabi tuttular. Siklohekzan ile yapılan kaplamalarda 70 ve 75 ° C'de kaplama sıcaklıklarında çalıştılar. Aynı bekleme süreleri için 75 °C'de

yapılan kaplamalarda elde edilen temas açıları 70 °C'de yapılanlardan daha yüksek olarak saptamışlardır. Ayrıca 70 °C'de 150°'den yüksek temas açıları elde etmek için minimum kaplama süresi 90 dk iken 70 °C'de ise 30 dk. olarak elde etmişlerdir [Zhu et al., 2015].

1:1 hacim oranıyla sikloheksan/heptan (çözücü A) ve 1:2 hacim oranı sikloheksan/heptan (çözücü B) çözücü çiftleri 80 ° C'de kumaş yüzeyinin işlenmesi için hazırlamışlardır. Böylece siklohekzan/heptan karışımı ile elde edilen etki yardımı ile süperhidrofobik kumaş elde edilme süresi kısalmış 10 sn'ye düşmüştür. Ek olarak, daldırma süresi 5 dakikaya yükseldiğinde, çözücü A ile muamele edilen numunelerde daha büyük boyutlu çıkıntılar elde ettiler. Çözücü A ve B arasındaki bu fark: yüksek konsantrasyonda bir sikloheksan içeren A çözücüsünün bazı PP moleküllerini 80 ° C'de çözmüş olmasına bağlamışlardır. PP kumaşı B solvent çifti içerisinde 80°C'de 10 sn bekletildikten sonra gerilme dayanımı testine tabi tutuldu.Test sonucuna göre gerilme dayanımı solvent içinde bekletme sonrası düşeriken, % uzama artmıştır. Ayrıca bu çalışmada işlem görerek süperhidrofobik hale gelen PP kumaşı ile bir düzenek kullanarak su ve kloroform sıvıları karışımını birbirinden ayırmışlardır (Su içerisine boyar malzeme eklenerek kloroform ile farklı renkte görünmesi sağlanmıştır.) [Zhu et al., 2015].

Çalışma konumla doğrudan ilgili olması sebebiyle aşağıdaki Kim ve arkadaşlarının yaptığı çalışma detaylı olarak incelenecektir.

Kim ve arkadaşları (2019), çalışmalarında temel olarak taktikliğin (izotaktik, ataktik), konsantrasyonun (10, 20, 30 ve 40 mg/ml), kuruma sıcaklığının (30 ℃ ve 70 ℃) ve solvent / non-solvent (9: 1, 8: 2, 7: 3 ve 6: 4) karışım oranının etkilerini incelemişlerdir (Tablo 5.1). İzotaktik polipropilen çözeltisi ile 173 °'lik su temas açısını ve 4 ° su kayma açısını gösteren optimal şart; 70 ° C kurutma sıcaklığında, 30 mg/ml konsantrasyonda ve 6:4 solvent/non-solvent karışım oranında elde etmişlerdir. Amorf polipropilen ile ise 30 ° kurutma sıcaklığı, 40 mg / ml konsantrasyon ve 8: 2 solvent / non-solvent karışım oranı koşulunda 163 ° su temas açısını ve 9 ° su yayılma açısı elde edilmişlerdir. Denemeler sonucunda amorf yapılı PP ile yapılan kaplamalarda düşük kurutma sıcaklığı ve düşük bir non-solvent karışım oranı gerektiği saptamışlardır. Bu durumda PP taktisitesine bağlı olarak buharlaşma hızı veya sıcaklığının belirlenmesi gerektiğini düşünmüşlerdir [Kim et al., 2019].

Testler esnasında iki tip çözelti hazırladılar;

İlk olarak yalnızca solvent ile elde edilen çözelti ile denemeler yapılmıştır ve Adım 1‘de bulunan uygulama denenmiştir: Hansen çözünürlük parametresine bağlı olarak izotaktik PP için p-ksilen solventi seçildi ve yağ banyosunda bir balon erlende 1 saat boyunca 130-135 °C'de ısıtarak PP’nin çözünmesi sağlanmıştır. Amorf PP’nin ise siklohekzan içerisinde 1 saat boyunca 75-80 °C'de ısıtarak çözünmesi sağlanmıştır. Çözücüleri uçucu hale getirmeyecek şekilde sıcaklığı kontrol etmek önemlidir, çünkü p-ksilen ve sikloheksanın kaynama noktaları sırasıyla 138 ℃ve 81 ℃dir. Bu işlemden sonra kaplanacak kumaş bu çözeltiler içerisine dip-coting yolu ile daldırıldı ve 1-2 saniye çözelti içerisinde durduktan sonra çözeltiden çıkarılıp bir vakum etüvünde 3 saat boyunca kurumaya bırakılmıştır.

İkincil olarak Adım 2’deki Solvent/Non-solvent uygulaması denenmiştir: İzotaktik PP için solvent olarak p-ksilen ve non-solvent olarak ise MEK kullanılmıştır. Amorf PP için ise solvent olarak siklohekzan ve non-solvent olarak aseton kullanılmıştır. Solvent içerisinde bulunan amorf PP tamamen çözündükten sonra aseton çözelti yavaşça eklenmiştir. Karıştırma işlemi manyetik bir karıştırıcı ile 2-4 dakika boyunca homojen ve bulutsuz bir görsellik elde edilene kadar devam etmiştir. Örnekler kaplama çözeltisine 2-3 saniye daldırılmış ve buharlaşana kadar 3 saat bir vakumlu fırında kurutulmuştur (Tablo 5.1, Tablo 5.2).

Tablo 5.1: Kim ve arkadaşlarının kullandığı test reçeteleri.

	PP (gr)	Solvent (ml)	Non-solvent (ml)	Konsantrasyon (mg/ml	Kurutma Sıcaklığı(°C)
Adım 1 Solvent Uygulama	0,2	20	…	10	30,70
	0,4			20	
	0,6			30	
	0,8			40	
Adım2 Solvent Uygulama	Optimum şartlar	18	2	Optimum Şartlar	Optimum Şartlar
		16	4		
		14	6		
		12	8		

Tablo 5.2’de deneylerde kaplanan kumaşların tanımlanma şekilleri açıklanmıştır. Örneğin ‘‘I3_6’’ tanımı 30 mg/ml izotaktik PP ile 6:4 solvent/non-solvent oranı ile kaplanan kumaş numunesi demektir. Ayrıca ‘‘UT’’ tanımı ise işlem görmemiş kumaş demektir.

Tablo 5.2: Kim ve arkadaşlarının deneylerde kullandığı numune kodları ve açıklamaları.

İşlem kodu	Açıklama
UT	İşlem görmemiş
I1, I2, I3, I4	10,20,30,40 mg/ml'lik (yalnız solvent) çözeltilerle İzotaktik/Amorf PP kaplanmış
A1, A2, A3, A4	
IO_9, IO_8, IO_7, IO_6	9:1, 8:2, 7:3, 6:4'lük Solvent/Non-solvent karışım oranları ile İzotaktik/Amorf PP kaplanmış
AO_9, AO_8, AO_7, AO_6	

Tablo 5.3'de de görüleceği üzere 30 ve 70 ℃'de kumaş yüzeyindeki PP tanecik çapları konsantrasyonun artması ile birlikte artmıştır. Tanecik çapının konsantrasyonla değişiminin incelenebilmesi için çözeltilerde yalnızca p-ksilen çözücüsü kullanılmıştır. Üniform olmayan bu pürüzlülüğün, çözelti viskozitesinin artmasıyla gecikmiş çözücü buharlaşmasına bağlandığı düşünülmüştür. Tekstiller izotaktik bir PP çözeltisi ile kaplanırken, ikinci aşama için konsantrasyon 30 mg/ml olarak ayarlanmıştır.

Tablo 5.3: İzotaktik polipropilen/çözücü (p-ksilen) ile işlenmiş kumaşlarda polipropilen parçacıkların çapı (µm).

Konsantrasyon (mg/ml)	Kurutma Sıcaklığı(°C)	
	30	70
10	1,41(±0,19)	2,89(±0,62)
20	2,12(±0,55)	3,05(±0,87)
30	3,12(±0,56)	4,04(±1,18)
40	4,46(±1,13)	5,35(±0,68)

Kurutma hızının kaplama yapısını etkilemesi sebebi ile 30 ℃ ve 70 ℃ kurutma sıcaklıkları karşılaştırılmıştır. Çapı 1,41–4,46 µm olan parçacıklar 30 ° C'de dağıtılırken, 2,89-5,35 µm çapındaki parçacıklar 70 ° C'de eşit şekilde oluşturulur (Tablo 5.3). 130 ° C'de çözünen izotaktik PP, 30 °C'de kurutulduğunda, hızlı soğutma ve çekirdeklerin büyümesi için yetersiz zaman nedeniyle hızlı çekirdeklenme oranı ile çok sayıda küçük parçacık oluşmuştur. Öte yandan, 70°C kurutma sıcaklığı durumunda, yavaş çekirdeklenme oranı nedeniyle küçük çekirdekler arasında toplanma ile daha büyük parçacıklar oluşmuştur. Dolayısıyla, çap ve PP partiküllerinin

dağılımı, kurutma sıcaklığına bağlı olarak değiştiği görüldü. İzotaktik PP, kristalliği nedeniyle sıcaklık değişimlerine karşı hassas olduğunu gözlemlediler ve ayrıca bu çalışmalarında çözeltinin sıcaklığı 55 ile 65 ℃ arasına düştüğü zaman jelleşme gözlemişlerdir. Oda sıcaklığında jelleşmeyi kontrol etmek için 20 mg/ml konsantrasyonundaki izotaktik PP çözeltisi kullanıldı ve jelleşmenin meydana geldiği bulutlanma noktası 65 °C'de gözlemlemişlerdir. Bu nedenle, izotaktik PP çözeltileri için, çözeltinin sıcaklığı 65 °C seviyesine düşmeden önce kumaşa kaplama uygulamışlardır.

İzotaktik PP ile karşılaştırıldığında düşük erime noktasına sahip amorf PP'ler küresel PP parçacıkları oluşturmadı ve yüzeyde küçük tümseklere neden oldu. 10 ve 20 mg / ml konsantrasyonlarda pürüzsüz bir yüzey gözlemlenmiştir, ancak 30 mg /ml'lik konsantrasyonda çapı 1 µm'den az olan parçacıklar oluşmuştur ve yüzey pürüzlülüğü artmıştır. Böylece PP'yi çökeltmek ve tekstil yüzeyinde yüzey pürüzlülüğü oluşturmak için 30 mg/ml'nin üzerinde bir konsantrasyonun uygulanması gerektiği bulmuşlardır. Amorf PP'nin erime sıcaklığına yakın olması sebebiyle 70 ℃ kurutmada gözlemlenen yüzey pürüzlülüğü daha düşüktür. Bu sebeple tekstil ürünleri amorf polipropilen ile kaplanacak ise 30 °C gibi düşük bir sıcaklıkta kaplama tercih edilmesi gerektiğini düşünmüşlerdir (Tablo 5.4).

Tablo 5.4: Amorf polipropilen/çözücü (Sikloheksan) ile işlem görmüş kumaşlarda polipropilen parçacıklarının çapı (µm).

Konsantrasyon (mg/ml)	Kurutma Sıcaklığı(°C)	
	30	70
10	…	…
20	1,23(±0,44)	1,42(±0,25)
30	0,72(±0,07)	0,98(±0,44)
40	0,94(±0,36)	0,93(±0,36)

İşlem görmemiş numunenin SA (kayma açısı) değeri 90 ° 'den büyüktü ve çözücü içinde çözünmüş izotaktik PP ile kaplanmış olan numunelerin SA'larının tüm koşullarda 10 °' den büyük olduğunu gözlemlediler. Amorf PP durumunda ise SA, 30 ve 40 mg/ml konsantrasyonlarında 10 ° olma eğilimindeydi. Bu konsantrasyonlarda, yüzeyde yaklaşık 0,72-0,94 µm çapında nano yapılar oluşmuştur. Bu sonuçlar, SA'nın nano boyutlu pürüzlülükten büyük ölçüde etkilendiğini ortaya koydu. Yüksek konsantrasyondaki küçük parçacıklar ile kumaş yüzeyinde oluşturulan kapatıcılık

(kaplama kalitesi), düşük konsantrasyonlardaki daha iri parçacıklar ile oluşturulan kapatıcılıktan daha yüksek olduğu düşünülmüştür. Ayrıca kapatıcılık kalitesinin SA'yı etkilediği görülmüştür.

Kumaş çözücü (p-ksilen) ve non-solvent (MEK) karışımında izotaktik PP ile muamele edildiğinde, yüzey morfolojileri karışım oranına göre değiştirildi. İzotaktik PP bir çözücü ile kaplamada kullanıldığında ortalama çapı 3,05 µm olan PP partikülleri 20 mg / ml konsantrasyon ve 70 ° kurutma sıcaklığı koşullarında oluşturulmuştur. Bununla birlikte, 9:1-8:2 oranında non-solvent eklenmesinden sonra, partiküllerin çapı 1,87-2,32 µm'ye düşürüldü ve kumaş yüzeyi daha düzgün kaplanmış görünüyordu. 7:3-6:4 oranlarında ise 490-660 nm'lik nano ölçekli bir pürüzlülük oluşmuştur (Tablo 5.5).

Tablo 5.5: İzotaktik PP/Solvent(p-ksilen) /Non-solvent (metil etil keton) kaplanmış kumaşlarda PP parçacıklarının çapı (Kurutma sıcaklığı: 70 ℃ birim: µm).

Hacimsel Oran	Konsantrasyon(mg/ml)	
	20	30
10:0	3,05(±0,87)	4,04(±1,18)
9:1	2,32(±0,26)	2,76(±0,41)
8:2	1,87(±0,34)	2,14(±0,37)
7:3	0,66(±0,01)	0,65(±0,05)
6:4	0,49(±0,01)	0,48(±0,04)

İzotaktik ve amorf PP kaplama ile muamele edilmiş örneklerin her ikisinde de konsantrasyon 10 ila 40 mg / ml arttırılırken statik temas açısı (CA) da artma eğiliminde olmuştur. Bunun sebebinin artan konsantrasyon ile birlikte çözücünün buharlaşması esnasında kumaş yüzeyinde daha fazla pürüzlülük oluşmasıdır. İzotaktik PP kaplamalarında derişimin 30 mg/ml'den 40 mg/ml'ye geçişi ve 70°C'deki kuruma esnasında CA'da artma gözlemlememişlerdir. İzotaktik PP ile kaplama durumunda kurutma sıcaklığının 70 ° C olduğu durumlardaki statik temas açıları (CA), 30° C'dekinden daha yüksektir.

Amorf PP durumunda 30°C'deki kurutmada saptanan CA, 70°C'den daha yüksektir. Yüzey morfolojisinde gözlemlendiği üzere bunun nedeni, 70°C kurutma sıcaklığındaki yüzey pürüzlülüğünün, 30°C kurutma sıcaklığındakine kıyasla daha düşük olmasıdır. Polimer çözeltilerinin kurutma sıcaklığının oluşan parçacıkların çapı

ve dağılımında bir fark yarattığı, böylece ıslanabilirliğin farklılığına yol açtığı bilinen bir gerçektir. Fakat bu çalışmada kurutma sıcaklığıyla kumaşın ıslanabilme kabiliyetinde bu kadar büyük bir fark gözlenmedi. Muhtemelen kumaştaki mevcut mikro boyuttaki pürüzlülük PP kaplama tarafından azaltılmıştır.

Amorf yapılı PP sadece bir çözücü ile işlem gördüğünde, 30 mg/ml konsantrasyon koşulunda ve 30 °C'deki kurutma sıcaklığı ile 720 nm çaplı PP parçacıkları yoğunlaştırılmıştır. Bunu sebebi, yüksek non-solvent(aseton) içeren karışımlarda asetonun hızla uçmasının ardından karışımda yalnızca çözücü kalır ve PP'nin az miktarda çözücü içinde tamamen çözünemez, partikül çevresinde toplanır. (Tablo 5.6).

Tablo 5.6: Amorf PP/Solvent(sikloheksan)/Non-solvent(aseton) işlenmiş kumaşlar üzerindeki PP parçacıklarının çapı (Kurutma sıcaklığı: 30°C birim: µm).

Hacimsel Oran	Konsantrasyon(mg/ml)	
	30	40
10:0	0,72(±0,07)	0,94(±0,36)
9:1	0,44(±0,07)	0,55(±0,09)
8:2	0,65(±0,21)	0,60(±0,11)
7:3	1,32(±0,40)	90,07(±19,08)
6:4	47,29(±6,83)	170,10(±19,84)

40 mg / ml ve 30 ℃kurutma sıcaklığında yalnızca solvent kullanımı ile yaklaşık 940 nm PP partikülleri elde edilmişti. 7: 3 ve 6: 4 oranlarında non-solvent eklenmesi ile yaklaşık 100 um partiküller elde edilmiştir. Partikül boyutları 30 mg/ml konsantrasyonda oluşan yoğunlaşma ile karşılaştırıldığında daha büyük ve daha düzensiz olmuştur. Az miktarda non-solvent madde ilave edildiğinde, PP'nin 30 mg / ml'dekine kıyasla 40 mg / ml durumunda daha hızlı bir şekilde yoğunlaştırıldığı ve optimum şartların 7:3 karışım oranı olduğu doğrulanmıştır.

i-PP ile muamele edilmiş kumaşların farklı solvent (p-ksilen) ve non-solvent (MEK) (kurutma sıcaklığı: 70 ° C) karışım oranları altında statik temas açısı ve kayma açısı incelenmiştir. İzotaktik PP sadece bir çözücü ile muamele edildiğinde, CA'ler sırasıyla 20 ve 30 mg/ml konsantrasyonlarda 149 ° ve 152 ° olmuştur. Non-solvent sıvılarının karışım içindeki oranı arttıkça, CA'lar her iki durumda da yükseldi ve 7:3'lük karıştırma oranında dikkat çekici şekilde arttırıldı. Bu sonuçlar partikül büyüklüğünün 20 mg/ml konsantrasyonda 1,87'den 0,66 µm'a ve 30 mg/ml

konsantrasyonda 2,14’den 0,65 µm’a arttığı görüldü. Bu nedenle CA'nın mikrometreden nanometreye pürüzlülük değişimi ile dramatik bir şekilde arttığı düşünülmüştür.

Farklı solvent (sikloheksan) ve non-solvent (aseton) karışım oranlarında amorf polipropilen ile işlenmiş ve 30 ℃ kurutma sıcaklığında kumaşların statik temas açısı ve kayma açısı incelemiştir. Amorf PP'nin sadece bir çözücü ile işlenmesi durumunda, CA'ların sırasıyla 30 ve 40 mg/ml konsantrasyonlarda 156° ve 158° olduğu bulunmuştur. Non-solvent maddelerin karışım oranı arttıkça, CA'lar da her iki durumda da yükseltildi: Fakat 30 mg / ml konsantrasyonda 6:4 karışım oranı ve 40 mg/ml konsantrasyonda 7: 3 karışım oranı durumunda önemli ölçüde azalmıştır. Bu sonuçlar, partikül büyüklüğünün 30 mg/ml konsantrasyonda 1,32’den 47,29 µm 'e değişmesiyle ve 40 mg/ml konsantrasyonda 0,60’den 90,07 µm'e aşırı bir yoğunlaşmasıyla tutarsızdı. Aynı miktarda PP uygulandığında, partikül ebadı büyüdükçe, yüzeyin PP partiküllerle kaplanmasının azalması da mümkündür. İzotaktik PP'nin SA'ları, 7:3 ve 6:4 solvent / non-solvent karışım oranları altında 10 ° 'den düşüktü. Amorf PP olanlarda, 9:1 ve 8:2 karışım oranlarında 10 ° 'den daha düşük hale geldi. Ayrıca bu çalışmada ıslanabilirlik açısından değerlendirildiğinde, solvent (p-ksilen) ve non-solvent(MEK) 6:4 hacim oranı karışımı, 30 mg/ml konsantrasyonunda izotaktik PP için optimum koşul olarak seçildi ve 70 ℃ kurutma sıcaklığı optimum kurutma sıcaklığı seçildi. Ek olarak, solvent (sikloheksan) ve non-solvent (aseton) 8: 2 hacim oranına sahip bir karışımda, 40 mg / ml konsantrasyonda amorf PP için en uygun koşul ve 30 °C' lik kurutma sıcaklığında seçildi.

İzotaktik PP'nin partikül boyutunun non-solvent(MEK) oranı arttıkça azaldığı düşünülür bunun sebebi ise: Faz ayrımının artması ve böylece çekirdeğin etrafına yapışan partiküllerin küçülmesidir. 30 mg / ml ve 70 °C kurutma sıcaklığında karışım oranına göre yüzey morfolojisi benzerdi. 9:1-8:2 oranında non-solvent bir madde ilave edildikten sonra, parçacıklar tarafından mikro-pürüzlülük oluştuğu görüldü, ancak 7:3 ila 6:4'lük bir karışımla nano-pürüzlülük 480-650 nm idi. Bu sonuçlar, partikül çapının, az miktarda non-sovent maddenin eklenmesiyle 30 mg / ml'de daha etkili bir şekilde azaldığını göstermektedir.

I3_6(30 mg/ml konsantrasyonuna sahip izotaktik PP çözeltisi, 6:4 solvent/non-solvent oranı) ve A4_8(40 mg/ml konsantrasyonuna sahip amorf PP çözeltisi, 8:2 solvent/non-solvent oranı) numunelerinin hava geçirgenliği 99 ve 254 cfm iken, kaplanmamış kumaşın ise 334 cfm idi. I3_6 ve A4_8 numuneleri kaplanmamış

kumaştan daha düşük hava geçirgenliğine sahipti çünkü kaplama çözeltisi, gözenekleri azaltmak için lifler arasına işlemişti. I3_6 numunesinde küresel PP kristallerinin non-solvent etkisi ile kumaş yüzeyini düzgün ve yoğun bir şekilde kaplaması sebebiyle hava geçirgenliği minimum değere düşmüştür. Diğer yandan A4_8 örneğinde non-solvent olarak daha uçucu olan aseton kullanılması sebebiyle I3_6 numunesinden daha yüksek hava geçirgenliği sonucunu vermiştir. I3_6 ve A4_8 numuneleri işlenmemiş numuneye kıyasla benzer bir WVTR (su buharı iletim hızı) sonucu vermiştir. Hidrofobik kaplamanın gözenekler ve lif boşluklarını bloke ettiği ancak kumaş yüzeyi ile su molekülleri arasındaki etkileşimi zayıflattığı ve su buharı iletiminin hızlandığı düşünülmüştür.

Ayrıca bu çalışmada kaplanmış kumaşların çekme dayanımlarında büyük bir farklılık yoktur. İşlem görmemiş kumaş çekme dayanımı 400 N iken; izotaktik PP kaplanmış kumaş çekme dayanımı 390 N ve amorf polipropilen kaplanmış kumaş çekme dayanımı ise 402 N' dır.

Tüm örneklerde aşınma ve yıkama testinden sonra CA'lar azalmış ve SA'lar artmıştır. Çalışma grubu bunun sebebi olarak sadece nanoparçacıkların ayrılmasının değil, aynı zamanda yapışkan banttan kontaminasyonun da etkili olduğunu düşünmüşlerdir. Bu çalışmada A4_8(40 mg/ml konsantrasyonuna sahip amorf PP çözeltisi, 8:2 solvent/non-solvent oranı) numunesi yıkama testinden sonra bile 163 ° statik temas açısı ve 10 ° kayma açısı verilerini sunmuştur.

Sing ve arkadaşı (2019), bu çalışmada atık geri dönüşümlü polietilen (PE) eldivenleri kullanarak hidrofobik pamuk elyafların elde edilmesi için dip-coating (Daldırarak kaplama) yoluyla hidrofobik ve oleofobik kaplama oluşturmuşlardır. Ham pamuk yüzeyi, silres ve PE eldivenler kullanılarak basit bir yolla hidrofobik hale getirildi. Üretim prosedürleri çözülme ve daldırma yaklaşımına dayanıyor ve herhangi bir karmaşık ekipmanın kullanılmasını gerektirmiyor. Pamuk elyafları, damıtılmış su, etanol, Polietilen (PE) eldivenler, sülfürik asit, hidroklorik asit, toluen, ve Silres BS39 A bu çalışmada kullanılan malzemelerdir [Singh and Singh, 2019].

Elde edilen kaplanmış PE ve silres pamuklu liflerin suyla temas açısı <135 ° ve 0 ° 'lik bir yağ temas açısı ile süperoleite sergilemiştir. Hazırlanan pamuk elyafları; asitli, alkali ve tuzlu sulu çözeltiler altında çeşitli yağ / su karışımlarını ayırmak için emici malzemeler olarak kullanıldığında yüksek seçici yağ emme kapasitesi sergilemiştir. PE kaplı pamuk liflerinin yağ / organik çözücülerin emme kapasitesinin, silester modifikasyonlarından daha iyi (yağ tipine bağlı olarak %16,8-59,7) olduğu

gözlemişlerdir. Üretilen PE elyaf, yağları ve organik çözücülerin emme kabiliyetlerini ağırlıklarının 22-61 katları kadar gösterirken, basit sıkma yöntemiyle on emilim-desorpsiyonlu tekrarlanan çevrimlerden sonra bile, yağ / su ayırmada tekrar tekrar kullanılabilirliğini göstermiştir. Bu nedenle, PE atık malzemelerinin kullanılması, petrol / su ayırma uygulamaları için umut vaat eden yüzeylerin imalatında son derece düşük bir maliyet ve daha iyi bir yaklaşım sağlar.

PE ile modifiye edilmiş pamuk (SCC ve PE-CC), orijinal pamuğun yüzeyine artan pürüzlülük nedeniyle iyi hidrofobiklik göstermiştir. Modifikasyondan sonra, pamuk lifleri iyi yağ emme verimleri ve geri dönüşüm yetenekleri göstermiştir. Bununla birlikte PE-CC'nin yağları ve organik çözücüleri emme kapasitesi (Çeşitli yağlar ve organik çözücüler için 22-61 g g^{-1}aralığında), bu çalışmada hazırlanan SCC'ye kıyasla %16,80-59,7 oranında daha yüksekti. Böylece PE eldiven atıklarının değerlendirilmesi için basit bir yöntem geliştirilmiş oldu.

Kaplanmamış ve kaplanmış liflerin (SCC ve PE-CC) emme kapasiteleri, çeşitli saf yağlar (dizel yağı, silikon yağı, susam yağı ve zeytin yağı) ve organik çözücüler (kloroform, toluen, dikloroetan, heksan) için değerlendirildi. Üretilen PE-CC lifi, 22-61 g g^{-1} aralığında değişik yağlar ve organik çözücüler emilim kabiliyetini gösterir. PE-CC'nin SCC'ye kıyasla daha iyi yağ emme kapasitesine (yağ tipine bağlı olarak %16,80-59,7) sahip olduğu sonucuna varıldı. Sonuçlar ayrıca PE-CC'nin kloroform ve dikloroetan için kaplanmamış pamuktan daha fazla adsorpsiyon kapasitesi sergilediğini göstermektedir.

Metal bazlı malzemeler, iyi derecede olan iç iletkenliklerinden dolayı elektromanyetik girişim (EMI) koruması için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, yüksek yoğunlukları, zayıf korozyon direnci ve zayıf esneklikleri, havacılıkta ve esnek elektroniklerdeki uygulamalarını sınırlamaktadır.

Junchen ve arkadaşları (2019), çalışmalarında elektromanyetik koruma performansına sahip, düşük yoğunluklu, mekanik dayanımı yüksek, süperhidrofobik ve iletken polimerik kumaş (CPFC) elde etmek için basit bir metot kullanmışlardır. Bunu sağlayabilmek için çalışma grubu, polipropilen (PP) nonwoven kumaş (birim ağırlık: 80 g/m² ve kalınlık: ~0.35 mm), etanol (%99,7) ve n-heptan (%98,5), Silver trifloroasetat (STA, %98) ve Hidrazin hidrat (N2H4 · H20, %80), tris (hidroksimetil) aminometan hidroklorür (Tris, %98,0), dopamin hidroklorür (PDA, %98), polidimetilsiloksan (PDMS) ve sertleştirme ajanı malzemelerini kullanmışlardır.

Kaplama metodu olarak dip-coating (daldırma metodu) kullanmışlardır. Sırası ile; İlk adım olarak polipropilen (PP) kumaşı bir polidopamin (PDA) katmanı ile kapladılar, ikinci adım olarak PP/PDA'yi kimyasal olarak Ag nanopartiküllerine (AgNP) indirgenen Ag'yi adsorbe ettiler, üçüncü adım olarak ''PP / PDA / AgNP'' kumaşları bir kat polidimetilsiloksan (PDMS) ile kapladılar. Çalışma sonunda CPFC'lerin temas açısını (CA) ~152,3 ° 'ye ulaştırdılar ve kayma açısını (SA) ~1,5° kadar düşürdüler ve bu sayede malzemelerin kendini temizleme performansı göstermesini sağladılar. Kaplanan kumaşlar: yüksek 81.2 S/cm iletkenliği, 71,2 dB maksimum koruma etkinliği (SE) ve x bandında 270,7 dB cm^3. gr^{-1} spesifik koruma etkinliği (SSE) ile yüksek EMI koruma performansına sahipti [Junchen et al., 2019].

Kompozit kumaşlar Ag konsantrasyonu ile iletkenlik varyasyonu gösterir. Doğal olarak, Ag konsantrasyonu ne kadar fazlaysa, Ag nanoparçacık yoğunluğu o kadar büyük olur ve bu nedenle EMI ve SE artar. İletkenlik, PP / PDA / AgNP'ler için STA konsantrasyonunu artırarak bir artış sergiler ve %25 STA konsantrasyonu ile 131,7 S/cm'ye kadar ulaşır.

PP / PDA / AgNP / PDMS'nin iletkenliği STA konsantrasyonuyla PP / PDA / AgNP'lerden çok daha yavaş büyür. Buna rağmen, PP / PDA / AgNP / PDMS'nin iletkenliği, ağırlıkça %25'lik öncül konsantrasyonda 81,8 S/cm'ye ulaşabilir. Ara yüz yapışmasının iyileştirilmesine ek olarak, PDMS kumaşların yüzey enerjisini azaltabilir ve CA'nın artmasına neden olabilir, CA'nın STA konsantrasyonu ile monoton olarak arttığı bulunmuştur.

STA çözeltisine batırılmış kumaşın bekleme süresi de STA adsorpsiyonunu ve dolayısıyla yüzey iletkenliğini ve CA'yı etkileyebilir. PP / PDA / AgNP'ler ve PP / PDA / AgNP'ler / PDMS-40 için optimum kaplama süresi 40 dakika olmaktadır ve ayrıca en büyük iletkenlik etkisi PP / PDA / AgNP'lerde görülmüştür. Aynı şekilde çözelti içerisinde bekleme süresi temas açısının artmasına sebep olmaktadır.

AgNP'lerin yüzeyi üzerindeki PDMS kaplaması, sadece yüzey bileşimini değil aynı zamanda yüzey topolojisini de etkileyebilmiştir. PDMS çözeltisine PP / PDA / AgNP'lerin daldırma süresinin artmasıyla iletkenlik için sürekli bir azalma oluşmuştur. En yüksek temas açısı olan 151,9° 20 dakikalık bekleme süresi ile elde edilmiştir ve 20 dakika üzeri bekleme sürelerinde gittikçe düşen bir temas açısı gözlenmiştir.

5.1.2. Damlatarak Kaplama Yöntemi

Erbil ve arkadaşları (2003), iyi çözücü p-ksilen ile bir nonsolvent ile karıştırması sonucunda elde ettiği PP çözeltisi cam plaka yüzeyinde dağıtarak homojen bir kaplama oluşturmuştur. MEK, sikloheksanon ve izopropil alkol non-solventleri ile denemeler yapmıştır ve incelemiş oldukları çözücüler arasında MEK ile en iyi homojenliği elde etmişlerdir ve en yüksek 160 °'lik yüksek temas açılarını elde etmişlerdir. 200 °C'de eritilip iki cam yüzeyi arasında 100 °C'ye kadar soğutulup kristallendirilen i-PP temas açısı 104° ± 2 olarak saptamışlardır. Ayrıca çalışmada '%60 ksilen + %40 MEK' karışımı içerisinde 20 mg/ml derişimi ile 100°C 'de çözülmesi sonucunda cam yüzeye damlatıp ardından vakum fırınında 70 °C'de solvent ve non-solventin buharlaştırılması ile elde ettikleri temas açısı 160° ± 2'dir [Erbil et al., 2003].

Bu çalışmada ayrıca kurutma sıcaklığının ve kuruma şartlarının değiştirilmesinin kaplamanın homojen dağılımı üzerinde bir etkisinin olmadığı fakat gözenekli yapının oluşum mekanizmasına etkisi olduğu kanıtlamışlardır. 130 ° C'deki bir çözeltiyi cam plakalara damlatmışlar ve 30 ve 60 °C'lik iki farklı sıcaklıklarda kuruma işlemi gerçekleştirmişlerdir. Belirtilen kurutma sıcaklıklarında numuneleri vakumlu fırın içerisinde sabit bir sıcaklıkta muhafaza edilmişlerdir ve çözücüyü tamamen buharlaştırmışlardır. Düşük kurutma sıcaklığında (30 °C) gözeneklerin boyutunda, yüzey pürüzlülüğünde ve temas açısında 138 ° 'den 155 ° 'ye bir artış olduğunu saptadılar. Kurutma sıcaklığı azaldıkça, çözücü buharlaşma hızının daha yavaş olduğunu ve böylece kristalleşme süresi arttığını gözlemlediler böylece pürüzlülüğün artmasını sağladılar ve temas açısının artmasını sağladılar. Yalnızca solvent ile hazırlanan i-PP kaplamalarına oranla MEK/p-ksilen çifti ile daha kısa i-PP kristalleri elde ettiler ve daha geniş gözenekler ve daha fazla gözenek dağılımı ile daha dar ve silindirik köprüler elde ettiler. Böylece gözeneklerdeki hava su damlalarına temas eder ve yüzeyle etkileşimini düşürüp temas açısını 149° 'den 160°'e yükseltir [Erbil et al., 2003].

Lu ve arkadaşları (2004), Erbil ve arkadaşlarının yaptığı çalışmadan etkilenip aynı çalışmayı MEK yerine siklohekzanon ve i-PP yerine LDPE ile yapmışlardır. Normal şartlarda LDPE'nin eritilip silikon yüzeye damlatılması ve 60°C'de kristallendirilmesi sonrası 101,4° ± 2,8° temas açısı elde etmişlerdir. Fakat LDPE plastiğini hacimsel olarak 3:2 oranındaki ksilen/siklohekzanon çifti içinde 10 mg/ml

derişiminde çözüp bir silikon yüzeye damlatarak ardından 60 °C'de vakumlu etüvde kurutarak 151 °'lik temas açısını elde etmişlerdir. Kurutma süresinin temas açısı üzerine etkisini gözlemlemek için aynı çözelti ile farklı sıcaklıklarda kurutma denemeleri yapmışlardır ve temas açılarını ölçmüşlerdir. 90°C, 70°C, 50°C ve 30 °C'de kurutma denemeleri yapmışlardır ve en yüksek temas açısını 30°C'de görmüşler ve 173°lik bir temas açısı elde etmişlerdir [Lu et al., 2004].

Ji ve arkadaşları (2013), 10 mg/ml, 20 mg/ml, 30 mg/ml konsantrasyonlarını sağlayacak şekilde polipropilen reçineyi 15 ml ksilen içerisinde 120 °C'de farklı oranlarda (4 ml, 6 ml, 8 ml) aseton non-solventi eşliğinde çözmüştür. Ayrıca Ph oranının kaplama kalitesine etkisini incelemek için 2-4, 4-6, 6-8, 8-10, 10-12 Ph ortamlarında kaplamalar yapmışlardır. Öncelikle işlem görmemiş PP plastiğini eritip cam yüzeyine damlatarak kristallenmesini sağlamışlardır ve kaplamanın temas açısını 104° olarak ölçmüşlerdir. Ardından değişik çalışmalar yapıp bu temas açısını yükseltmeye çalışmışlardır. Çalışma grubu hazırladıkları çözeltileri cam plakaların yüzeyine damlatarak 40°C, 70°C, 100°C sıcaklıklarında kurumaya bırakmıştır. Yapılan denemeler sonucunda: 40°C'de kurutmada 150° temas açısını 70°C de de kurutmada 160° temas açısını, 100°C'de kurutmada 152° temas açısını elde etmişlerdir. Ayrıca konsantrasyon etkisini saptamak için farklı oranlarda hazırlanan çözelti derişimleri için de ölçümler aldılar: 10 mg/ml'de temas açısı 153° ve kayma açısı 8°, 20 mg/ml'de temas açısı 163° ve kayma açısı 8°, 30 mg/ml'de temas açısı 150° ve kayma açısı ise 15° olarak ölçmüştür. 30 mg/ml'nin üzerinde homojen kaplama elde edemedikleri için bu konsantrasyonun üstüne çıkmamışlardır. Ayrıca yaptıkları farklı oranlarda aseton non-solventi denemelerinde en yüksek temas açısını 6 ml'lik katkıda ve 160 ° olarak ölçmüşlerdir. Kaplamalar sonucunda en yüksek temas açısını 150°-160° arasında elde etmişlerdir ve en yüksek temas açısını 6-8 Ph aralığında elde etmişlerdir [Ji et al., 2013].

5.1.3. Spin Coating Kaplama Yöntemi

Franco ve arkadaşları (2008), ağırlıkları 0,2-0,6 gr aralığında olan PP granüllerini 20 ml ksilende 120°C'de çözerek ardından çözeltiye 8 ml non-solvent (MEK ya da siklohekzanon) eklemiştir. Yaptıkları denemelerde homojen kaplama yapabildikleri maksimum PP ağırlığı 0,6 gr'dır, bu ağırlığın üstüne çıkamamışlardır.

Hazırlanan bu çözelti spin-coating metodu (300 rpm, 30 sn) ile 4,7 mm çapındaki PP membran (Membrana Accurel, Germany) yüzeyine uygulanmıştır. Ardından 70 °C'de kurumaya bıraktılar. Çalışmalarında kullandıkları PP 102 °C'de çözünmektedir (Ksilen kaynama noktası: 137-138 °C ve sikloheksanon kaynama noktası ise 155 °C'dir.). 7,1 mg/ml (0,2 gr PP ile hazırlanan) konsantrasyonundaki PP çözeltisinde non-solvent olarak MEK kullanıldığında statik temas açısı 138°± 4°'dir ve sikloheksanon kullanıldığında ise 128° ± 4°'dir (Şekil 5.1) [Franco et al., 2008].

Şekil 5.1: Kullanılan non-solvent tipi ile yüzey morfolojisindeki değişimi gösteren SEM görüntüleri, (a) 750x büyütmede MEK, (b) 750x büyütmede sikloheksanon ve (c) 1000x büyütmedeki muamele edilmemiş PP membran.

Değişik miktarlarda PP ile hazırlanan çözeltilerde en yüksek temas açısı 0,5 gr (17,9 mg/ml) ile elde ettiler ve statik temas açısını 169 ± 1 ° olarak saptadılar. 0,5 gr'ın üzerinde bir ağırlığa çıkıldığında temas açısının düştüğünü saptadılar (0,6 gr'da 153°±6 °). Ayrıca işlenmemiş PP membranı kalınlığı 93 ± 2 mikron iken kimyasal olarak işlenmiş olan PP membranı 100 ± 5 mikron'a yükselmiştir ve yüzey porozitesi işlenmemiş PP'de %61 ± 1 iken kimyasal işlenmiş olan PP'de ise %30 ± 4'dür (Sartorius firmasından temin edilen PTFE membranı için ise 26 ± 5'dir.). Sonuç olarak işlenmemiş membran statik temas açısı 127±2 ve kaplanmış membran temas açısı ise 169 ±1'dir. Böylece 42°'lik bir artış elde etmişlerdir. Ayrıca geçirgenlik basıncı kaplanmamış membranda 29 ± 2 kPa iken kaplanmış membranda ise 80 kPa'dır ve PTFE'ye yakın bir değer yakalanmış oldu (PTFE'de 91 ± 8 kPa'dir.) [Franco et al., 2008].

5.2. Poliolefin Dışı Malzemelerin Kullanıldığı Kaplamalar ve Kaplama Metotları

Yüzey pürüzlülüğü artırılan polimerlerde süperhidrofobik özellik direkt olarak gözlemlenmektedir. Kullanılan diğer düşük enerjili malzeme ise silikondur. Polidimetilsiloksan gibi birçok silikon çok farklı yöntemler kullanılarak süperhidrofobik hale getirilebilir. Florokarbon ve slikonlar haricinde; polikarbonat, poliamid, parafinik hidrokarbonlar gibi organik olan malzemelere de pürüzlülük kazandırılarak süperhidrofobik yüzey elde edilebilmektedir. Bunlar haricinde ZnO, TiO_2 gibi inorganik olan malzemelerde kullanılabilir [Ma and Hill, 2006], [Erayman ve Korkmaz, 2017].

Yüzey enerjisi düşük maddelere pürüzlülük kazandırılması kısıtlı malzemeler ile gerçekleştiği için, pürüzlü bir yüzeyin yüzey enerjisi düşük olan bir malzemeyle modifikasyonu olarak bilinen farklı yöntemlerde bulunmaktadır. Bu yöntemde düşük yüzey enerjili bir yüzey ile modifiye edilmeden önce pürüzlü yüzey hazır hale getirilir. Bir yüzeyin pürüzlü hale getirilmesi için izlenebilecek yollar; daldırarak kaplama, elektrik alan destekli kaplama (EPD), Kumaş üzerine kimyasal buhar biriktirme, kimyasal ortamda bekleterek kaplama, polimer aşılama/grafting gibi pek çok farklı yöntemle gerçekleştirilebilir. Kovalent bağlanma, fiziksel bağlanma, adsorpsiyon ve kaplama gibi yöntemlerle ise yüzey kimyasal modifikasyonu için yüzey enerjisi azaltılabilir [Ma and Hill, 2006].

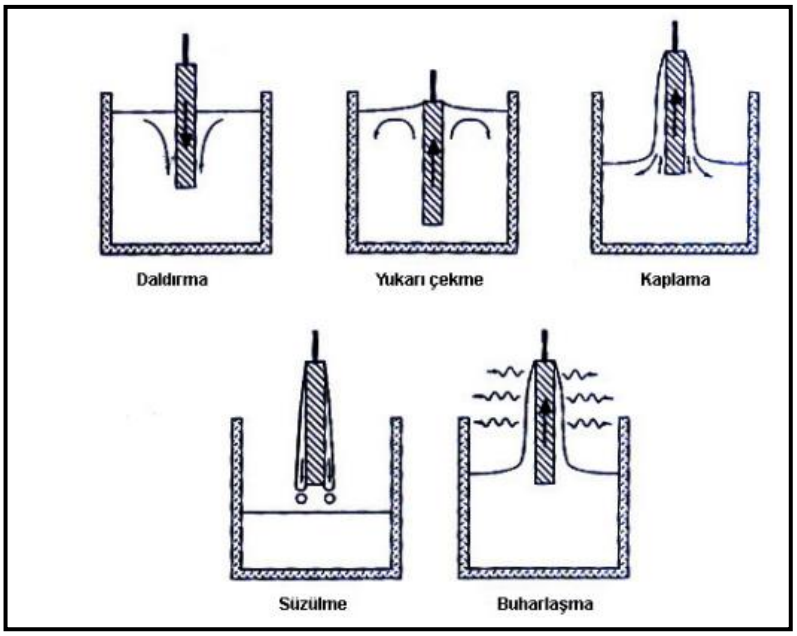
5.2.1. Daldırma Kaplama Yöntemi

Kaplama yollarından en önemlilerinden biri daldırılarak yapılan kaplama yöntemidir. Bu yöntemle hazırlanılmış olan taşıyıcının hazırlanılmış olan bir kaplama çözeltisinin içine sabit bir hızda daldırılıp yine aynı şekilde dışarı çekilmesi temeline dayanır. Bu yöntemin başlıca avantajları; düzgün bir kalınlığın elde edilmesi, elde edilen bu kalınlığın korunabilmesi, birden fazla katlı kaplamaya izin vermesi, elde bulunan çok miktarda örneğin aynı zamanda ekonomik bir yol ile kaplanabilmesi, boru, tüp, çubuk gibi farklı geometrilere sahip olan örneklerin rahat bir şekilde kaplanması olarak kabul edilebilir. Daldırarak yapılan kaplama yöntemi sabit hızla kaplama sıvısının içine daldırılan taşıyıcı malzeme ile gerçekleşir. Bu yöntemde,

taşıyıcının tek yüzeyini kaplamak için öteki yüzeyi maskelenebilir. [Üçgül ve Gürsözlü, 2017].

Daldırmalı kaplama aşağıdaki adımlardan oluşur ve Şekil 5.2'de gösterilmiştir [Çimenoğlu ve Özler, 2007]:

- Daldırma: Kaplanacak malzemenin kaplama çözeltisine sabit ve belirli bir hızda daldırılması adımıdır.
- Yukarı çekme: Kaplama sıvısı içerisinde bekleme süresi sonrası kumaşın sabit ve belirli bir hızda çözeltiden çıkarılması adımıdır.
- Kaplama: Kaplama çözeltisinden çıkarılmış olan kaplama malzemesinin yüzeyi kaplanmış olur.
- Süzülme: Bu aşamada fazla sıvının damlayarak süzülmesi gerçekleşir.
- Buharlaşma: Bu aşamada buharlaşma ısı etkisiyle veya oda koşullarında bekletme ile gerçekleşebilir.



Şekil 5.2: Dip-Coating/Daldırmalı kaplama yöntemi aşamaları.

Daldırma kaplama yönteminin avantajları aşağıdaki adımlarda açıklanmaya çalışılmıştır [Üçgül ve Gürsözlü, 2017]:

Kaplanacak numunelere her türlü şekil ve boyut kazandırılabilir, kaplama basit bir düzeneğe sahip olduğu için az miktarda maliyet ile kurulabilir, kirliliği en alt

sınırda tutma kolaylığı, gerekirse kontrol edilmiş atmosfer altında kolayca çalışabilme imkanına sahiptir.

Sol-Jel daldırma yöntemi bazı dezavantajlara da sahiptir: Geniş altlıkların tamamen kaplanabilmesi için çok fala çözeltinin harcanması, çok katlı yöntemler için köşelerin kirlenmesi sebebiyle ideal bir yöntem değildir, kaplanacak ürünün her iki tarafının kaplanmasının istenmediği şartlarda problemler yaşanabilir.

Daldırmalı kaplamanın kullanıldığı bazı çalışmalar incelenmiştir ve aşağıdaki gibi detaylı olarak incelenmiştir.

Wang ve arkadaşları (2013), iki aşamalı daldırmalı kaplama içeren kimyasal bir yolla hem fiziksel hem de kimyasal hasarlara karşı önemli bir şekilde kendini iyileştirici etkiye sahip olan bir süperofobik kumaş oluşturdular. Temizlenen kumaş 5 dakika boyunca bir floroalkil modifiye edilmiş silika nanoparçacık çözeltisine daldırılır ve daha sonra FD-POSS (fluorinated decyl polyhedral oligomeric silsesquioxane) ve FAS (fluoroalkylsilane) çözeltisi içinde kaplanır. Kaplanmış poliester kumaşın yüzeyi kaplamadan sonra belirgin bir pürüzlülük sergilerken, kaplanmamış polyester kumaş pürüzsüzdür [Wang et al., 2013].

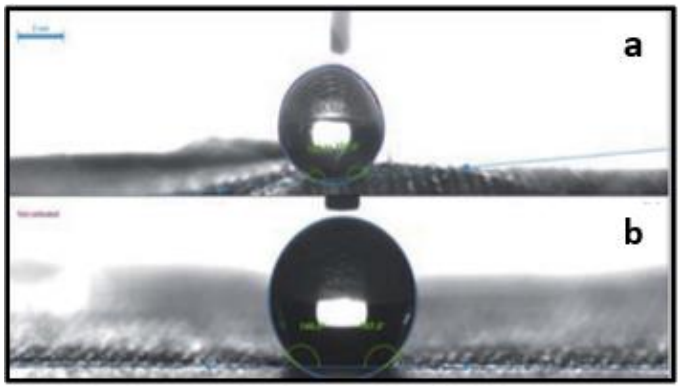
Kaplamadan sonra, damlatılan test sıvısı 22,1 mN/m^{-1}'den daha büyük bir yüzey gerilimine sahip olduğunda kumaş yüzeyi 150°'den büyük bir temas açısı vermiştir. Farklı yüzey gerilimlerine sahip sıvılar ile yapılan temas açısı ölçümlerinde, test sıvısı yüzey gerilimi ile temas açısının doğru orantılı arttığı görülmüştür ve ölçüm sıvısı yüzey geriliminin artması ile birlikte kayma açısının (SA) azaldığı gözlenmiştir. Ayrıca su, hekzadekan, etanol ile yapılan ölçümlerde zamana bağlı ıslanabilirlik değişimi istenen seviyelerde olduğu görülmüştür. Standart yıkama makinesinin 200 devrinden sonra, statik temas açıları değişmediği saptamışlardır. Böylece kaplamanın fiziksel ve kimyasal etkilere dayanacak kadar dayanıklı olduğunu gösterilmiştir [Wang et al., 2013].

Benzer şekilde Xu ve arkadaşları (2015), başarılı bir şekilde stabil süperamfiofobik pamuklu kumaşlar hazırladılar. Bu metotta amino gruplarını pamuk lifi üzerine tutturmak için bir kitosan sulu çözeltisine bir parça pamuklu kumaş batırmışlardır, daha sonra numune yüzeyine silika nanoparçacıkları biriktirmişlerdir ve ormosil kümelerinin kitosan kaplı pamuk yüzeyine yerleştirilmesiyle sağlam bir yapı elde etmişlerdir. Son olarak süper süperamfiofobik pamuklu kumaş yüzey

enerjisini düşürmek için 1H, 1H, 2H, 2H-perflorodetiltrietoksisilan (PFDTES) ile modifiye edilme işlemi uygulanmıştır [Xu et al., 2015].

Hiyerarşik yapılı yüzeye sahip pamuklu kumaşa düşük yüzey enerjili modifikasyonu ile iyi derecede ıslanma önleyici özellikler kazandırmışlardır. Elde edilen süperamfifobik pamuklu kumaş 10°'den düşük kayma açıları (SA) sergilemiştir. Ayrıca suya, yemeklik yağa ve heksadekana karşılık gelen 164,4 °, 160,1 ° ve 156,3 ° yüksek temas açıları göstermiştir ve pamuk yüzey kaplaması yardımıyla su damlasının ve yemeklik yağın, çok düşük yapışma oluşturması nedeniyle pamuk yüzeyinden kolayca yuvarlanması mümkün olduğunu savunmuşlardır. Oluşturdukları kaplama yardımıyla kumaşta, 10000 aşındırma çevrimi ve 30 yıkama çevriminden sonra herhangi görsel kayıp yaşamadıklarını belirtmişlerdir.

Ekanayake ve arkadaşları (2018), Çinko nitrat heksahidrat ($Zn(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$) , heksametilentetraamin (HMT) ($C_6H_{12}N_4$), stearik asit ($CH_3(CH_2)_{16}COOH$) ve etanol (C_2H_5OH) kimyasallarını kullanarak polyester kumaşı kaplamışlardır. Yaptıkları çalışmalar sonrası şemsiye kumaşı olarak kullanılan polyester kumaşını kaplayarak süperhidrofobik bir yapı elde etmişlerdir ve oluşturdukları kaplama florür içermemektedir. 5 cm × 5 cm ebatlarındaki polyester kumaşın kaplaması için; 0,05:0,05 molar (optimum koşul) oranla çinko nitrat heksahidrat ($Zn(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$) ve heksametilentetraamin (HMT) ($C_6H_{12}N_4$) çözeltisi içinde batırdılar ve kumaş yüzeyinde ZnO oluşumunu büyütmek için 100 ° C'de 2 saat ısıtmışlardır. Ardından kumaş örneklerini 15 saat (belirlenen optimum süre) boyunca bir stearik asit çözeltisine (Optimum derişim: 1 g/dm-3) batırmışlar ve kendi kendine birleşmeye bırakmışlardır [Mihiri Ekanayake et al., 2018].



Şekil 5.3: Test sonrası kumaş yüzeyindeki su damlası görselleri a) 50 aşınma döngüsü sonrası ve b) 1,5 saatlik kuvvetli yüzey aktif maddesi yıkaması sonrası yüzeyine su damlatılmış.

Bu çalışmada yüzeysel olarak değiştirilmiş polyester kumaşlarla UV geçirgenliği düşürülmüştür. Kaplanmış kumaş malzeme (%3,35) 225-325 nm dalga boyunda UV radyasyonu geçirirken kaplanmamış kumaş ise (%7,78) UV radyasyonu geçirmiştir. Ayrıca yağışlar sırasında yağmur suyunu içerisine sızdıran ve kuruma süresi uzun olan geleneksel şemsiye kumaşlarının sakıncaları aşılmasına olanak sağlanmıştır. Modifiye edilmiş kumaşlar, optimum analiz koşulları ile 150°'nin üzerindeki su temas açıları ile karakterize edilmiştir ve kumaş üzerinde oluşan süperhidrofobik tabaka, asit yağmuruna karşı dayanıklılık göstermeye olanak sağlamıştır. Kumaş 50 aşınma döngüsü boyunca ve 1,5 saatte kuvvetli yüzey aktif maddesi yıkaması altında kabul edilebilir bir tepki göstermiştir (Şekil 5.3).

Nguyen-Tri ve arkadaşları (2019), alkali ve plazma-aşındırma işlemlerinin kullanıldığı, ardından silika nanoparçacıklarının ve tetraetil ortosilinatın (TEOS) eklenmesiyle basit ve flor içermeyen bir metot ile süperhidrofobik pamuklu yüzeyler oluşturmuştur. Farklı girdi değişkenleri ve aşındırma teknikleri ile 173 ° 'ye kadar temas açılarıyla yüksek kimyasal ve mekanik dayanıklılığa sahip süperhidrofobik pamuklu kumaşlar hazırlamışlardır.

Tüm pamuk numuneleri kaplamaya başlanmadan önce 60 ° C'de vakum altında 10 dakikalık bir süre boyunca safsızlıkların giderilmesi için deiyonize su ile yıkanmıştır. Daha sonra pamuk yüzeyini aşındırmak için 10 dakika boyunca bir sodyum hidroksit çözeltisinde (0,5 M) bekletilmiştir. Alternatif olarak, pamuk yüzeyi 20 dakika boyunca oksijen varlığında bir plazma radyasyonu (LEICA EM ACE600) kullanılarak aşındırılmıştır (19W / dakikalık bir plazma gücü kullanıldı.) [Hguyen-Tri et al., 2019a].

Ardından daha önceden NaOH ile veya plazma işlemiyle pürüzlendirilmiş olan pamuklu kumaşlar, çözelti A içine daldırılarak kaplandı (çözelti A: Damıtılmış 200 mL su, etanol (100 mL) ve asetik asit (2 mL) karışımına 10 dakika boyunca 500 µm/s hızında silis nanoparçacıkları (ağırlıkça %12 optimum oranı) ilave edilerek hazırlandı). Bu işlem, pamuklu kumaşın her iki yanında eşit olarak ince bir nanoparçacık tabakası sağlar. Daha sonra, pamuklu kumaş 24 saat boyunca B çözeltisine daldırıldı (B çözeltisi, toluene ağırlıkça %15 TEOS (saptanan optimum oran) ilave edilerek hazırlandı). Pamuklu kumaş ve su itici madde arasında kovalent bağlar oluşturmak için kaplanmış kumaş kurutulmuş ve ısıl işlem görmüştür. Bazı durumlarda, yapışmayı iyileştirmek ve süperhidrofobik pamuk yüzeyinin

dayanıklılığını arttırmak için B çözeltisine bir AC-261 akrilik reçine (ağırlık olarak %2) ilave edilmiştir.

Alkali ve plazma yaklaşımlarıyla kumaş liflerinde pürüzlülük oluşturulması ve ultrasmall 7 nm silis nanopartiküllerinin kullanılması ile 173°'lik bir temas açısı elde edilmesini mümkün kılındı. Pamuk yüzeyinde nano ölçekte homojen bir itici TEOS tabakası ile kombinasyon halinde kontrolü sağlandı. Kullanılan iki aşındırma yöntemi eşit derecede etkili olduğu saptanmıştır. Test bulgularına göre silika nanoparçacıklarının ve TEOS miktarının, muamele edilen pamukların süper hidrofobilite davranışını doğrudan etkileyen ve dolayısıyla hem çamaşır yıkama hem de aşınma testlerine karşı yüksek bir direnç sergilediği kilit parametreler olduğunu görülmüştür. Temas açısı, 30 devir aşınmadan ve 40 saat sıcak suda bir deterjanla yıkandıktan sonra sabit kaldığı görülmüştür. Bu pamuklu kumaşlar, yağ / su filtrasyonu ve kendi kendini temizleyen fonksiyonel kimyasallar ve kimyasal ya da sulu böcek ilaçları gibi kirletici maddeler için itici özellikleri gibi çeşitli alanlarda potansiyel uygulamalar sergileyebilmektedir.

5.2.2. Elektrik Alan Destekli Kaplama Yöntemi

Elektrik alan destekli biriktirme tekniği; Elektroforetik biriktirme ve elektrospinleme dahil olmak üzere değişik şekillerde uygulanabilmektedir. Bu metot ile sabit bir süspansiyon elektrolitte iletken substratlar üzerine büyük ölçekli filmlerin hızlı ve ölçeklenebilir bir şekilde çökeltilmesi için uygulanan bir endüstriyel işlemdir [Lai et al., 2012], [Joung and Buire, 2015].

Bu metot yalnızda iletken olan malzemeler ile uygulanabilir. Oluşan elektrik alan yardımı ile ortamda bulunan çözeltideki yüklü parçacıkların hareketlenmesi sağlanır. Bu hareketli parçalar anot veya katota yönlenerek ve sahip oldukları yüklere bağlı olarak kutup seçerler. Bu metot ile kaplanan malzemelerin kaplama kalınlığı uygulanan potansiyelin süresine bağlı olarak değişmektedir.

Lai ve arkadaşları (2012), EPD metoduyla homojen ve stabil TiO_2 bazlı nano boyutta kemer (nanobelt) ince filmler oluşturmak için kullanmıştır. Öncelikle stabil bir titanat nanobelt partikül süspansiyonu, yüzeyi üzerine önceden hidrolize edilmiş (hidrojen-bağları eklenmiş) floroalkilsilan ekleyerek ile hazırlanmıştır. Daha sonra iletken substratlar üzerinde çapraz hizalanmış bir transparan süperhidrofobik

TNB/FAS filmini üretmek için tek adımlık elektroforetik kaplama uygulanmıştır. Bu metot ile kaplanan yüzeylerde temas açısı 161,3° 'in üzerinde ve kayma açısı ise 3° derecen düşük olarak saptanmıştır. Böylece yüksek kimyasal stabilite, kendi kendini temizleme kabiliyeti ve buğu önleyici uygulamalar ortaya koyulmuştur [Lai et al., 2012].

Bu metot "Titanat nanobelt tozu hazırlanması" ve "Elektroforetik biriktirme ile süperhidrofobik hibrit titanat filmler oluşturma" adımlarından oluşmaktadır:

- Titanat nanobelt tozu hazırlanması; Sodyum TNB tozları, hidrotermal yöntem kullanılarak hazırlamışlardır. Tipik bir sentezde 0,5 g Degussa P25 TiO_2 tozu 75 mL NaOH çözeltisi (10 mol/lt) içerisinde düzgün bir şekilde süspanse edilmiştir. Çözelti daha sonra 48 saat boyunca 200 ° C'de 125 mL'lik teflon kaplı bir otoklava aktarılmıştır. Daha sonra sodyum titanat tozu yıkandı ve katmanlı protonlanmış titanat elde etmek için 0,1 mol L 1 HN03 çözeltisine eklenmiştir. Son olarak titanat tozu santrifüjleme ile ayrıldı ve fiziksel olarak adsorbe edilmiş iyonları tozun dış yüzeyine tamamen çıkarmak için saf su ve etanol ile beş kez iyice yıkanmıştır.
- Elektroforetik biriktirme ile süperhidrofobik hibrit titanat filmler oluşturma:

Yüzey hidroksil grupları ve silanol grupları arasında moleküller arası hidrojen etkileşimi yaratarak stabil bir çözelti elde etmek için, 2,0 mg/mL TNB tozunun etanol çözeltisi ve ağırlıkça %1,0'lik 1H, 1H, 2H, 2H perfloroositiltriettoksisilan ((CF_3)(CF_2) $_5CH_2CH_2$Si(OCH_2CH_3)$_{3,}$, FAS, Degussa Co.), FAS'ın metanolik çözeltisi 4:1'lik bir hacim oranıyla karıştırılmıştır. Biriktirmeden önce, bir indiyum kalay oksit (ITO) kaplı cam olan substrat, sırasıyla aseton, etanol ve deiyonize su ile ultrasonik çalkalama yoluyla iyice temizlenmiştir. Biriktirme sırasında anot olarak 1,0 cm²'lik bir ITO cam substratı kullanıldı. Sayaç (katot) elektrotu olarak bir Pt levhası (4,0 cm²) kullanılmıştır. İki elektrot arasındaki çalışma mesafesi 2,0 cm'de tutulmuştur.

Young ve arkadaşı (2015), poli(dialildimetildiamonyum klorit), poli(sodyum 4-stirensülfonat) ve SiO_2 nanoparçacıklarını katmanlı elektrostatik tabaka (LBL) düzeneğini kullanarak polyester kumaşları kaplamıştır. Ardından kumaşlar bir EPD işlemi ile montajlı SiO_2/Polimer partikülleri ile kaplandı ve son olarak oluşturulan kaplamaları ısıl işlemden geçirmişlerdir. Bu çalışmada: Elektroforetik

birikim/kaplama, yüksek dayanıklılıkta kaplamalar için polimerik ağlara gömülü silika nanopartikülleri ile polyester kumaşın hızlı modifikasyonu için kullanılır. Tipik olarak elektroforetik biriktirme (EPD), uygulanan bir elektriksel alana bağımlılığı nedeniyle elektriksel olarak iletken yüzeylerde kullanılmıştır. EPD iletken olmayan malzemelerle de denenmiştir, ancak zayıf yapışma, çatlaklar ve diğer düzensizlikler saptanmıştır. Bu sorunları çözmek için polyester kumaşı ince polimer katmanlarla elektrostatik olarak kaplanmıştır. Daha sonra silika nanoparçacıkların polimer tabakaları üzerinde düzgün bir şekilde dağılması sağlanmıştır. Son olarak, polimerik olarak stabilize edilmiş silika nanoparçacıkları kumaş üzerine EPD ile çökeltilmiş ardından ısıl işlem uygulanmıştır. Kaplanmış kumaş orijinal rengini, esnekliğini ve hava geçirgenliğini korurken, yüksek statik temas açısı ve düşük temas açısı histerezisi göstermiştir. Ayrıca bu metodun ölçeklenebilirlik, dayanıklılık ve ıslanabilirlik kontrolü avantajlarına sahip olduğu ve böylece ticari kullanım için büyük potansiyel gösterdiği savunulmuştur [Young, 1805].
Aşağıdaki adımlar ile kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir:

- Adım 1: Çok katmanlı polimerler elektrostatik olarak kumaş üzerine biriktirilir.
- Adım 2: Nanoparçacıklar, kumaş yüzeyindeki polimer tabakaları üzerine elektrostatik olarak biriktirilir.
- Adım 3: Polimer ve nanoparçacık düzenekleri elektroforetik biriktirme (EPD) ile biriktirilir. (Hücre, katot elektrotunun etrafına sarılmış kumaş substratı ile iki paslanmaz çelik elektrottan oluşur.)
- Adım 4: Mekanik dayanıklılığı arttırmak için kumaş ısıl işleme tabi tutulur.

5.2.3. Kumaş Üzerine Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi

Sadece yüzey geometrisi değil, aynı zamanda yüzey kimyası da bazı ıslatma özelliklerine ulaşmak için değiştirilebilir; yani, yüzeyin işlevselleştirilmesi, hidrofilik özelliğe doğru oksijen plazma uygulaması yoluyla veya hidrofobik özelliğe doğru plazma ile geliştirilmiş kimyasal buhar biriktirme (PECVD (plasma enhanced chemical vapor deposition)) yoluyla gerçekleştirilebilmektedir. Bu teknik genellikle

süperhidrofobik yüzeylerin oluşturulmasında plazma aşındırma işlemiyle birlikte kullanılmaktadır.

Wang ve arkadaşları (2012), elektrik iletkenliği ve süperfobikliği olan çok işlevli bir kumaşı $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, florlanmış desil çok yüzlü oligomerik silseskioksan (FD-POSS) ve florlanmış alkil siloksan (FAS) varlığında kimyasal buhar fazı polimerizasyonu yoluyla 3,4-ethylenedioxythiophene(etilendioksitiyofen) (PEDOT) ile kaplayarak elde etmişlerdir. Kumaş parçacıkları 5 dakika boyunca $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (%2, ağırlık / hacim) /aseton çözeltisine daldırıldı ardından çıkarılıp oda sıcaklığında 30 dakika kurumaya bırakılmıştır. $FeCl_3$ kaplı kumaş daha sonra polimerizasyon reaksiyonunu gerçekleştirmek için 60 ° C'de 30 dakika doymuş EDOT buharı ile doldurulmuş bir hazneye alınmıştır. Kumaş yan ürün veya reaktiflerin uzaklaştırılması için etanol ve ardından suyla yıkandı. FD-POSS ve FAS'ı PEDOT kaplama katmanına dahil etmek için FD-POSS (0.1 gr) öncelikle FAS (0.5 g) içinde çözülmüştür. Homojen FD-POSS / FAS çözeltisi daha sonra yukarıda belirtilen $FeCl_3.6H_2O$ aseton çözeltisine (10 ml) dağıtılmıştır. Polimerizasyon reaksiyonunun başlatılması için solüsyonun yalnızca PEDOT kaplı kumaşlara da uygulanması için aynı prosedür uygulanmıştır. Karşılaştırma için FD-POSS içermeyen FAS içeren bir kaplama da benzer şekilde hazırlanmıştır. Bununla birlikte FD-POSS'un FAS olmadan aseton içinde çözünmezliği sebebiyle bir PEDOT/FD-POSS kontrol kaplamasının oluşumunu engellenmiştir. Sonuç olarak yalnızca bir PEDOT/ FAS karşılaştırma kaplaması üretilmiştir [Wang et al., 2012].

FD-POSS ve FAS ilavesi iletken kaplamaya, su ve heksadekan sıvıları ile sırasıyla 169 ° ve 156 ° temas açıları oluşturmuştur. Ancak sadece PEDOT kaplamalı kumaş yüzeyi dengesiz hidrofobik özellikler göstermiştir ve su damlası kumaş yüzeyine yayılmıştır ve ek olarak yüzey gerilimi 27 mN m^{-1} 'den daha büyük olan sıvılara karşı yüksek bir ıslanmazlık göstermiştir. FD-POSS ve FAS kaplamanın yıkama ve aşınma dayanıklılığını (Martindale metodu, ASTM D4966 standardına uygun) ve kendi kendini iyileştirme işlevini arttırmada önemli bir rol oynadığı saptamışlardır. Fakat kaplamanın iletkenliği üzerinde çok az etki göstermiştir. Ayrıca kaplanmış kumaş kimyasal aşındırmalar sonrası kendi kendini yenileyebilme özelliğine sahiptir. Kaplanmış kumaş iletkenlik özelliğinde çok düşük bir miktarda azalma sergiler iken, en az 500 çevrim standart çamaşır yıkaması (Australian Standard (AS 2001.1.4)) ve 10000 aşındırma çevrimi sonrasında süper süperamfiofobik özelliğini ve görüntüsünü koruyabilmiştir.

Kim ve arkadaşları (2015), 100 µm PP ve 25 µm'lik PA 6 yüzeylerini öncelikle O_2 ile işleyerek pürüzlendirmiş sonra PECVC prosesi yardımıyla HMDSO ile kaplamıştır. 7 dk. boyunca HMDSO'ya maruz bırakılan PP ve PA6 yüzeylerinin 180°'nin üzerinde statik temas açısı oluşturmuştur [Kim et al., 2016].

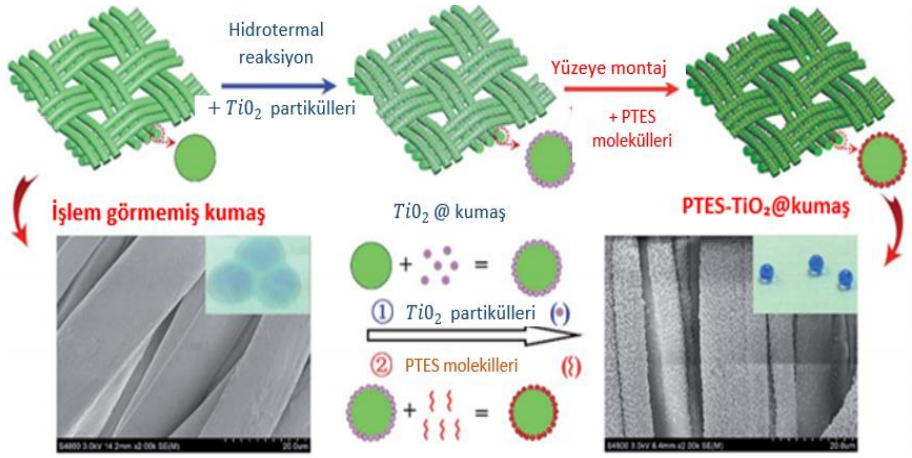
Aynı şekilde Kim ve Park (2016), 225 gr/m2 ağırlıklı ve 0,405 mm kalınlıklı suni ipek kumaşını PECVC prosesi yardımıyla HMDSO ile kaplamıştır. Fakat öncelikle O_2 ile işleyerek pürüzlendirmişlerdir. Süperhidrofobiklik genellikle bir malzemenin yüzey enerjisine ve katı substrat ve sıvı arasındaki hava cepleriyle sabit bir kompozit ara yüz oluşumunu kontrol eden yüzey pürüzlülüğüne bağlıdır. Bu nedenle, nano yapılı yüzeyin gerilmesi, yüzey ıslanabilirliğinde belirgin değişiklikler meydana getirebilir ve hatta yüzey hidrofobikliğinin tamamen kaybolmasına neden olabilir. Bu çalışmada çift eksenli uzatma altında bile süper hidrofobikliği koruyan süper hidrofobik rayon örme kumaşları geliştirmeyi amaçlamışlardır. Plazma ile indüklenmiş O_2 pürüzlendirme ve heksametildisiloksan (HMDSO) buhar kaplaması ile muamele edilmiş gerilebilir rayon örme kumaşların temas açıları (CA) ve kayma açıları (SA), muamele ve/veya ölçüm sırasında örme kumaşların çeşitli çift eksenli uzantıları için incelenmiştir. Gevşetilmiş halde plazma ile işlemden geçirilmiş, suni ipek dokuma kumaşların kaplanmış yüzeyinin süperhidrofobikliğinin çift eksenli gerildiğinde azaldığı gösterilmiştir. Kim ve arkadaşları kumaşların plazma aşınmasına maruz bırakılmasının ardından %50 gerilme altında HMDSO buhar kaplaması yapıldıktan sonra, nano-yapılı yüzeye sahip rayon örgülü kumaşlar elde etmişlerdir. Bu kumaş yüzeyinde su damlası sıçrayan bir davranış ve 180 °'lık bir su temas açısı ile 8°'den küçük bir kayma açısı (SA) sergilemiştir. Kumaşın % uzama ve buhar geçirgenliği, işlenmemiş numuneye kıyasla %17 arttığı görülmüştür. Dolayısıyla, geliştirilen gerilebilir kendi kendini temizleyen rayon örgülü kumaşlar, süper hidrofobiklik, mekanik dayanım ve gerilmiş koşullar altında bile buhar geçirgenliği dahil olmak üzere çeşitli giyim malzemesi gereksinimlerini karşılar [Kim and Park, 2016].

5.2.4. Kimyasal Ortamda Bekleterek Kaplama Yöntemi

Zeng ve arkadaşları (2014), basit bir metot kullanarak CuO nanoparçacıkları içeren kimysal bir banyoda yüzeyi kaplanmış bir kumaş elde etmiştir. CuO içeren

banyodan alınan kumaş ardından bir florinasyon işleminden geçirilerek süperhidrofobik ve yüksek oranda oleofobik bir kumaş elde etmişlerdir. Kaplanan kumaşlar su, etilen glikol ve kolza tohumu gibi yağlı ortamlarda iyi bir kendi kendini temizleme performansı sergilemiştir. Bu çalışmada kaplanan kumaş 20 μm kalınlıklı fiberlerden oluşmaktadır ve kaplanmış kumaş 155° civarı bir su temas açısı ve 8°'lik bir kayma açısı göstermiştir [Zeng et al., 2014].

Huang ve arkadaşları (2014), pamuklu kumaş yüzeyine kovalent bağlarla bağlanmış TiO_2 nanoparçacıkları yardımı ile süperhidrofobik bir kumaş elde ettiler. Daha sonra sağlam bir süperhidrofobik $Ti0_2$ kumaşı oluşturmak için floroalkilsilan çözeltisinde beklettiler (Şekil 5.4). Önce potasyum titanyum oksalatı (PTO) deiyonize su (30 mL) içinde çözmüşlerdir, ardından %30 H_2O_2(1 ml) ilave edilip oda sıcaklığında manyetik karıştırmışlardır, daha sonra hidroklorik asit çözeltisi ile pH değerini 1-2'ye ayarlamışlardır. Hazırlanmış olan bu çözeltiye kaplanacak olan pamuklu kumaşlar daldırmışlardır ve karışık çözelti, belirli bir süre 80 ° C'de ısıtılıp ve daha sonra oda sıcaklığına kadar soğutulmuştur. Bu arada bir hidrotermal reaksiyon oluşmaktadır. Bu işlemlerden sonra kumaşlar, olası kalıntıları gidermek için deiyonize suyla yıkanmıştır ve ortam koşullarında kurutulmuştur. Ardından kumaşların %1 hacim oranıyla hidrolize edilmiş H, 1H, 2H, 2H, 2H-per-hidrotiltiletoksisilan (POTS, F13) veya 1H, 1H, 2H, 2H-perhidroksi-melanetrilanitin (PTES, F17) 'den oluşan bir metanolik çözeltisinde 1 saat bekletilmesi ile süperhidrofobik kumaşlar elde edilmiş oldu. Çözeltiden çıkarılan kumaşlar 1 saat süreyle 140 °C'de bekletilmiştir. Elde edilen su temas açısı 160° ve kayma açısı 10°'dir ve kompozit kumaşın; UV dayanımı yüksek, kendi kendini temizleyebilen, verimli yağ-su ayırma işlemlerine tabi tutulabilen ve mikro akışkan uygulamalarına sahip çok işlevli kumaşların tasarımına adapte edilme konusunda potansiyel vaat edildiğini göstermişlerdir [Huang et al., 2015].



Şekil 5.4: Huang ve arkadaşlarını kumaş kaplama prosesi.

Zhang ve arkadaşları (2015), pamuklu bir yüzeye pürüzlü yapılar oluşturmak için kovalent bağlanma ile sağlam bir ZnO filmi oluşturarak ve ardından florinasyon yöntemi ile süperhidrofobik kumaş yüzeyleri oluşturmuştur. Düşük yüzey enerjili (heptadekfloro-1,1,2,2-tetradesil) trimetoksisilan ile aşılama işleminden sonra, kumaş numunesinin ıslanma özelliği süperhidrofilikten süperhidrofobik hale getirilmiştir. WCA 158 ° C ve LOI (sınırlayıcı oksijen indeksi) değeri %18,3'ten %21,6'ya yükselmiştir. Ayrıca süperhidrofobik, yanmazlık özelliği daha da geliştirilmiş ve ısıl kararlılığı olan bir kumaş elde edilmiş oldu. Elde edilen bu kumaşın; UV dayanımı iyi, kendi kendini temizleyebilen, dayanıklılığı arttırılmıştır ve alev geciktiriciliği yükselmiştir. Ayrıca yeni endüstriyel uygulamalar için büyük ölçekli süper hidrofobik tekstil malzemelerinin üretimini hızlandırmak için bir fırsat sunmuş oldu [Zhang et al., 2015].

5.2.5. Polimer Aşılama/Grafting Yöntemi

Polimerleri pamuk elyaflarına aşılamak için en popüler yöntem, genellikle bir başlatıcının elyaf yüzeyine sokulması ve ardından bir monomer çözeltisi içinde polimerizasyon ile gerçekleştirilen, yüzey başlatmalı serbest radikal polimerizasyonudur. Fakat bu yöntemde uzun süreli daldırmadan dolayı yumuşaklık, hava geçirgenliği ve su emiciliği gibi pamuğun özelliklerini etkiler. Ek olarak, elyaf yüzeyindeki zayıf başlatıcı yoğunluğundan dolayı, bu yöntem çoğunlukla düşük polimerizasyon oranlarına sahiptir ve bu, malzemenin yüzeyinde büyük bir artık

monomer kütlesi bırakmaktadır. Bu sebeple uygulama sonrasında atıklardan arındırılabilmesi için kumaşın yıkanması gerekmektedir [Xu et al., 2020].

Xiong ve Liu arkadaşları (2012), sol-jel oluşturucu polimer ve florlanmış bir bloktan oluşan bir diblok kopolimeri kullanarak tekstillere yüksek su ve yağ iticiliğe sahip olan yeni ve oldukça etkili bir kaplama stratejisi oluşturmuşlardır. Bu metotla polimer aşılama kullanılarak >%1,0 miktarının uygun olduğu raporlamışlardır. Pamuklu kumaş, diblock kopolimer çözeltisi içerisinde 1 dakika bekletilmiştir. Kalıntı çözücüler bir ısıtma tabancası ile buharlaştırıldı ve ardından örnekler daha yüksek bir sıcaklıkta tavlandı. Temas açıları, ağırlıkça sadece %1,0 aşılanmış bir polimer miktarıyla sırasıyla maksimum 164° (su) ve 153° (CH_2I_2) değerlerine ulaşmıştır. Aşılı polimer miktarı arttıkça kayma açıları azaldı. Kayma açıları, aşılanmış polimer miktarının %1,0'in üstünde çıkmasıyla H_2O ve CH_2I_2damlacıkları için 1,8° ve 3,1° olarak ölçülmüştür. Bu yüksek yağ ve su temas açıları ve düşük sıvı kayma açıları, ağırlıkça >%1,0 aşılı polimer taşıyan pamuklu kumaşların süperamfiyofobik olduğunu göstermektedir. Böylece süperamfiyofobik bir pamuk yüzeyindeki su damlası, pompa ve yemeklik yağlar boncuklu şekillerini emilmeden aylarca koruyabildiler. Elde edilen süperamfiyofobik özellik, mekanik stabiliteyi etkilemedi ve kaplamada, deterjan çözeltilerinde yıkamaya karşı sağlamlık görülmüştür. Kaplanmamış kumaş gerilme dayanımı 7,43±0,05 MPa iken kaplanmış kumaşta ise 7,35 ±0,04 MPa sonucu elde edilmiştir ve kaplanma olayının kumaşın gerilme dayanımını etkilemediğine karar verilmiştir. Ayrıca kopma % uzaması özelliğinin de etkilenmediği sonucuna test sonuçlarında varılmıştır (Kaplanmamış kumaş: %6,48 / Kaplanmış kumaş: %6,27) [Xiong and Liu., 2012].

Kaplamanın başarısıyla birlikte aynı çalışma grubu, sıralı anyonik polimerizasyon ile diğer yeni diblock kopolimerleri sentezlediler ve kağıt, demir plakalar, cam plakalar ve cep telefonu dokunmatik ekranları gibi arasındaki çeşitli malzemeleri kapladılar [Hu et al., 2016].

Xue ve arkadaşları (2019), silseskvioksan (silsesquioxane/POSS) içeren polimerler ve kumaş liflerinin modifikasyonu ile süperhidrofobik kumaşlar elde etmiştir. Kumaş yüzeyleri üzerine POSS bazlı polimerler hem yüzey pürüzlülüğünü arttırdı hem de kumaşların yüzey enerjisini düşürdü. Hazırlanan süperhidrofobik kumaşların asit, baz, tuz, aseton ve N,N-dimetilformamide karşı süperhidrofobiklik stabilitesine sahip olduğunu saptadılar. [Xue et al., 2019].

Kaplama işlemi merkapto silan modifikasyonu ve POSS ile işleme adımlarından oluşur:

- Pamuklu kumaşların merkapto silan modifikasyonu: Merkapto silanlar, kimyasal buhar biriktirme yoluyla pamuklu kumaşlara tutturulur. Bir kap içine pamuklu kumaşlar (29 x 15 cm) ve 0,4 mL MPTES alınmıştır. Sonra kap kapatılıp ve bir kızılötesi ışınlı ısıtma makinesine monte edilmiştir, ardından 90°C'ye ısıtılmış ve 1,5 saat bu sıcak ortamda tutulmuştur. Son olarak kumaşlar ortamdan alınıp ve Kumaş-SH olarak adlandırılmıştır. Kumaş-SH MPTES kalıntılarından giderilmek için 8 saat etanol çözücü ile ekstrakte edildi, daha sonra karakterizasyon için 80 °C'de kurutuldu.
- Merkapto ile modifiye edilmiş kumaşların POSS bazlı polimer kullanılarak işlenmesi: Kumaş-SH 225 mL diklorometan, OV-POSS (4,0 gr, 6,32 mmol), PETMP (2,0 gr, 6,64 mmol) ve DMPA (0,20 gr, 1,49 mmol) içeren 500 ml'lik karışık bir çözeltiye daldırılmıştır. Daha sonra beherin ağzı kapatılmıştır ve 1 saat boyunca 360 nm'de 300 W m^{-2} yoğunluğa sahip UV ışığı ile ışınlanmıştır. Reaksiyondan sonra numune kumaş yüzeyindeki kalıntı reaktifleri uzaklaştırmak için birkaç kez susuz etanol ile yıkama işlemi gerçekleştirilmiş ve 80 ° C'de bir fırın içinde kurutulmuştur. Bu adımdan sonra kumaş Kumaş-S-OVPOSS olarak adlandırılmıştır. Bu denemeler farklı POSS besleme miktarı ile hazırlanmış çözeltiler ile tekrarlanmıştır ve OV-POSS'un PETMP'ye oranları 1: 0, 1: 1, 1.5: 1, 2: 1, 3: 1, 4: 1, 5: 1, 6: 1, 8: 1 ve 24: 1 'dir.

Fabric-S-OVPOSS'un kimyasal maddelere veya UV ışınlamaya karşı dayanıklılığı ayrıca ağır şartlara maruz bırakılarak da incelenmiştir (72'şer saat). Bu işlemlerin ardından CA 150°'nin üzerinde kaldı ve bu da süper hidrofobikliğin asit, alkali, organik çözücüler korozyonuna karşı yeterli direnci olduğunu ve UV dayanımı olduğunu göstermiştir.OV-POSS/ PETMP oranının artmasıyla beraber temas açısının arttığı görülmüş ve gerekli optimum oranın 1,5:1,0 olduğu görülmüştür. OV-POSS miktarı PETMP'nin 1,5 katından daha fazla olduğunda CA 150 ° ve 10 ° 'den daha az SA'ya erişebilir. OV-POSS miktarı daha da arttıkça, CA'nın değişiklikleri daha da küçülmüştür. Fakat aşınma direnci göz önünde tutulduğunda optimum oranın 1,5:1,0 olması gerektiğine karar verilmiştir.

6. KULLANILAN MALZEMELER VE KAPLAMA YÖNTEMİ

6.1. Kullanılan Malzemeler

Deneylerde kaplama malzemesi olarak polietilen polimeri, polietilen-polipropilen (PP-PE) kopolimeri, siklo olefin kopolimeri (COC) ve düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) polimeri kullanılmıştır. Kaplama yüzeyi olarak iki farklı dokuma ve ağırlığa sahip %100 polyester kumaşlar kullanılmıştır. Solvent olarak teknik ksilen, non-solvent olarak ise metil etil keton ve siklo hekzanon kullanılmıştır.

6.1.1. Kullanılan Polimerler

Bu çalışmada PP-PE kopolimeri (VERSIFY2300), PP polimeri (MH418 PETOPLEN), siklo olefin kopolimeri (COC) ve düşük yoğunluklu polietilen polimeri (LDPE) kaplama malzemeleri olarak kullanılmıştır. Bu plastik ürünlerle ilgili detay bilgiler aşağıda gibi açıklanmıştır.

PP (PETOPLEN MH 418) polimeri PETKİM Petrokimya Holding A.Ş. / SOCAR Turkey Inc.'in polipropilen ürünlerinden biridir. Malzeme saf granüler (peletler) formunda izotaktik PP'dir. Genel anlamda malzeme lif üretmek için kullanılmaktadır. Temel özellikleri; Yoğunluğu 0,925 gr/cm³, erime sıcaklığı 166 ºC'dir. MFI değeri 4,0-6,0 g/10 dak. (2,16 g, 230 ºC'de), Mn ve Mw yaklaşık 40000 Da'dır. Piyasadan temin edilebilecek ticari özellikler Tablo 6.1'de verilmiştir.

1,02 g/cm³ yoğunluğuna, Mw = 65.400 g/mol ortalama molekül ağırlığına ve Tg=140 ºC camsı geçiş sıcaklığına sahip olan siklo olefin kopolimeri (COC-TOPAS 6013S of Ticona GmbH, Almanya) bu çalışmada kullanılan plastik kaplama malzemelerinden biridir. COC'nin 23 ºC'de su absorbsiyonu ≤ 0,01 ve hacimsel akış indeksi (MVR, 260 ºC'de 2,16 kg) 1,5 ml/10 dk.'dır. Işık geçirgenlik oranı %91'dir. COC kopolimeri molar olarak %48 oranında etilenden ve %52 oranında norbornenden oluşmaktadır. Ürün ile ilgili diğer teknik özellikler Tablo 6.2' de verilmiştir.

Tablo 6.1: PP polimerinin (PETOPLEN MH 418) ticari teknik özellikleri.

PP POLİMERİ (PETOPLEN MH 418)	
Özellikler	Test Sonucu
Erime akış hızı (230ºC 2,16 kg)	4,5
Yoğunluk (23ºC)	0,905
Akma sınırında çekme direnci	34
Kopma çekme direnci	42
Renk, b-değeri (10D65)	1,8
Erime noktası (DSC)	163
Yük altında eğilme sıcaklığı 0,45 MPa	113
Izod darbe dayanımı, 23ºC	21,6
Rockwell sertliği	94
Eğilme modulu, 23ºC	1450

Tablo 6.2: Siklo olefin kopolimeri (COC-TOPAS 6013S) bileşiğinin ticari teknik özellikleri.

COC POLİMERİ (TOPAS 6013S)			
Özellikler	Birim	Test Metodu	Test Sonucu
Hacim akış indeksi 260ºC, 2,16 kg	ml/10dk	ISO 1133	14
Hacim akış indeksi HDT,115ºC/2,16 kg	ml/10dk	ISO 1133	6
Yoğunluk	g/cm³	ISO 1183	1,02
Su absorbsiyonu	%	ISO 62	<0,01
Su buharı geçirgenliği	g.mm/m²d	DIN53 122	0,035
Çekme dayanımı (5 mm/dk)	Mpa	ISO 527, Bölüm 1 ve 2	63
Kopma uzaması (5 mm7dk)	%	ISO 527, Bölüm 1 ve 2	2,7
Elastisite modülü (1 mm/dk)	MPa	ISO 527, Bölüm 1 ve 2	2900
Darbe dayanımı (Charpy)	kj/m²	ISO 179 /IeU	15
Çentikli darbe dayanımı (Charpy)	kj/m²	ISO 179 /IeU	1,8
Bilyalı dalma sertliği 30 sn	N/mm²	ISO 2039	184

PP-PE (VERSIFY 2300) kopolimeri, 0,867 g / cm³ yoğunluğuna ve Tg = -27 ºC camsı geçiş sıcaklığına sahip olan ve DOW firmasının ticari olarak endüstriye

sunduğu granüler kopolimerik malzemelerindendir. Kütlesel erime akış hızı (MFR, 230 ºC'de 2,16 kg) 2,0 gr/10 dk.'dır ve ağırlık olarak %12 oranında etilenden oluşmaktadır. Ürün ile ilgili üretici firmanın paylaştığı diğer teknik bilgiler Tablo 6.3 'de verilmiştir.

Tablo 6.3: PP-PE 'nin (VERSIFY 2300) ticari teknik özellikleri.

PP-PE KOPOLİMERİ (VERSIFY 2300)		
Özellikler	Değer (SI)	Test methodu
Yoğunluk	0,867 g/cm²	ASTM D792
Kütle erime akış hızı (230ºC/2,16 kg)	2,0 g/10 dk	ASTM D1238
Toplam kristalizasyon	13%	Dow method
Kopma dayanımı	18,9 Mpa	ASTM D638
Kopma uzaması	730%	ASTM D638
Eğilma modülü - 1% secant	42,2 Mpa	ASTM D790
Durometer Sertliği		ASTM D2240
Shore A	88	
Shore D	32	
Camsı geçiş sıcaklığı (DSC)	-27,0 ºC	Dow method
Vicat yumuşama sıcaklığı	43 ºC	ASTM D1525
Erime sıcaklığı (DSC)	66 ºC	Dow method
Gardner parlaklık		ASTM D523
Pus (Haze)	6,00%	ASTM D1003

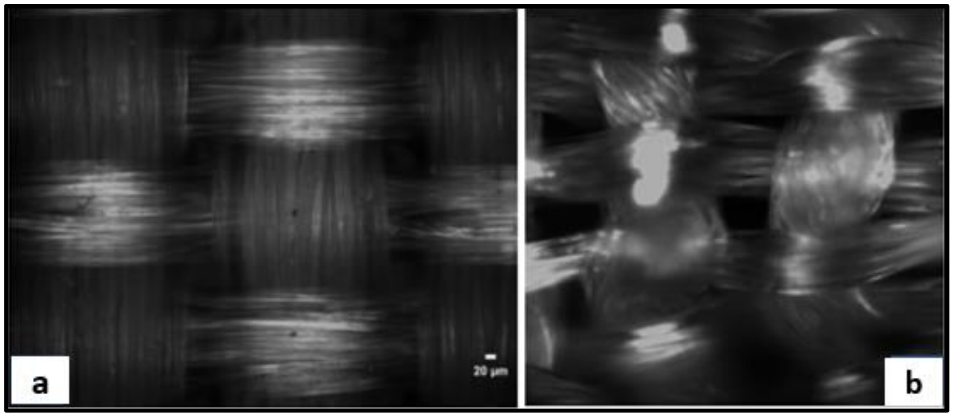
0,921 g / cm³ yoğunluğuna, Tm= 109 ºC erime sıcaklığına sahip olan düşük yoğunluklu polietilen (LDPE-Petkim-G08-21T) DOW firması tarafından esndüstriye sunulan ve bu çalışmada kullanılan plastik kaplama malzemelerindedir. Erime akış hızı (MFR, 190 ºC'de 2,16 kg) 0,85 ml/10 dk.'dır. Pusluluk %7,2'dir. Ürün ile ilgili diğer teknik bilgiler Tablo 6.4 'de verilmiştir.

Tablo 6.4: Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE-Petkim_G08-21T) ticari teknik özellikleri.

LDPE POLİMERİ (Petkim_G08-21T)		
Özellikler	Değer	Test metodu
Erime akış hızı (190°C/2.16 kg)	0.30 g/10 min	ASTM D1238
Yoğunluk, 23°C	0.921 g/cm³	ASTM D1505
Erime noktası (DSC)	109 °C	ASTM D3418
Kompa direnci, MD	27 MPa	ASTM D882
Kompa direnci, TD	22 MPa	ASTM D882
Kopma Uzaması, MD	>250 %	ASTM D882
Kopma Uzaması, TD	>500 %	ASTM D882
Yırtılma direnci, MD	260 cN	ASTM D1922
Yırtılma direnci, TD	370 cN	ASTM D1922
Pusluluk	10%	ASTM D1003
Parlaklık, 45°	51 GU	ASTM D2457
Vicat Yumuşama Noktası, 10 N	98 °C	ASTM D1525

6.1.2. Kaplanan %100 Polyester Kumaş Tipleri

Dokuma yapısı farklı perdelik %100 polyester kumaş (149 gr/m²- 0,201 mm) ve bluzluk %100 poliester kumaş (79 gr/m², 0,166 mm) olmak üzere iki tip kumaş kullanılmıştır (Şekil 6.1).



Şekil 6.1: %100 polyester kumaşların 200 kat büyütme görselleri, a)79 gr/m² ve b) 149 gr/m².

6.1.3. Kullanılan Solvent ve Non-solvent Tipleri

Tez kapsamında polimerik granül ürünlerin çözülmesi için her bir reçetede ksilen solventi kullanılmıştır. Ayrıca çözünen polimer taneciklerinin solvent içinde belirli boyutlarda dağılması ve kaplanan yüzeye daha küçük partüküller halinde tutunmasının sağlanması için metil etil keton (MEK) ve siklohekzanon non-solvent çifti kullanılmıştır. Bu amaçla çözeltilerde kullanılan siklohekzanon ve metil etil keton bileşim oranı 1:1'dir.

Kullanılan teknik ksilen solventi EMBOY firmasından tedarik edilen %99 saflık oranına sahip bir üründür ve kaynama noktası 138 °C'dir.

Non-solvent olarak kullanılan siklohekzanon kimyasalı MERCK firmasından tedarik edilen ve %99 saflık oranına sahip bir üründür ve kaynama noktasını 155,6 °C'dir. Non-solvent olarak kullanılan ikinci malzeme olan metil etil keton(MEK) kimyasalı BALMUMCU firmasından tedarik edilen ve %99 saflık oranına sahip bir üründür. Kaynama noktasını 79,64 °C'dir.

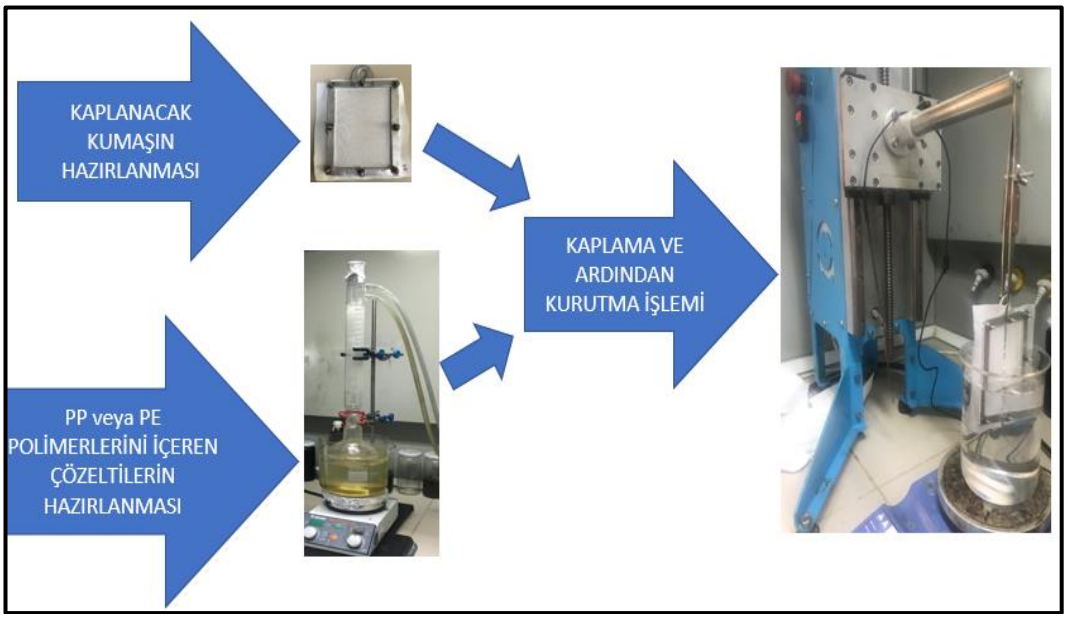
6.2. Kumaş Kaplama Yöntemi

Denemeler esnasında uygulanmış olan deneysel metot basit şematik gösterimi Şekil 6.2'de gösterilmiştir.

Kaplama işlemlerinde oluşturulen değişkenler aşağıdaki gibidir;

- Kumaş yüzeyine yapılan kaplama sayısı denemeleri: Her bir denemede kumaş numuneleri birer ve ikişer kez kaplama çözeltilerine daldırılmıştır (Birinci kaplama sonunda numuneler iki eşit parçaya kesilmiştir ve parçalardan biri iyice kuruduktan sonra ikinci kez kaplama çözeltisine daldırılmıştır.).
- Farklı Kaplama Sıcaklığı Denemeleri: 40, 63, 73, 83, 90, 100, 110, 120 °C.
- Farklı Polimer Konsantrasyonları: 15, 30, 45, 60 mg/ml
- Kullanılan polimer tipleri: Siklo olefin kopolimeri (COC-TOPAS 6013S of Ticona GmbH), Polipropilen homopolimeri (MH418 Petoplen), PP-PE kopolimeri (Versify 2300), Düşük yoğunluklu polietilen (LDPE-Petkim-G08-21T)

- Farklı Solvent / Non-solvent oranı denemeleri: %100 Solvent, %90 Solvent + %10 Non-Solvent, %83 Solvent + %17 Non- Solvent, %80 Solvent + %20 Non-Solvent, %75 Solvent + %25 Non-Solvent, %60 Solvent + %40 Non-Solvent



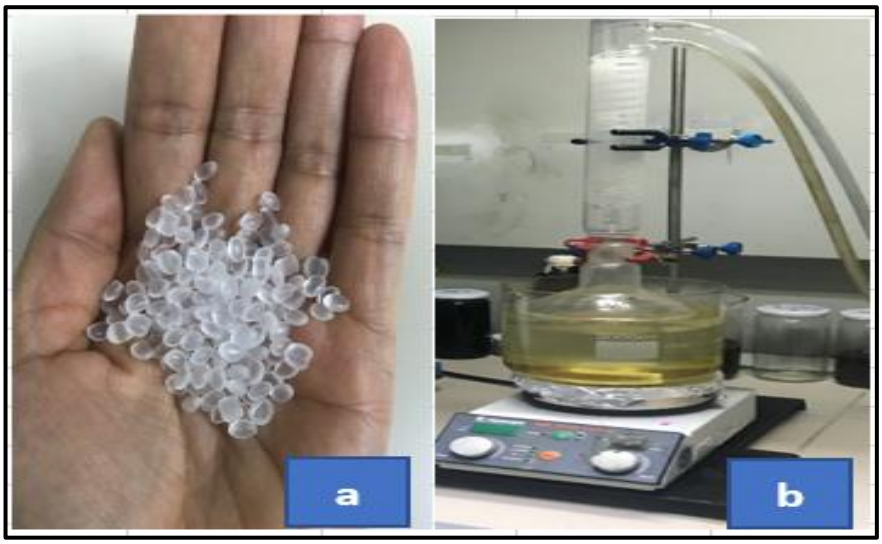
Şekil 6.2: Test uygulama metodu şematik gösterimi.

6.2.1. Kaplama Çözeltisi Hazırlama Yöntemi

- Adım 1: Plastik granüllerinin yalnızca solvent içinde çözülüp kumaşa Kaplanması: 1 litrelik cam balon içerisine 600 ml ksilen eklenmiştir ve ardından her bir koşul için konsantrasyon koşulunun sağlanması için Tablo 6.5'de bulunan ağırlıklarda plastik granüller eklenmiştir. Isıtma sırasında homojen bir şekilde karışımın oluşması ve çökmelerin önüne geçilmesi için cam balon içerisine bir manyetik balık atılmıştır. Karışımı içeren balon önceden 150 °C'ye ısıtılmış olan yağ banyosu içerisine daldırılmıştır. Yoğuşturma kolonu balonun ağız kısmına yerleştirilir ve kolon içindeki su sirkülasyonu ile buharlaşan solventin yeniden yoğunlaşması sağlanmıştır. Isıtma etkisi ile plastik granüllerinin tamamının çözünmesi için 2 saat boyunca karıştırma devam edilir. (Şekil 6.3)

- Adım 2: Plastik granüllerinin Solvent/Non-Solvent içinde çözülüp kumaşa kaplanması: Tablo 6.5'te verilen reçeteye uygun oranlar ile Adım 1'daki işlemler aynı şekilde uygulanır. Çözünmenin oluşmasının ardından tabloda tanımlı olan

miktarlarda siklohekzanon köpürme ve çökmenin önüne geçilmesi için azar azar eklenmiştir. Yarım saatlik bir karıştırma işleminden sonra tabloda tanımlı miktarda Metil Etil Keton (MEK) eklenmiştir ve yarım saatlik bir karıştırma işlemi gerçekleştirilir.



Şekil 6.3: Çözeltilerde kullanılan granüller ve kaplama çözeltisi hazırlama sistemi a) Kullanılan granüller, b) Kaplama çözeltisi hazırlama sistemi.

Tablo 6.5: Kaplama çözeltisi içerik reçeteleri.

Derişim (mg/ml)	Kaplama Sıcaklığı (°C)	Granül ağırlığı (gr)	Solvent Miktarı (ml)	Non-solvent Miktarı (ml)		Granül Tipi	Solvent/Non-solvent oranı
			Ksilen	SH	MEK		
15	83	9	600	0	0	VERSIFY 2300	%100 Ksilen
	73						
	63						
	83	9	540	30	30	VERSIFY 2300	%10 nonsolvent + % 90 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	9	480	60	60	VERSIFY 2300	%20 non-solvent + % 80 solvent (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	9	360	120	120	VERSIFY 2300	%40 nonsolvent + % 60 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
30	120	18	600	0	0	VERSIFY 2300	%100 Ksilen
	110						
	100						
	90						
	63						
	83	18	540	30	30	VERSIFY 2300	%10 nonsolvent + % 90 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	18	500	50	50	VERSIFY 2300	%16,66 NONSOLVENT+ %83,34 SOLVENT (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	60	18	500	50	50	COC	%16,66 NONSOLVENT+ %83,34 SOLVENT (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	50						
	40						
	120	18	500	50	50	PE	%16,66 NONSOLVENT+ %83,34 SOLVENT (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	110						
	100						
	90						
	80						

Tablo 6.5:(Devam): Kaplama çözeltisi içerik reçeteleri.

Derişim (mg/ml)	Kaplama Sıcaklığı (°C)	Granül ağırlığı (gr)	Solvent Miktarı (ml)	Non-solvent Miktarı (ml)		Granül Tipi	Solvent/Non-solvent oranı
			Ksilen	SH	MEK		
30	100	18	500	50	50	*MH418 PETOPLEN * COC + MH418 PETOPLEN *VERSIFY 2300 + MH418 PETOPLEN	%16,66 NONSOLVENT+ %83,34 SOLVENT (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	90						
	83	18	450	75	75	VERSIFY 2300	%25 non-solvent + % 75 solvent (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	18	360	120	120	VERSIFY 2300	%40 nonsolvent + % 60 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
45	83	27	600	0	0	VERSIFY 2300	%100 Ksilen
	73						
	63						
	83	27	540	30	30	VERSIFY 2300	%10 nonsolvent + % 90 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	27	480	60	60	VERSIFY 2300	%20 non-solvent + % 80 solvent (1:1 Siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
	83	27	360	120	120	VERSIFY 2300	%40 nonsolvent + % 60 solvent (1:1 siklohekzanon/MEK)
	73						
	63						
60	63	36	500	50	50	VERSIFY 2300	%16,66 NONSOLVENT+ %83,34 SOLVENT (1:1 Siklohekzanon/MEK)

6.2.2. Kaplanacak Tekstil Kumaşlarının Hazırlanması

Önceden kesilmiş olan tekstil kumaşlarının m² ağırlıkları ve kalınlıkları ölçülmüştür. Çerçeve vidaları ile birleşme bölgeleri makas yardımı ile kesilir ve hazırlanan kumaşlar daldırma çerçevesine gerdirilerek yerleştirilir. Kaplama esnasında gerginliğin sabit kalması için kumaşlar çerçeveye vidalar yardımı ile tutturulur. (Şekil 6.4)

Şekil 6.4: Kumaş yerleştirilmiş çerçeve örneği.

6.2.3. Kaplama İşlemi ve Kaplanmış Kumaşların Laboratuvar Koşullarında Kurutulması

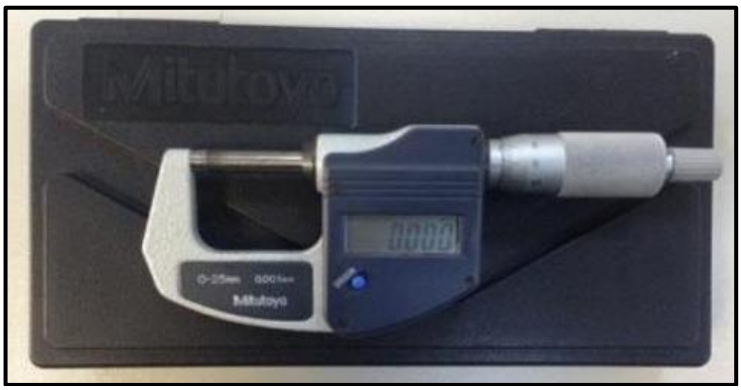
Şekil 6.5'deki görülen kaplama sistemi kullanılarak Adım 1 veya Adım 2'ye göre hazırlanan çözeltiler, balondan 600 ml'lik temiz bir cam behere hızlı bir şekilde dökülmüştür ve termometre çözelti içerisine tabana değmeyecek ve beherin orta bölgelerinde duracak şekilde daldırılmıştır. Beher sabit bir değerde ısıtma işlemini gerçekleştirilebilecek bir ısıtıcı üzerine yerleştirilmiştir ve kaplama yapılması planlanan sıcaklık değeri set değer olarak işlenmiştir. Manyetik karıştırıcı ile karıştırma işlemi devam ederken çözelti sıcaklığı hedef sıcaklığa düştükten sonra kumaş kaplama işlemine geçilmiştir. 6.10'de hazırlanmış olan çerçevelenmiş kumaşlar birinci kaplamanın yapılabilmesi için kaplama çözeltisine 105 mm/dk. hızıyla daldırılmıştır ve kumaşın çözelti içerisinde 30 sn boyunca beklemesi sağlanmıştır. Bekleme süresinin ardından çerçeve aynı şekilde daldırma cihazı (6.11-A) ile 105 mm/dk. hızında çözelti içerisinden (6.11-B) çıkarılmıştır ve 2 saat laboratuvar koşullarında kurumaya bırakılmıştır. Kuruma işleminin ardından kurumuş numuneler çerçevelerden çıkarılmıştır. Çıkarılan numuneler 2 eşit parçaya kesilmiştir ve parçalardan biri "Kaplama 1" olarak tanımlanarak; numune üzerine deneme numarası ve kumaş numarası yazılmıştır. Kesilen diğer parça ise yeniden çerçeveye yerleştirilip ikinci kaplama işlemine tabi tutulur. İkinci kaplama işlemi ilk kaplamadaki adımlar takip edilerek tamamlanmış olur ve ardından kurumaya

bırakılır, ardından tanımlanır.

Şekil 6.5: Daldırma cihazı ve daldırma prosesi görselleri, a) Daldırma cihazı görseli b) Daldırma prosesi görseli.

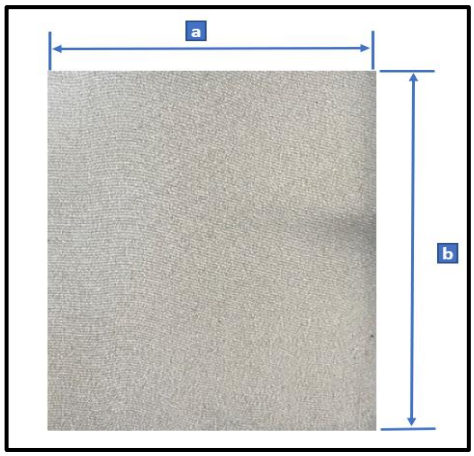
6.2.4. Kaplanmış Kumaşların Kalınlık ve Birim (m²) Ağırlığının Ölçümü

Kaplanmış ve tamamen kurumuş olan kumaş parçalarının çevre çapakları kesilmiştir. Elde edilen kaplamaların Şekil 6.6'de bulunan dijital mikrometre yardımı boylu boyunca değişik bölgelerinden kalınlık ölçümü alınmıştır.



Şekil 6.6: Dijital mikrometre.

Şekil 6.7'de gösterilen kumaş parçası örneğinin kalınlığının ölçümünden sonra numunelerin ardından m² ağırlığı ölçülüp kayıt altına alınmıştır ve % ağırlık artışı hesaplanmıştır. (Eşitlik 6.1 ve 6.2)



Şekil 6.7: m² ağırlığı hesaplanacak kumaşın boyutları.

$$\textit{Kumaş m}^2\textit{ ağırlığı} = M_0 / (a \times b) \qquad 6.1$$

M_0 ilk tartım ağırlığını, a kumaş en ölçüsünü ve b ise kumaş boy ölçüsünü ifade etmektedir.

$$\%\ \textit{Ağırlık artışı} = ((M_1 - M_0)/(M_1) x100 \qquad 6.2$$

M_0 ilk tartım ağırlığını ve M_1 son tartım ağırlığını ifade etmektedir.

6.2.5. Kaplanmış Kumaşların Statik Temas Açılarının Ölçümü ve Optik Mikroskop Görüntülerinin Alınması

Cam lamellerin bir yüzeyine çift taraflı bant yapıştırılmıştır ve ardından çapaklarından arındırılmış olan kumaş parçacıkları çifti taraflı bantlar yardımı ile cam lamellere yapıştırılmıştır. Lamellerden taşan kumaş kısımları bir makas yardımı ile dikkatli bir şekilde kesilir.

Kaplanan kumaş parçalarının statik temas açılarının belirlenebilmesi için Şekil 6.8'de gösterilen KSV Ins, CAM 200 ölçüm cihazı kullanıldı. Statik temas açısı ölçümü için kumaş yüzeyleri üzerine cihaza bağlı bilgisayar destekli motorize dispenser (sıvı dağıtıcı) yardımıyla 7 ml saf su damlası oluşturuldu. Ardından damlanın optik görüntüsü kaydedildi ve cihazında mevcut şekil analiz programında değerlendirilmesi ile statik temas açısı tespit edildi.

Şekil 6.8: KSV CAM 200 Cihazı.

Ardından kaplanmış kumaş numunelerinde, kaplama malzemesi ile kumaş liflerinin etkileşim düzeyinin incelenebilmesi için yüzeyler Şekil 6.9'da gösterilen Nikon Eclipse LV 100 optik mikroskop ile fotoğraflandı (50X ve 200X). Elde edilen görüntüler bilgisayar ortamına aktarılarak analiz edildi.

Şekil 6.9: Nikon Eclipse LV 100 Optik Mikroskop.

7. BULGULAR ve YORUMLAR

Bu çalışmada PP-PE kopolimeri (VERSIFY2300), PP polimeri (MH418 PETOPLEN), siklo olefin kopolimeri (COC-TOPAS 6013S of Ticona GmbH) ve düşük yoğunluklu polietilen (LDPE-Petkim-G08-21T) polimerik granülleri kaplama malzemeleri olarak kullanılmıştır. Kaplanan %100 PES iki farklı dokumaya sahip kumaşların statik temas açısının: sıcaklık, kaplama sayısı, konsantrasyon, non-solvent oranı ve kumaş deseni ile değişimi incelenmektedir.

7.1. Kumaş Üzerine PP-PE Kopolimeri ile Yapılan Kaplamalar

Versify2300 ticari isimli PP-PE kopolimeri kullanılarak değişik konsantrasyon ve non-solvent oranları ile çözeltiler hazırlanmıştır. Ardından ortalama 79 ve 149 gr/m² ağırlıklı %100 PES iki farklı dokumaya sahip kumaşlar non-solvent oranı ve konsantrasyona bağlı olarak uygun sıcaklıklar belirlenip (120°C, 110°C, 100°C, 90°C, 83°C, 73°C, 63 °C) kaplama işlemleri uygulanmıştır.

7.1.1. 15,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar

Bu bölümde 15 mg/ml konsantrasyonlu ve farklı non-solvent oranlarına sahip çözeltilerinde değişik sıcaklıklarda iki tip kumaş kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Kullanılan non-solvent oranları %0, %10, %20 ve %40‘dır ve 83/73/63 °C sıcaklıklarında kaplamalar yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş bütün sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır. Kaplamalar sonucunda her bir parametre değişikliğinde elde edilen temas açıları değişkenlik göstermiştir. Ayrıca genel olarak ikinci kaplama uygulanan kumaş yüzeyinde elde edilen temas açıları ilk kaplamalara oranla daha yüksektir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her

seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Kaplama yapılan sıcaklıkların bulutlanma sıcaklığının en az 5 °C üzerinde olmasına dikkat edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde genel anlamda düşük sıcaklıklarda yapılan kaplamalarda kumaş yüzeylerinde ölçülen statik temas açılarının yükseldiği saptanmıştır. Ayrıca 15 mg/ml konsantrasyonu için belirlenen optimum non-solvent oranının %10 olduğu saptanmıştır.

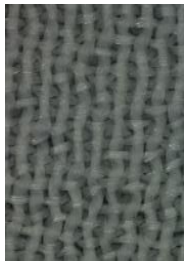
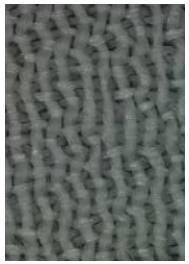
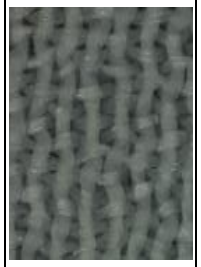
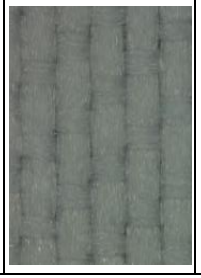
Kaplama sayısının temas açısına etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş aynı sıcaklıkta birer ve ikişer kez kaplama işlemine tabi tutulmuştur. Birinci kaplama işleminin ardından tamamen kuruma sağlanmıştır ve ardından ikinci kez kaplama işlemleri yapılmıştır. Kumaş yüzeylerinde ölçülen temas açılarının ilk kaplamalara oranla ikinci kaplamalarda daha yüksek olduğu saptanmıştır.

79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 73 °C'de ve %10 non-solvent oranında yapılan ikinci kaplamadır ve sonuç 146°'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 83 °C'de ve %10 non-solvent oranı ile yapılan ikinci kaplamayla elde edilen 139°'dir.

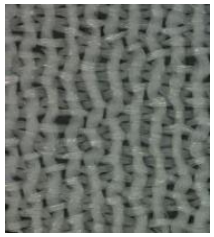
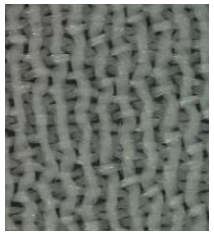
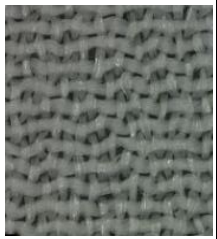
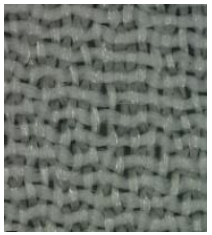
Tablo 7.1'de görüldüğü üzere 79 gr/m²'lik kumaş için 15 mg/ml ve %100 solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 142°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bu sıcaklığın altında çözeltinin bulutlanmaya başlaması sebebiyle kaplama yapılamamıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. 83 ve 73 °C'de yapılan ikinci kaplamanın ardından temas açısında bir yükseliş mevcut iken 63 °C'de yapılan ikinci kaplamada ise düşüş mevcuttur.

Tablo 7.1'de görüldüğü üzere 149 gr/m²'lik kumaş için 15 mg/ml ve %100 solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 138°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca bu sıcaklığın altında çözeltinin bulutlanmaya başlaması sebebiyle kaplama yapılamamıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.1: 15 mg/ml v e %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C / 2. Kez	63 ◦C / 1. Kez	73 ◦C / 2. Kez	73 ◦C / 1. Kez	83 ◦C / 2. Kez	83 ◦C / 1. Kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
15,36	15,51	16,27	11,14	13,25	8,28	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
2,45	4,70	2,70	3,49	5,69	1,80	% m² değişimi	
140	142	141	139	138	136	Temas açısı	
						50X Büyütme Oranı	
2,50	2,16	2,27	1,48	3,41	3,75	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
5,37	2,16	1,98	0,25	2,71	0,14	% m² değişimi	
136	132	135	134	138	129	Temas açısı	
						50X Büyütme Oranı	

Tablo 7.2: 15 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C / 2. Kez	63 ◦C / 1. Kez	73 ◦C / 2. Kez	73 ◦C / 1. Kez	83 ◦C / 2. kez	83 ◦C / 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
10,09	7,68	13,55	12,50	16,57	15,21	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
4,20	1,09	3,60	0,14	1,85	4,87	% m² değişimi	
144	140	146	137	140	138	Temas açısı	
						50X Büyütme Oranı	
1,82	1,59	2,27	-0,23	1,70	1,93	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
3,99	2,28	3,86	0,22	2,59	0,92	% m² değişimi	
135	129	135	136	139	138	Temas açısı	
						50X Büyütme Oranı	

Tablo 7.2’de görüldüğü üzere 79 gr/m² ağırlıklı kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Optik mikroskop görselleri incelendiğinde her bir sıcaklıkta kumaş yüzeyinde pürüzlü bir yapı oluştuğu görülmüştür.

Tablo 7.2’de görüleceği üzere 79 gr/m²’lik kumaş için 15 mg/ml ve %10 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 146°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 73 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C’den daha düşük sıcaklıklar olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

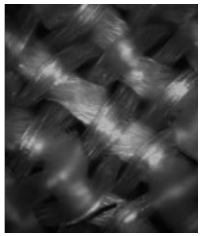
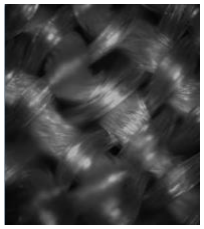
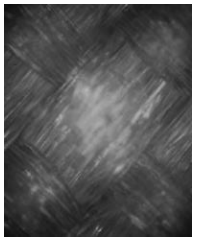
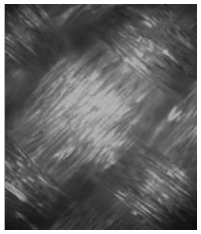
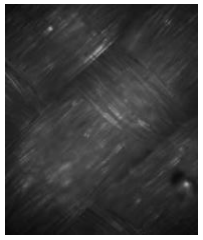
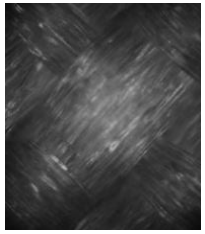
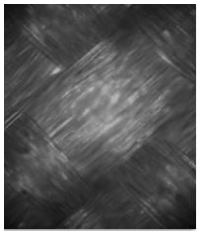
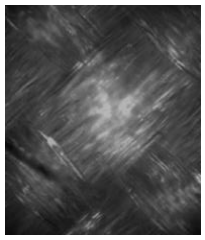
Tablo 7.2’de görüleceği üzere 149 gr/m²’lik kumaş için 15 mg/ml ve %10 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 139°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C ve kaplama sayısının iki olduğu belirlenmiştir.

Tablo 7.3’de görüldüğü üzere 83°C ve 73°Clerdeki kaplamalar incelendiğinde 79 gr/m²’lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Fakat 149 gr/m²’lik kumaş için 83°C ve 63°Clerdeki kaplamalar incelendiğinde tersi bir durum mevcuttur.

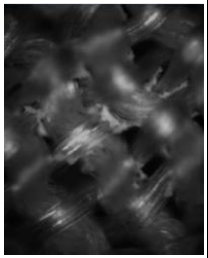
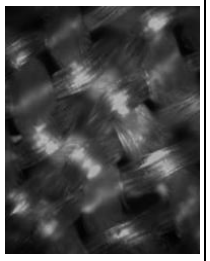
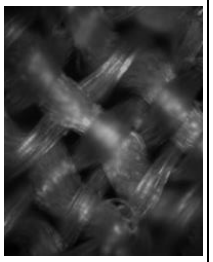
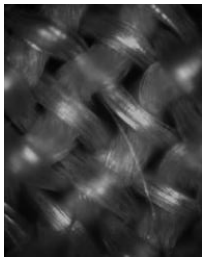
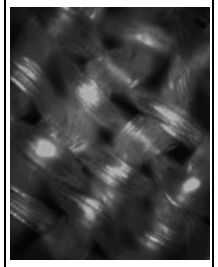
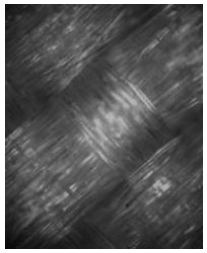
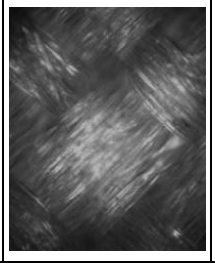
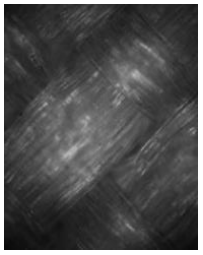
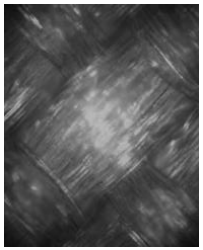
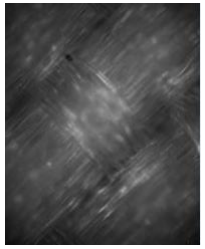
79 gr/m²’lik kumaş için 15 mg/ml ve %20 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 145°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 73 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C altı olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

149 gr/m²’lik kumaş için 15 mg/ml ve %20 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 134°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.3: 15 mg/ml ve %20 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C / 2. Kez	63 ◦C / 1. Kez	73 ◦C / 2. Kez	73 ◦C / 1. Kez	83 ◦C / 2. kez	83 ◦C / 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
6,52	6,52	11,06	8,07	14,05	14,50	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
1,09	2,87	5,88	2,18	2,90	6,35	% m² değişimi	
140	138	145	138	143	132	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
1,93	2,61	2,84	0,68	3,64	2,73	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
3,59	0,66	2,27	1,22	3,81	4,30	% m² değişimi	
128	127	130	128	134	132	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.4: 15 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C / 2. kez	63 ◦C / 1. kez	73 ◦C / 2. kez	73 ◦C / 1. kez	83 ◦C / 2. kez	83 ◦C / 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
10,17	5,86	11,87	7,79	9,34	3,77	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
2,31	0,36	3,66	2,93	5,51	1,69	% m² değişimi	
140	140	141	140	139	137	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
2,73	1,14	3,64	2,73	3,75	1,70	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
2,79	3,64	2,91	1,42	2,94	2,54	% m² değişimi	
131	129	130	131	133	128	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.4'de görüldüğü üzere 79 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Fakat 149 gr/m²'lik kumaş düzensiz bir davranış sergilemiştir ve optimum sıcaklık 83 °C'dir.

Tablo 7.4'de görüldüğü üzere 79 gr/m²'lik kumaş için 15 mg/ml ve %40 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 141°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 73 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C altı olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte genel anlamda temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.4'de görüldüğü üzere 149 gr/m²'lik kumaş için 15 mg/ml ve %40 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 133°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte genel anlamda temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

7.1.2. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar

Bu bölümde PP-PE kopolimerinin 30 mg/ml konsantrasyonu ve farklı non-solvent/solvent oranlarına sahip çözeltilerinde değişik sıcaklıklarda iki farklı dokumaya sahip kumaşlar kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Kullanılan non-solvent oranları %0, %10, 17, %25 ve %40'dır ve konsantrosyon ve non-solvent/solvent oranına bağlı olarak 120/110/100/90/83/73/63 °C sıcaklıklarında kaplamalar yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş bütün sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır. Kaplamalar sonucunda her bir parametre değişikliğinde elde edilen temas açıları değişkenlik göstermiştir. Ayrıca genel olarak ikinci kaplama uygulanan kumaş yüzeyinde elde edilen temas açıları ilk kaplamalara oranla daha yüksektir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her

seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Kaplama yapılan sıcaklıkların bulutlanma sıcaklığının en az 5 °C üzerinde olmasına dikkat edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde genel anlamda düşük sıcaklıklarda yapılan kaplamalarda kumaş yüzeylerinde ölçülen statik temas açılarının yükseldiği saptanmıştır.

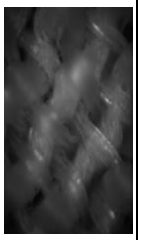
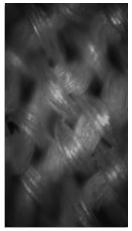
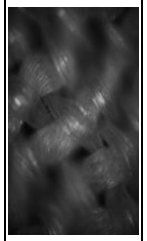
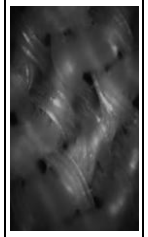
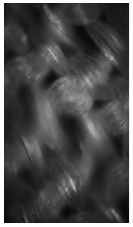
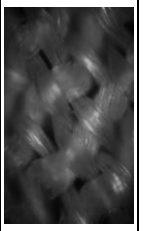
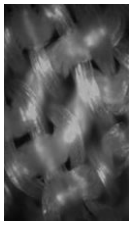
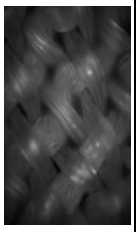
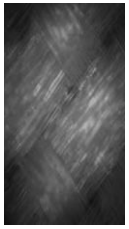
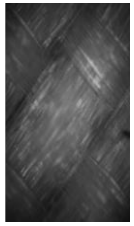
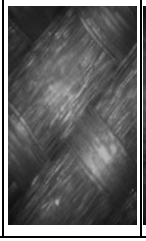
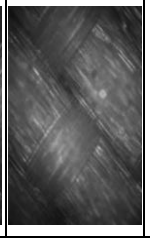
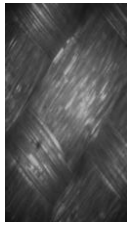
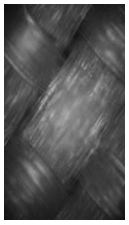
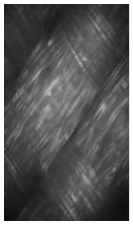
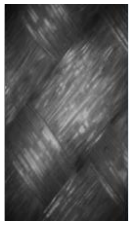
Değişik non-solvent oranı ile hazırlanmış olan 30 mg/ml konsantrasyonlu çözeltiler ile 79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 63 °C'de ve %17 non-solvent oranında yapılan ikinci kaplamadır ve sonuç 151°'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 63 °C'de ve %17 non-solvent oranı ile yapılan ikinci kaplamayla elde edilen 150°'dir.

Tablo 7.5'de görüldüğü üzere 79 gr/m²'lik kumaş için birinci kez kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Fakat 149 gr/m²'lik kumaş düzensiz bir davranış sergilemiştir. Her iki kumaşın optimum kaplanma sıcaklığı 63 °C'dir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır.

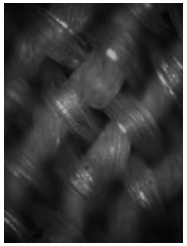
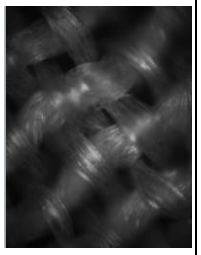
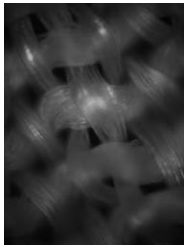
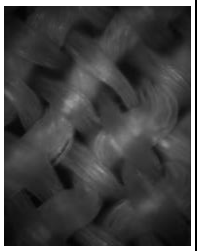
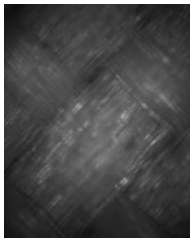
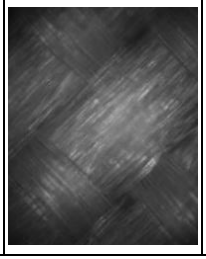
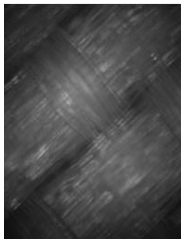
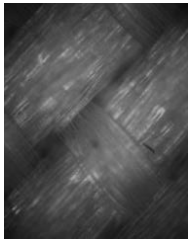
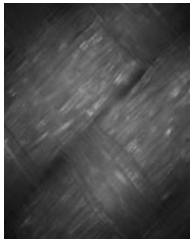
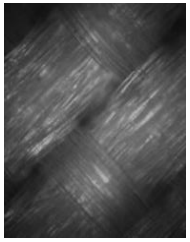
Tablo 7.5'e göre 79 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %100 solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 147°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C altı olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.5'e göre 149 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %100 solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 146°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.5: 30 mg/ml ve %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C 2. kez	63 ◦C 1. kez	90 ◦C 2. kez	90 ◦C 1. kez	100 ◦C 2. kez	100 ◦C 1. kez	110 ◦C 2. kez	110 ◦C 1. kez	120 ◦C 2. kez	120 ◦C 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
0,60	5,42	8,43	19,28	1,81	13,25	9,64	21,69	6,02	7,83	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
7,27	3,07	14,06	3,65	15,45	0,57	17,89	17,81	19,47	7,84	% m² değişimi	
147	142	137	140	139	141	141	138	139	138	Temas açısı	
										200X Büyütme Oranı	
3,42	6,40	6,69	6,69	5,93	2,50	9,66	15,98	3,31	6,31	% m² değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
146	129	122	122	121	128	114	110	123	125	Temas açısı	
										200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.6: 30 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C/2. kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
12,05	11,30	18,22	16,57	20,93	8,89	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
6,64	4,79	8,87	2,65	12,47	1,37	% m² değişimi	
141	139	143	140	145	142	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
2,61	1,99	5,85	4,98	4,98	4,98	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
4,62	3,83	4,85	3,57	5,71	5,92	% m² değişimi	
134	129	133	133	133	130	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.6'da görüldüğü üzere 79 gr/m² ve 149 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükselmesi bekleniyor iken düzensiz bir davranış sergilendiği saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Tablo 7.6'ya göre 79 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %10 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 145°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C'nin altında olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.6'ya göre 149 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %10 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 134°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

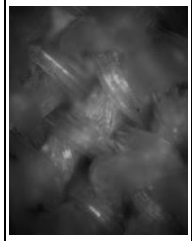
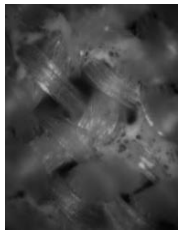
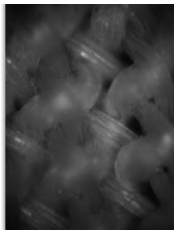
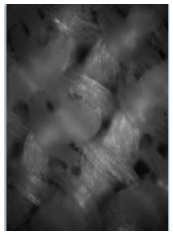
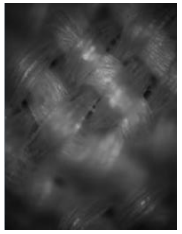
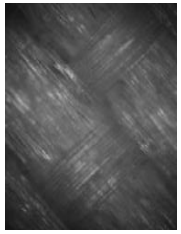
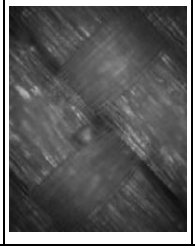
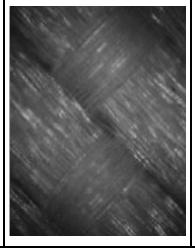
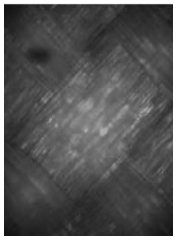
Tablo 7.7'de görüldüğü üzere 79 gr/m² ve 149 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır.Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Ayrıca hazırlanan bütün PP-PE çözeltileri içerisinde en yüksek temas açılarının görüldüğü çözelti 30 mg/ml konsantrasyonuna sahip %17 non-solvent oranlı çözeltidir.

Tablo 7.7'de 79 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %17 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 151°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Elde edilen bu temas açısı PP-PE çözeltileri içerisinde elde edilen en yüksek temas açısıdır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları

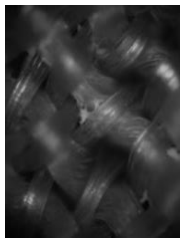
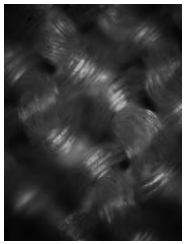
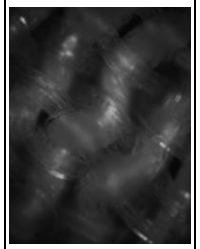
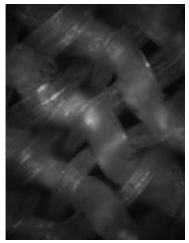
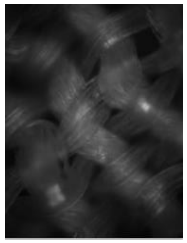
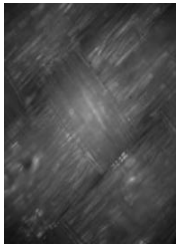
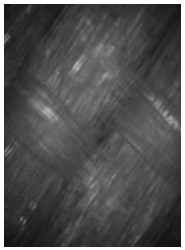
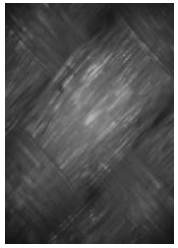
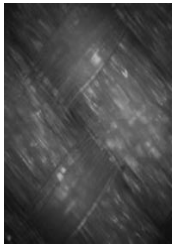
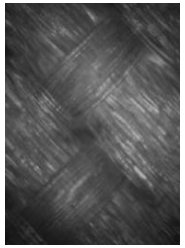
da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.7'de 149 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %17 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 150°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.7: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C/2. kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
D52	D49	D51	D48	D50	D47	Deneme No	
21,78	17,03	20,20	16,00	16,96	16,96	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
17,08	7,67	5,95	4,85	8,14	9,57	% m² değişimi	
151	145	147	144	148	141	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
4,85	4,23	2,86	3,98	3,48	3,11	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
5,50	5,09	5,73	4,24	4,95	5,83	% m² değişimi	
150	138	129	127	130	124	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.8: 30 mg/ml ve %25 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C/2. kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
24,10	21,99	27,56	21,08	24,85	22,14	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
9,87	6,06	11,66	2,14	6,45	10,31	% m² değişimi	
138	137	139	137	144	136	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
		2,74	2,49	3,11	2,11	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
4,03	7,48	5,52	4,98	6,62	4,30	% m² değişimi	
132	128	133	131	123	112	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.8'de görüldüğü üzere 79 gr/m² ve 149 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükselmesi beklenirken düzensiz bir davranış saptanmıştır. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m² ağırlığına sahip kumaş için 83 °C iken 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaş için ise 73 °C'dir.

Tablo 7.8'e göre 79 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %25 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 144°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 63 °C altı olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.8'e göre 149 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %25 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 133°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 73 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

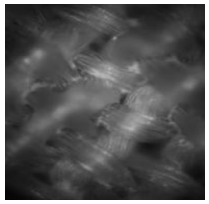
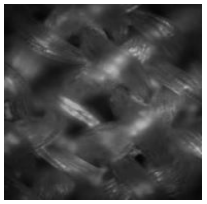
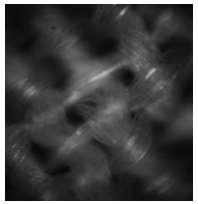
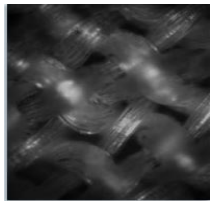
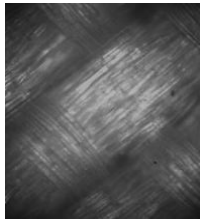
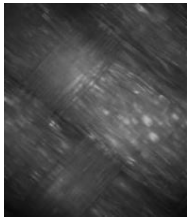
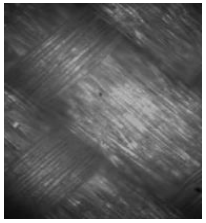
Tablo 7.9'de görüldüğü üzere 79 gr/m² ve 149 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m²'lik kumaş için 83 °C iken 79 gr/m²'lik kumaş için ise 73 °C'dir. Ayrıca diğer çözeltilerde bulutlanma olayının gözlendiği sıcaklık 63 °C'den daha düşük sıcaklıklar iken 30 mg/ml ve %40 non-solvent bileşimine sahip çözelti için ise 73°C'nin altıdır. Bu sebeple 63°C'de kaplama yapılmamıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Ayrıca %17 non-solvent sonra denenen %25 ve %40 non-solvent oranlarından elde edilen temas açılarının devamlı bir düşüş göstermesi sebebiyle daha yüksek bir non-solvent oranının denenmemesi gerektiğine karar verilmiştir.

79 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %40 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 139°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 83 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca çözeltinin bulutlanmaya başladığı sıcaklığın 73 °C'nin altı olduğu saptanmıştır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin

incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Sonuç olarak kaplama sayısının artması ile birlikte temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

149 gr/m²'lik kumaş için 30 mg/ml ve %40 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 133°'dir ve optimum kaplama sıcaklığının 73 °C olduğu belirlenmiştir. Ayrıca kaplama sayısının artması ile birlikte genel olarak temas açılarının da arttığı gözlenmiştir.

Tablo 7.9: 30 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
13,10	9,49	16,27	13,10	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
8,34	3,24	9,26	7,89	% m² değişimi	
136	133	139	136	Temas açısı	
				200X Büyütme Oranı	
1,99	1,62	2,99	2,24	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
8,17	3,41	6,03	5,41	% m² değişimi	
133	130	127	118	Temas açısı	
				200X Büyütme Oranı	

7.1.3. 45,0 mg/ml Konsantrasyonlu Farklı Solvent/Non-solvent Oranları ile Yapılan Kaplamalar

Bu bölümde 45 mg/ml konsantrasyonlu ve farklı non-solvent oranlarına sahip çözeltiler ile değişik sıcaklıklarda iki tip dokumaya sahip kumaşlar kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Çözeltilerde kullanılan non-solvent oranları %0, %10, %20 ve %40‘dır. Ayrıca 93°C, 83°C, 73°C, 63 °C sıcaklıklarında kaplamalar yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş bu sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

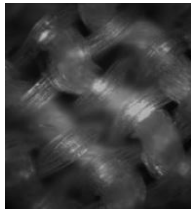
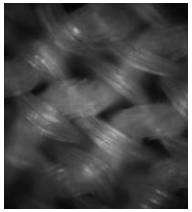
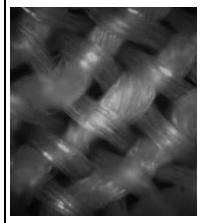
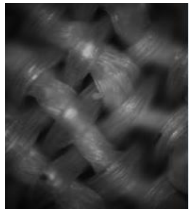
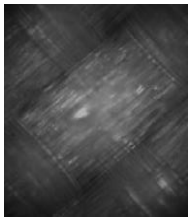
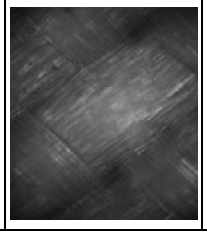
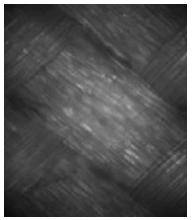
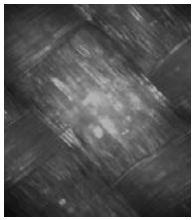
Kaplama yapılan sıcaklıkların bulutlanma sıcaklığının en az 5 °C üzerinde olmasına dikkat edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde genel anlamda düşük sıcaklıklarda yapılan kaplamalarda kumaş yüzeylerinde ölçülen statik temas açılarının yükseldiği saptanmıştır. Non-solvent oranının yükselmesi ile birlikte bulutlanma sıcaklığının da yükseldiği görülmüştür. Bu sebeple %40 oranına sahip çözeltideki kaplama sıcaklığı 90 °C’den itibaren 10’ar derece düşürülerek sıcaklık etkisi incelenmiştir. Ayrıca belirlenen optimum non-solvent oranının %10 olduğu saptanmıştır.

79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 73 °C’de ve %10 non-solvent oranında yapılan ikinci kaplamadır ve sonuç 144°’dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 73 °C’de ve %100 solvent oranı ile yapılan birinci kaplamayla elde edilen 136°’dir.

Tablo 7.10’de görüldüğü üzere 79 gr/m²’lık kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükselmesi bekleniyorken düzensiz bir davranış sergilemiştir. 149 gr/m²’lik kumaşta ise birinci kaplamalarda kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe daha yüksek bir temas açısı ile sonuçlanmıştır. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m²’lik kumaş için 83 °C iken 149 gr/m²’lik kumaş için ise 73 °C’dir. Ayrıca maksimum temas açısı 79 gr/m²’lik kumaşta ikinci kaplama ile elde edilirken 149 gr/m²’lik kumaşta ise ilk kaplamada elde edilmiştir. Bulutlanma olayının gözlendiği sıcaklık 63 °C’den daha düşük

sıcaklıklardır. 79 gr/m²'lik kumaş için 45 mg/ml ve %100 solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 141°'dir ve 149 gr/m²'lik kumaş için ise 136 °'dir.

Tablo 7.10: 45 mg/ml ve %100 solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

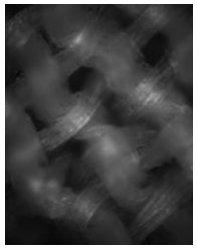
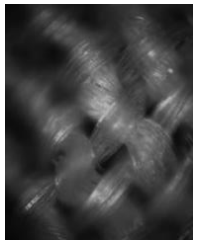
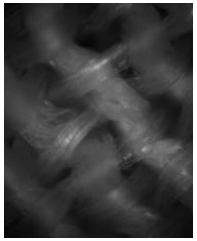
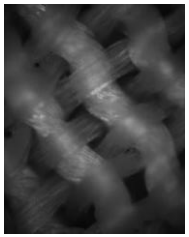
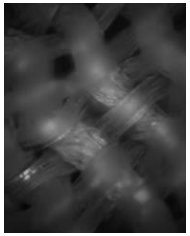
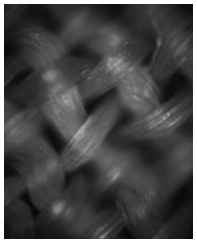
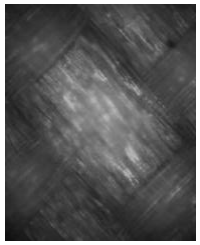
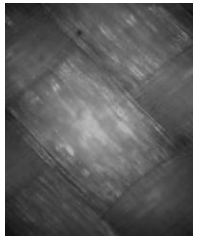
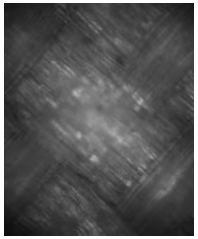
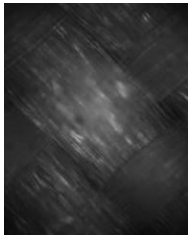
63 ◦C/2. kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
D106	D105	D104	D103	D102	D101	Deneme No	
21,23	19,13	21,84	13,86	17,47	10,24	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
15,96	8,20	10,22	3,53	5,06	3,17	% m² değişimi	
140	138	140	135	141	136	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
		2,74	2,74	2,61	2,61	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
		1,86	4,33	3,91	3,34	% m² değişimi	
		134	136	130	123	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.11'de görüldüğü üzere 79 gr/m² ve 149 gr/m²'lık kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükselmesi bekleniyorken düzensiz bir davranış sergilemiştir. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m²'lik kumaş için 73 °C iken 149 gr/m²'lik kumaş için ise 63 °C'dir. Ayrıca maksimum temas açısı 79 gr/m²'lik kumaşta ikinci kaplama ile elde edilirken 149 gr/m²'lik kumaşta ise ilk kaplamada elde edilmiştir. Bulutlanma olayının gözlendiği sıcaklık 63 °C'den daha düşük sıcaklıklardır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda genel olarak 79 gr/m²'lik kumaş için ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu fakat 149 gr/m²'lik kumaşta ise ikinci kaplamalarda düştüğü belirlenmiştir.

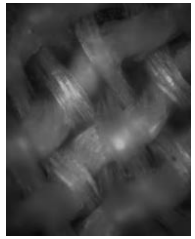
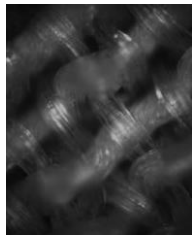
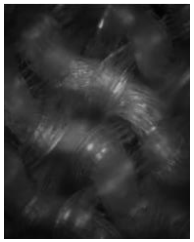
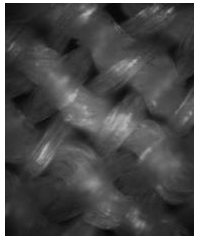
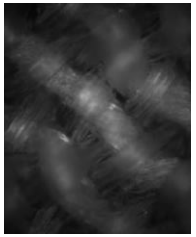
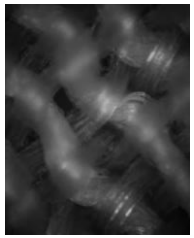
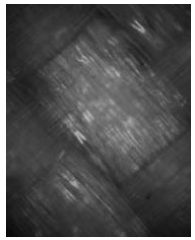
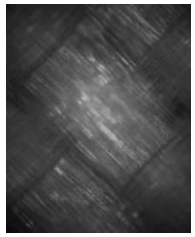
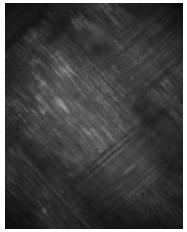
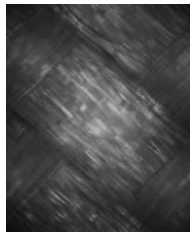
Tablo 7.11'e göre 79 gr/m²'lik kumaş için 45 mg/ml ve %10 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 144°'dir ve 149 gr/m²'lik kumaş için ise 131°'dir. %10 non-solvent ile hazırlanan çözelti kaplama sonuçları ile karşılaştırıldığında 79 gr/m²'lik kumaş için temas açısında yükselme gözlenirken 149 gr/m²'lik kumaşta ise düşme gözlenmiştir.

79 gr/m²'lik kumaş için %10 Non-solvent oranlı ve 45 mg/ml konsantrasyonlu çözelti ile yapılan kaplama yüzey temas açısı %100 solvent ile hazırlanan çözelti kaplamalarından daha yüksek temas açılarının elde edilmesini sağlamıştır. %100 solvent oranı ile maksimum 141°lik temas açısı elde edilmiş iken %10 non-solvent oranlı çözelti ile 144°'lik temas açısı elde edilmiştir. Fakat aynı sonuç 79 gr/m²'lik kumaş için elde edilememiştir. %100 solvent ile 136°'lik temas açısı elde edilmiş iken %10 non-solvent oranı ile 131°'lik temas açısı elde edilmiştir.

Tablo 7.11: 45 mg/ml ve %10 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C/2. kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
22,14	18,22	24,90	21,99	25,60	14,46	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
16,31	11,73	12,16	6,66	17,85	8,92	% m² değişimi	
142	140	144	142	144	141	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
5,47	4,10	3,61	3,86			% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
10,97	6,58	7,95	3,68			% m² değişimi	
128	131	126	128			Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.12: 45 mg/ml ve %20 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

63 ◦C/2. Kez	63 ◦C/1. kez	73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
29,37	21,39	34,19	24,10	28,92	18,07	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
23,22	8,14	18,00	8,28	19,10	8,28	% m² değişimi	
140	138	142	137	139	136	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
6,09	3,73	5,85	5,47			% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
12,42	4,81	13,39	8,92			% m² değişimi	
119	121	117	116			Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

Tablo 7.12’de görüldüğü üzere kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısı yükselmiştir. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m²’lik kumaş için 73 °C iken 149 gr/m²’lik kumaş için ise 63 °C’dir. Ayrıca maksimum temas açısı 79 gr/m²’lik kumaşta ikinci kaplama ile elde edilirken 149 gr/m²’lik kumaşta ise ilk kaplamada elde edilmiştir. Bulutlanma olayının gözlendiği sıcaklık 63 °C’den daha düşük sıcaklıklardır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda genel olarak ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu saptanmıştır.

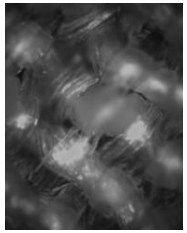
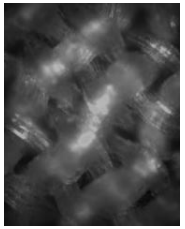
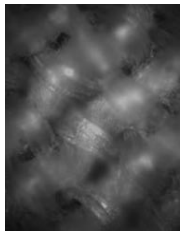
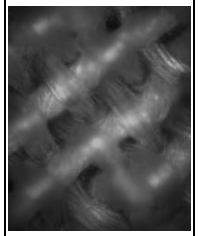
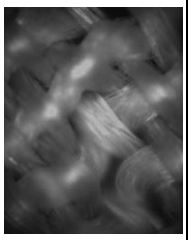
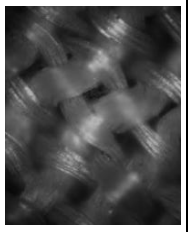
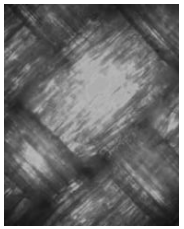
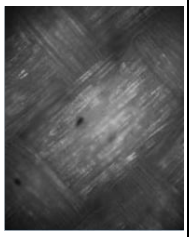
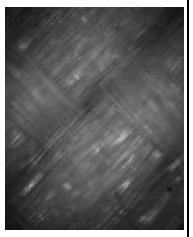
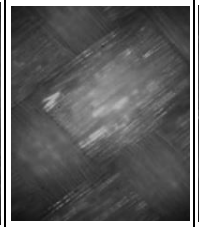
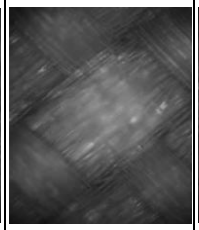
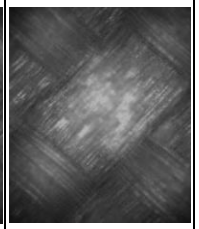
79 gr/m²’lik kumaş için 45 mg/ml ve %20 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 142°'dir ve 149 gr/m²’lik kumaş için ise 121 °’dir. %20 non-solvent oranı ile yapılan kaplamalarının temas açıları %10 non-solvent ile hazırlanan çözelti kaplama sonuçları ile karşılaştırıldığında temas açısında düşme olduğu saptanmıştır.

Tablo 7.13’de görüldüğü üzere 45 mg/ml konsantrasyonlu ve %40 non-solvent oranı ile kaplanan 79 gr/m² ve 149 gr/m²’lık kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükselmesi bekleniyorken düzensiz bir davranış sergilemiştir. Optimum kaplama sıcaklığı 79 gr/m²’lik kumaş için 93 °C iken 149 gr/m²’lik kumaş için ise 83 °C’dir. Ayrıca maksimum temas açısı 79 gr/m²’lik kumaşta ikinci kaplama ile elde edilirken 149 gr/m²’lik kumaşta ise ilk ve ikinci kaplama temas açılarının aynı olduğu görülmüştür. Bulutlanma olayının gözlendiği sıcaklık 73 °C’den daha düşük sıcaklıklardır. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda genel olarak ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olması bekleniyorken düzensiz bir davranışın sergilendiği görülmüştür. Bazı sıcaklıklarda artarken diğer sıcaklıklarda düşüş gözlenmiştir.

79 gr/m²’lik kumaş için 45 mg/ml ve %40 non-solvent oranı ile elde edilen maksimum statik temas açısı 138°'dir ve 149 gr/m²’lik kumaş için ise 135 °’dir. %20 solvent ile hazırlanan çözelti kaplama sonuçları ile karşılaştırıldığında 79 gr/m²’lik kumaş için temas açısında düşme gözlenirken 149 gr/m²’lik kumaşta ise düzensiz bir yükselme gözlenmiştir. %40 non-solvent oranı ile yapılan kaplamalarının temas açıları %10 ve %20 non-solvent ile hazırlanan çözelti kaplama sonuçları ile karşılaştırıldığında temas açılarında azalma ve düzensiz davranışlar gözlenmiştir. Bu

durumda 45 mg/ml konsantrasyonuna sahip bir çözeltinin solvent oranının %10'a kadar yükseltilmesinin optimum koşul olduğu yorumu yapılabilir.

Tablo 7.13: 45 mg/ml ve %40 non-solvent ile hazırlanmış PP-PE çözeltisi kaplamaları.

73 ◦C/2. kez	73 ◦C/1. kez	83 ◦C/2. kez	83 ◦C/1. kez	93 ◦C/2. kez	93 /1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
50,00	16,72	12,05	15,81	30,42	21,84	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
44,58	13,79	7,32	8,90	17,31	8,24	% m² değişimi	
126	135	134	137	138	132	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	
13,81	2,11	2,49	2,61	3,11	2,99	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
25,95	3,70	6,47	6,17	10,33	8,84	% m² değişimi	
114	131	135	135	123	130	Temas açısı	
						200X Büyütme Oranı	

7.2. Kumaş Üzerine PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar

Ticari ismi MH418 PETOPLEN olan PP kopolimeri kullanılarak 30 mg/ml konsantrasyonu ve %17 non-solvent oranı ile bir çözelti hazırlanmıştır. Çözeltinin soğutulması esnasında edinilen gözlemlere göre çözeltinin bulutlanma sıcaklığının 85 °C'nin altında olduğu belirlenmiştir. Ardından ortalama 79 ve 149 gr/m² ağırlıklı %100 PES iki farklı dokumaya sahip kumaşlar 100 ve 90 °C sıcaklıklarında kaplama işlemine tabi tutulmuştur. Kaplanmanın bu sıcaklıklarda yapılmasına karar verilmesinin sebebi; düşük sıcaklıklarda yapılan kaplama kalitesinden dolayı statik temas açısının daha yüksek olmasının beklenmesinden dolayıdır. Ayrıca düşük sıcaklıklarda kaplama yapılmasının enerji sarfiyatının daha düşük olmasını sağlamak gibi bir artısı vardır ve böylece kaplama maliyetinin daha düşük olmasını sağlar.

7.2.1. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu %17 Solvent/Non-solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar

30 mg/ml konsantrasyonuna sahip çözeltide değişik sıcaklıklarda iki tip kumaş kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Çözeltideki non-solvent oranı %17'dir ve 1:1 oranında SH ve MEK çiftinden oluşmaktadır. Kaplama işlemi 100 ve 90 °C sıcaklıklarında yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş bütün sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır. Kaplamalar sonucunda her bir parametre değişikliğinde elde edilen temas açıları değişkenlik göstermiştir. Ayrıca genel olarak ikinci kaplama uygulanan kumaş yüzeyinde elde edilen temas açıları ilk kaplamalara oranla daha yüksektir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz bir değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Kaplama yapılan sıcaklığın bulutlanma sıcaklığının en az 5 °C üzerinde olmasına dikkat edilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde genel anlamda düşük sıcaklıklarda yapılan kaplamalarda kumaş yüzeylerinde ölçülen statik temas açılarının yükseldiği saptanmıştır.

Kaplanan kumaşların 200X yakınlaştırmalı mikroskopaltı görselleri incelendiğinde görüleceği üzere kumaş yüzeyine tutunmuş olan PP partikülleri PP-PE kopolimerine oranla daha belirgindir ve gözle görülecek düzeydedir.

79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ikinci kaplamadır ve sonuç 152°'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ve ikinci kaplamayla elde edilen 145°'dir.79 gr/m² kumaşının daha yüksek temas açısına sahip olmasının sebebinin kumaşın gözenek yapılarının PP polimerinin kumaşa daha iyi tutunmasının sağlanmasına olanak sağlama olarak düşünülmektedir.

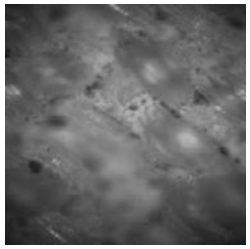
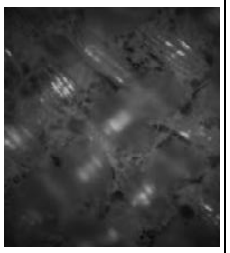
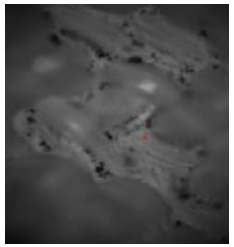
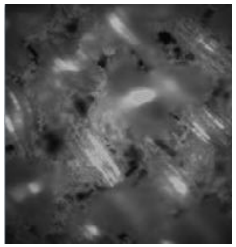
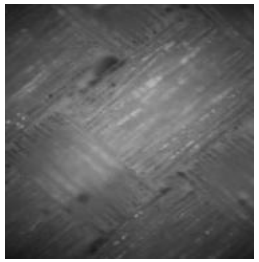
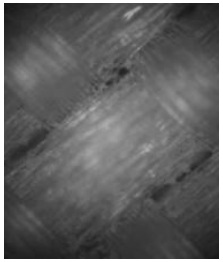
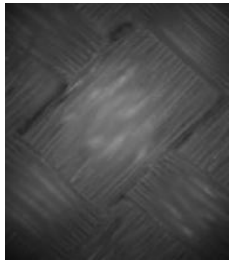
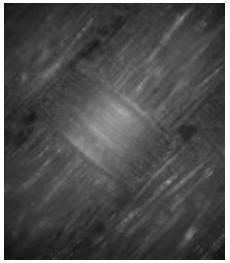
Tablo 7.14'de görüldüğü üzere 79 ve 149 gr/m²'lik kumaş için kaplama işleminin uygulandığı sıcaklık düştükçe ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Her iki kumaş tipi için optimum kaplama sıcaklığının 90 °C'dir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Tabloda da görüleceği gibi 79 gr/m²'lik kumaşta meydana gelen % m² ağırlık ve % kalınlıktaki artış 149 gr/m²'lik kumaştan daha yüksektir. 79 gr/m²'lik kumaşta %17,67-37,35 arasında değişiyorken 149 gr/m²'lik kumaşta ise %3,24-7,10 aralığında değişmektedir. Bu durum yine kumaş gözenek yapısı ile açıklanabilmektedir.

Ayrıca PP polimeri ile kaplanan kumaşların yüzeyine tutunmuş olan polimer tabakası PP-PE kopolimerine oranla mikroskop altı görüntülerde daha belirgindir.

79 gr/m²'lik kumaşta PP polimeri çözeltisi ile elde edilen temas açısı diğer bütün çözeltilere oranla en yüksek değere sahiptir.

Tablo 7.14: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan PP çözeltisi kaplamaları.

90 ◦C/2. kez	90 ◦C/1. kez	100 ◦C/2. kez	100 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
37,35	20,68	31,02	17,67	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
14,42	6,01	14,63	4,21	% m² ağırlık değişimi	
152	146	149	143	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	
8,46	7,46	10,28	10,61	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
7,10	8,06	3,24	3,39	% m² ağırlık değişimi	
145	143	136	132	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	

7.3. Kumaş Üzerine Siklo-Olefin Kopolimeri ile Yapılan Kaplamalar

Ticari ismi TOPAS 6013S olan sikloolefin kopolimeri ve solvent / non-solvent çifti kullanılarak 50 mg/ml konsantrasyonu ve %17 non-solvent oranı ile bir çözelti hazırlanmıştır. Çözeltideki non-solvent oranı %17'dir ve 1:1 oranında SH ve MEK çiftinden oluşmaktadır. Ardından Ortalama 79 ve 149 gr/m² ağırlıklı %100 PES iki farklı dokumaya sahip kumaşlar 60/50/40 °C sıcaklıklarında kaplanmıştır. Kaplanmanın bu sıcaklıklarda yapılmasına karar verilmesinin sebebi; düşük sıcaklıklarda yapılan kaplama kalitesinden dolayı statik temas açısının daha yüksek olmasının beklenmesinden dolayıdır. Ayrıca düşük sıcaklıklarda kaplama yapılmasının enerji sarfiyatının daha düşük olmasını sağlamak gibi bir artısı vardır ve böylece kaplama maliyetinin daha düşük olmasını sağlar.

7.3.1. 50,0 mg/ml Konsantrasyonlu %17 Solvent/Non-solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar

50 mg/ml konsantrasyonlu ve %17 non-solvent oranına sahip çözeltide değişik sıcaklıklarda iki tip %100 PES ve farklı dokumaya sahip kumaşlar kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Kaplama işlemi 60/50/40 °C sıcaklıklarında yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş 50 ve 60 °C'de birer, ikişer ve üçer kez kaplanmıştır. Ayrıca 40 °C'de birer ve ikişer kez kaplanmıştır. Kaplamalar sonucunda her bir parametre değişikliğinde elde edilen temas açıları değişkenlik göstermiştir.

COC kopolimeri ile kaplama denemelerinin ardından süperhidrofobik bir kumaş elde edilememiştir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz bir değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

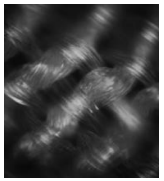
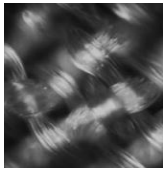
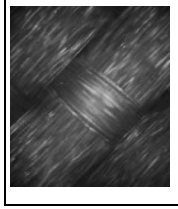
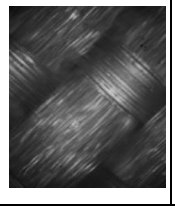
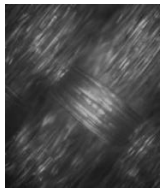
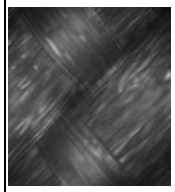
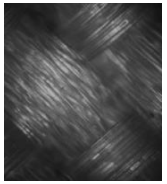
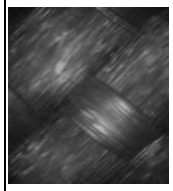
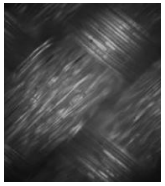
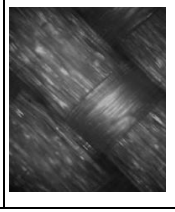
50 mg/ml konsantrasyonlu ve %17 non-solvent oranına sahip çözeltilerinde değişik sıcaklıklarda iki tip kumaş kaplanarak elde edilen sonuçlar Tablo 15'te raporlanmıştır. Elde edilen maksimum statik temas açısı 79 gr/m²'lik kumaş için 60 °C'de ve ikinci kaplamada 134°'dir. 149 gr/m²'lik kumaş için ise 60 °C'de ve ikinci kaplamada 123°'dir. Ayrıca çözeltinin soğutulması esnasında edinilen gözlemlere göre çözeltide herhangi bir bulutlanma sıcaklığı gözlenmemiştir. Bu durumda optimum sıcaklık 60 °C ve optimum kaplama sıcaklığının ise ikinci kaplama olduğu yorumu yapılabilmektedir.

Aynı kumaş üzerine yapılan kaplama sayısının temas açısına etkisinin incelenmesi adına 1/2/3 kez kaplamalar yapılmıştır. 60 °C'de sıcaklık ve konsantrasyon sabitken kaplanmış kumaş yüzeyinde ölçülen temas açıları kıyaslandığında ikinci kaplama ile kaplanan kumaşların temas açıları en yüksek değerlere sahiptir, bu sıcaklıkta aynı kumaş üzerine optimum kaplama sayısının iki olduğuna karar verilmiştir (Şekil 7.1).

Şekil 7.1: 50 mg/ml ve %17 non-solvent oranına sahip COC polimeri çözeltisi kaplama sayısı-temas açısı grafiği.

50 °C ilk ve üçüncü kaplamalar üzerinde ölçülen temas açıları aynıdır ve ikinci kaplama ile elde edilen temas açısından daha yüksektir. Tabloda da görüleceği gibi 79 gr/m²'lik kumaşta meydana gelen % m² ağırlık ve % kalınlıktaki artış 149 gr/m²'lik kumaştan daha yüksektir. 79 gr/m²'lik kumaşta %35,74-41,37 arasında değişiyorken 149 gr/m²'lik kumaşta ise %3,15-8,62 aralığında değişmektedir. Bu durum yine kumaş gözenek yapısı ile açıklanabilmektedir.

Tablo 7.15: 50 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan COC çözeltisi kaplamaları.

40 ◦C / 2. kez	40 ◦C / 1. kez	50 ◦C / 3. kez	50 ◦C / 2. kez	50 ◦C / 1. kez	60 ◦C / 3. kez	60 ◦C / 2. kez	60 ◦C / 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
D63	D62	D58	D57	D56	D61	D60	D59	Deneme No	
54,02	35,94	38,96	41,37	39,36	36,55	37,55	35,74	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
17,95	2,68	8,14	9,68	6,68	3,43	4,34	2,46	% m² ağırlık değişimi	
132	131	132	129	132	131	134	130	Temas Açısı°	
								200X Büyütme Oranı	
9,29	8,62	4,48	5,97	7,13	3,81	4,15	3,15	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
55,45	50,10	7,51	6,43	5,21	5,23	4,60	3,84	% m² ağırlık değişimi	
114	114	105	112	106	117	123	103	Temas Açısı°	
								200X Büyütme Oranı	

7.4. Kumaş Üzerine LDPE Polimeri ile Yapılan Kaplamalar

Ticari ismi LDPE-Petkim_G08-21T olan düşük yoğunluklu polietilen polimeri ve ksilen solventi kullanılarak 30 mg/ml konsantrasyonu bir çözelti hazırlanmıştır. Ardından Ortalama 79 ve 149 gr/m² ağırlıklı %100 PES iki farklı dokuma tipine sahip kumaşlar farklı sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır.

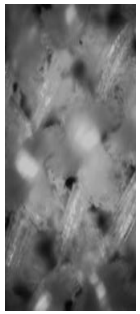
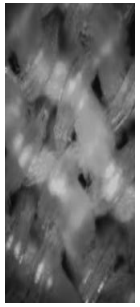
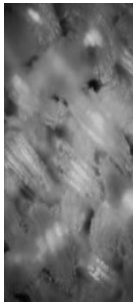
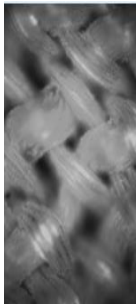
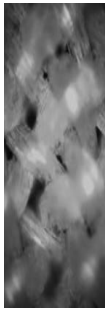
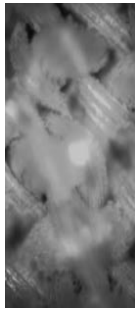
7.4.1. 30,0 mg/ml Konsantrasyonlu %100 Solvent Oranı ile Yapılan Kaplamalar

30 mg/ml konsantrasyonlu ve %100 solvent oranına sahip çözeltide değişik sıcaklıklarda 79 gr/m²'lik kumaş kaplanarak sonuçlar raporlanmıştır. Kaplama işlemi 120°C, 110°C, 100°C, 90°C, 80°C, 72 °C sıcaklıklarında yapılmıştır. Kaplama sayısının etkisinin incelenebilmesi adına her bir kumaş bütün sıcaklıklarda birer ve ikişer kez kaplanmıştır. Kaplamalar sonucunda her bir parametre değişikliğinde elde edilen temas açıları değişkenlik göstermiştir. Ayrıca genel olarak ikinci kaplama uygulanan kumaş yüzeyinde elde edilen temas açıları ilk kaplamalara oranla daha yüksektir.

Kaplanan kumaşların 200X yakınlaştırmalı mikroskop altı görselleri incelendiğinde görüleceği üzere ikinci kaplamalarda ilk kaplamalara oranla daha pürüzlü bir görüntünün olduğu görülmektedir.

79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 72 °C'de ikinci kaplamadır ve sonuç 143°'dir. Tablo 7.16'de görüleceği üzere kaplama işleminin uygulandığı düşük sıcaklıklarda ölçülen temas açısının yükseldiği saptanmıştır. Optimum kaplama sıcaklığının 72 °C'dir. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin sonucunda ikinci kaplamalarda elde edilen statik temas açılarının ilk kaplamalardan daha yüksek olduğu belirlenmiştir.

Tablo 7.16: 30 mg/ml ve %17 non-solvent ile hazırlanan PE çözeltisi kaplamaları.

72 ◦C 2. kez	80 ◦C 2. kez	80 ◦C 1. kez	90 ◦C 2. kez	90 ◦C 1. kez	100 ◦C 2. kez	100 ◦C 1. kez	110 ◦C 2. kez	110 ◦C 1. kez	120 ◦C 2. kez	120 ◦C 1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
143	141	138	133	134	134	131	136	134	138	134	Temas Açısı°	
											200X Büyütme Oranı	79 gr/m² PES KUMAŞ

7.5. İki Polimer Karışımı ile Yapılan Kaplamalar

Tez kapsamında kaplama malzemeleri olarak kullanılmış olan PP polimerinin, PP-PE kopolimeri veya siklo-olefin kopolimeri (COC) ile ağırlık olarak 1:1 bileşim oranı ile karıştırılması ile çözeltiler hazırlanmıştır. Oluşturulan çözeltiler 30 mg/ml konsantrasyonunda ve %17 non-solvent oranındadır. Hazırlanan bu çözeltiler yardımı ile 79 ve 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaşlar kaplanmıştır.

Daha önceki bölümlerde PP-PE polimerinin kullanıldığı denemelerde kaplama sıcaklığı 63 °C'ye kadar düşülebildi ve COC siklo-olefin kopolimeri ile 40 °C sıcaklığına kadar düşülebilmişti. Fakat bu bölümde 1:1 oranında PP polimeri ile karıştırılarak oluşturulan çözeltilerde ise kaplama yapılan sıcaklıkların minimum 100 ve 90 °C'de yapılması zorunda kalınmıştır. Bu sıcaklıkların altında kaplama yapılamamasının sebebi; çözelti içinde bulunan PP polimerinin 85 °C'nin altında bulutlanmaya başlamasıdır.

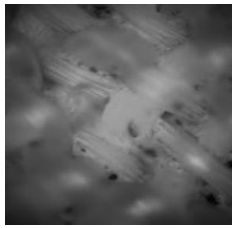
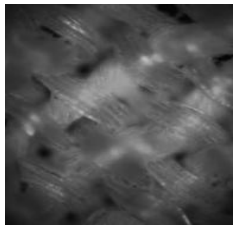
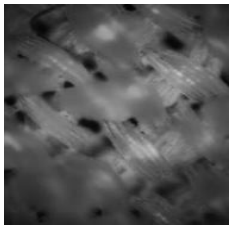
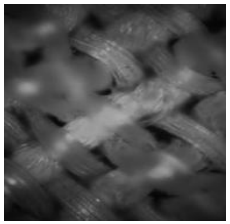
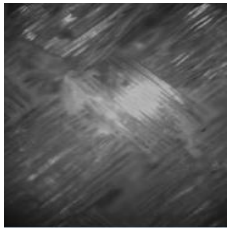
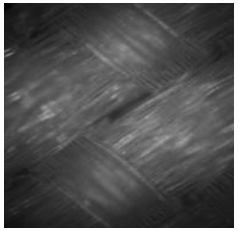
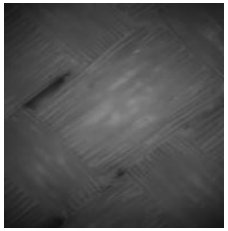
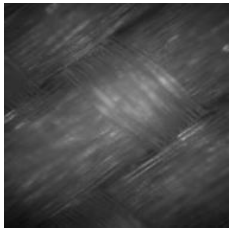
COC ve PP plastik malzeme çifti ile elde edilen kaplama ile süperhidrofobik bir kaplama elde edilememiştir. Fakat PP-PE ve PP çifti ile 79 gr/m² kumaşı için süperhidrofobik bir kaplama elde edilmiştir.

7.5.1. Kumaş Üzerine 1:1 Oranlı PE-PP Kopolimeri ve PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar

1:1 oranında PP-PE kopolimeri (Versify2300) ve PP (MH418 Petoplen) polimerlerinin solvent/non-solvent çifti içerisinde çözünmesi ile birlikte bir çözelti oluşturulmuştur. Ardından 79 ve 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaşlar 100/90 °C sıcaklıklarında kaplanmıştır. Çözeltideki non-solvent oranı %17'dir ve 1:1 oranında siklohekzanon ve metil etil keton çiftinden oluşmaktadır.

Optik mikroskop görselleri incelendiğinde kumaş yüzeyinde pürüzlü bir yapı oluştuğu görülmüştür. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. İncelemelerin ardından ölçülen temas açılarının ikinci kaplamalara geçişte bir yükseliş gösterdiği belirlenmiştir. Böylece birinci kaplamadan ikinci kaplamaya geçişte yani kaplama sayısının artması ile birlikte temas açısının arttığı belirlenmiştir.

Tablo 7.17: 30 mg/ml, %17 non-solvent ve 1:1 oranlı PP/PP-PE çözeltisi kaplamaları.

90 ◦C/2. kez	90 ◦C/1. kez	100 ◦C/2. kez	100 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
30,12	23,19	29,72	21,99	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
15,10	0,37	12,56	3,95	% m² ağırlık değişimi	
152	145	147	143	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	
8,08	6,63	5,60	4,85	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
5,89	4,40	8,97	7,67	% m² ağırlık değişimi	
147	132	148	131	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	

m² ağırlıktaki değişim oranları incelenirse 79 gr/m² ağırlıklı kumaş yüzeyine tutunan plastik oranının 149 gr/m² kumaşına oranla daha yüksek olduğu görülecektir. Bunun sebebinin 79 gr/m² ağırlıklı kumaşın daha gözenekli bir yapıya sahip olması olarak yorumlanmıştır. Kaplamalar esnasında 79 gr/m² ağırlıklı kumaş yüzeyine tutunan maksimum plastik oranı %15,10 iken 149 gr/m² ağırlıklı kumaşta ise bu oran %8,97'dir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz bir değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Tablo 7.17'de 79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ikinci kaplamadır ve sonuç 152°'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 100 °C'de ve ikinci kaplamayla elde edilen 148°'dir.79 gr/m² kumaşının daha yüksek temas açısına sahip olmasının sebebinin kumaşın gözenek yapılarının PP polimerinin kumaşa daha iyi tutunmasının sağlanmasına olanak sağlama olarak düşünülmektedir.

Tablo 7.17'de de görüleceği gibi 79 gr/m²'lik kumaşta meydana gelen % m² ağırlık ve % kalınlıktaki artış 149 gr/m²'lik kumaştan daha yüksektir. Örneğin ağırlık değişimi 79 gr/m²'lik kumaşta %0,37-15,10 arasında değişiyorken 149 gr/m²'lik kumaşta ise %4,40-8,97 aralığında değişmektedir. Bu durum yine kumaş gözenek yapısı ile açıklanabilmektedir.

7.5.2. Kumaş Üzerine 1:1 Oranlı Siklo Olefin Kopolimeri ve PP Polimeri ile Yapılan Kaplamalar

1:1 oranında siklo-olefin kopolimeri ve PP (MH418 Petoplen) polimerlerinin solvent/non-solvent çifti içerisinde çözünmesi ile birlikte bir çözelti oluşturulmuştur. Ardından 79 ve 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaşlar 100/90 °C sıcaklıklarında kaplanmıştır. Çözeltideki non-solvent oranı %17'dir ve 1:1 oranında siklohekzanon ve metil etil keton çiftinden oluşmaktadır.

COC ve PP plastik malzeme çifti ile elde edilen kaplama ile süperhidrofobik bir kaplama elde edilememiştir.

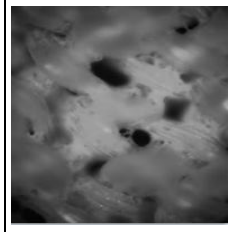
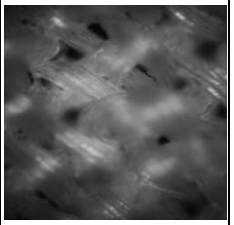
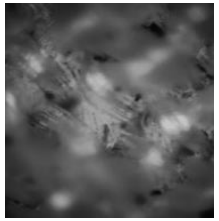
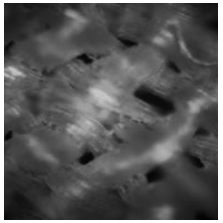
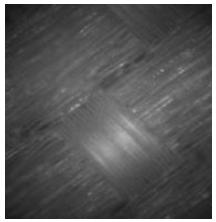
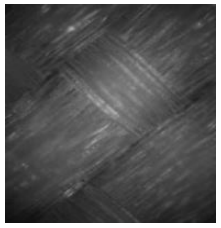
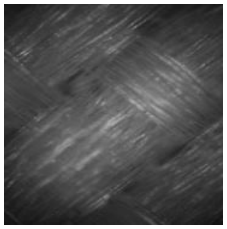
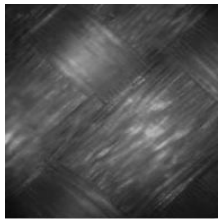
Optik mikroskop görselleri incelendiğinde kumaş yüzeyinde pürüzlü bir yapı oluştuğu görülmüştür. Aynı kumaş üzerine ardışık yapılan ardışık kaplamaların etkisinin incelenebilmesi adına bir kez ve iki kez kaplama uygulamaları da yapılmıştır. İncelemelerin ardından ölçülen temas açılarının ikinci kaplamalara geçişte bir yükseliş gösterdiği belirlenmiştir. Böylece birinci kaplamadan ikinci kaplamaya geçişte yani kaplama sayısının artması ile birlikte temas açısının arttığı belirlenmiştir.

Yapılan kaplamaların ardından ölçümler esnasında bazı kumaşların kaplama sonrasında m² ağırlık ve kalınlık % değişimlerinde düzensiz bir artış veya düşüş olduğu saptanmıştır. Kumaş m² ağırlıklarının ve kalınlıklarının kaplama sonrasında düzensiz bir değişkenlik göstermesinin sebebi çerçeve üzerine gerdirilen kumaşların her seferinde aynı gerdirme oranında tutturulamaması ve kumaş dokuma tipi kaynaklı olduğu düşünülmektedir.

Tablo 18'da görüleceği üzere 79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ikinci kaplamadır ve sonuç 143°'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ve ikinci kaplamayla elde edilen 135°'dir.79 gr/m² kumaşının daha yüksek temas açısına sahip olmasının sebebinin kumaşın gözenek yapılarının PP polimerinin kumaşa daha iyi tutunmasının sağlanmasına olanak sağlama olarak düşünülmektedir.

m² ağırlıktaki değişim oranları incelenirse 79 gr/m² ağırlıklı kumaş yüzeyine tutunan plastik oranının 149 gr/m² kumaşına oranla daha yüksek olduğu görülecektir. 79 gr/m² ağırlıklı kumaş yüzeyine tutunan maksimum plastik oranı %16,97 iken 149 gr/m² ağırlıklı kumaşta ise bu oran %6,29'dur. Bunun sebebinin 79 gr/m² ağırlıklı kumaşın daha gözenekli bir yapıya sahip olması olarak yorumlanmıştır.

Tablo 7.18: 30 mg/ml, %17 non-solvent ve 1:1 oranlı PP/COC çözeltisi kaplamaları.

90 ◦C / 2. kez	90 ◦C/1. kez	100 ◦C/2. kez	100 ◦C/1. kez	Kaplama Sıcaklığı ve Sayısı	
43,98	37,55	55,22	47,59	% Kalınlık Değişimi	79 gr/m² PES KUMAŞ
15,65	5,88	16,97	10,19	% m² ağırlık değişimi	
143	140	142	137	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	
6,80	4,64	6,47	6,97	% Kalınlık Değişimi	149 gr/m² PES KUMAŞ
4,39	2,39	6,29	1,27	% m² ağırlık değişimi	
135	125	118	112	Temas Açısı°	
				200X Büyütme Oranı	

7.6. Polimer tipinin Statik Temas Açısı üzerine ve Katlanma Esnasında Kumaş Yüzeyine Etkisi

Genel olarak bu çalışmada amaç süperhidrofobik kumaşların elde edilmesi ve temas açısının etkilendiği parametrelerin incelenmesidir. Bu sebeple PP, PP-PE, LDPE, COC plastikleri kullanılarak değişik parametrelere sahip çözeltiler hazırlanmıştır ve iki farklı dokumaya ve m² ağırlığına sahip %100 PES kumaşlar kaplanmıştır. Çalışmalar esnasında polimer tipinin kumaş yüzeyinde ölçülen temas açısını önemli derecede etkilediği sonucuna varılmıştır.

7. bölümde paylaşılan bilgilerden de yola çıkılacak olunursa herhangi başka bir plastik ile karıştırılmadan kaplama malzemesi olarak kullanılan PP polimeri, PP-PE kopolimeri, düşük yoğunluklu polietilen polimeri (LDPE) ve siklo-olefin kopolimeri (COC) ile 79 gr/m² ağırlıklı kumaşın üzerine yapılan kaplama yüzeylerinden ölçülen temas açıları karşılaştırılmıştır ve en yüksek temas açısının PP polimeri ile elde edildiği belirlenmiştir (7.1).

$$\theta_{PP}\,(152°)>\theta_{PP-PE}\,(151°)>\theta_{LDPE}\,(143°)>\theta_{COC}\,(134°) \tag{7.1}$$

Aynı şekilde herhangi başka bir plastik ile karıştırılmadan kaplama malzemesi olarak kullanılan PP polimeri, PP-PE kopolimeri, düşük yoğunluklu polietilen polimeri (LDPE) ve siklo-olefin kopolimeri (COC) ile 149 gr/m² ağırlıklı kumaşın üzerine yapılan kaplama yüzeylerinden ölçülen temas açıları karşılaştırılmıştır ve en yüksek temas açısının PP-PE kopolimeri ile elde edildiği belirlenmiştir (7.2).

$$\theta_{PP-PE}\,(150°)>\theta_{PP}\,(145°)>\theta_{COC}\,(123°) \tag{7.2}$$

PP-PE kopolimerinin çözündüğü solvent/nonsolvent çözeltileri ile iki tip kumaş kaplanmıştır ve sonuç olarak süperhidrofobik olan kumaşlar elde edilmiştir. Değişik konsantrasyon, solvent/non-solvent oranlarında ve kaplama sıcaklıklarında optimum koşullar saptanmaya çalışılmıştır. Yapılan kaplama denemelerinin ardından optimum kaplama sıcaklığının 63 °C olduğu ve %17 non-solvent oranı ile hazırlanmış olan 30 mg/ml konsantrasyonlu çözelti olduğuna karar verilmiştir. Bu çözelti ile kaplanan 79 gr/m²'lik kumaş için elde edilen maksimum statik temas açısı 151°'dir ve 149 gr/m²'lik kumaşta ise maksimum statik temas açısı 150°'dir.

PP (MH418 Petoplen) polimerinin çözündüğü 30 mg/ml konsantrasyonuna ve %17 solvent/nonsolvent oranına sahip çözeltileri ile iki tip kumaş kaplanmıştır ve sonuç olarak bu plastik ile de süperhidrofobik olan kumaşlar elde edilmiştir. 79 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'deki ikinci kaplama esnasında elde edilmiştir ve ölçülen temas açısı 152°± 2'dir. 149 gr/m² kumaşı için elde edilen en yüksek temas açısı 90 °C'de ve ikinci kaplamayla elde edilen 145°± 2'dir. 79 gr/m² kumaşının daha yüksek temas açısına sahip olmasının sebebinin kumaşın gözenek yapılarının PP polimerinin kumaşa daha iyi tutunmasının sağlanmasına olanak sağlama olarak düşünülmektedir.

50 mg/ml konsantrasyonlu ve %17 non-solvent oranına sahip bir çözelti hazırlanarak her iki tip kumaş kaplanmıştır. Elde edilen maksimum statik temas açısı 79 gr/m²'lik kumaş için 60 °C'de ve ikinci kaplamada 134°'dir. 149 gr/m²'lik kumaş için ise 60 °C'de ve ikinci kaplamada 123°'dir. Ayrıca çözeltinin soğutulması esnasında edinilen gözlemlere göre çözeltide herhangi bir bulutlanma sıcaklığı gözlenmemiştir.

Kaplamalar esnasında kullanılan düşük yoğunluklu polietilenin (LDPE) çözelti konsantrasyonu 30 mg/ml'dir ve %100 solvent oranı ile hazırlanmıştır. Bu çözelti ile yalnızda 79 gr/m² kumaş kaplanmıştır ve elde edilen en yüksek temas açısı 72 °C'de ikinci kaplamadır ve sonuç 143°'dir.

Tablo 7.19'da görüleceği üzere PP çözeltisi ile kaplanan 149 gr/m²'lik kumaşın temas açısı PP-PE çözeltisinden daha düşüktür. PP/PP-PE polimer çiftinin bir araya gelmesinin ardından oluşturulan çözelti kaplamalarının temas açısı PP çözeltisine oranla daha yüksek fakat PP-PE çözeltisinden daha düşüktür. Yani 149 gr/m²'lik kumaşın temas açısı PP çözeltisi ile PP-PE çözeltisi arasında bir değerdir. 1:1 oranı ile hazırlanan çözeltinin PP çözeltisine oranla 149 gr/m² ağırlıklı kumaş üzerine olumlu etkisi vardır fakat 79 gr/m² ağırlıklı kumaşının temas açısının artışı üzerine herhangi bir etkisi yoktur. Bu durumda çözelti içerisinde bulunan PP-PE kopolimeri varlığının 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaş temas açısı üzerine olumlu etkisi olduğu sonucuna varılmıştır.

Tablo 7.19: 30 mg/ml PP, PP-PE ve 1:1 oranıyla hazırlanan PP/PP-PE kaplamaları (Bütün çözeltiler 30 mg/ml ve %17 non-solvent oranlıdır.).

Kaplanan Kumaş tipi	PP-PE Polimeri	PP polimeri	1:1 oranlı PP / PP-PE
79 gr/m²'lik kumaş	151°	152°	152°
149 gr/m²'lik kumaş	150°	145°	148°

Tablo 7.20'de görüleceği üzere PP çözeltisi ile kaplanan 79 ve 149 gr/m²'lik kumaşın temas açısı COC çözeltisinden daha yüksektir. COC/PP polimer çiftinin bir araya gelmesinin ardından oluşturulan çözelti kaplamalarının temas açısı COC çözeltisine oranla daha yüksek fakat PP çözeltisinden daha düşüktür. Yani kumaşların temas açısı PP çözeltisi ile COC çözeltisi arasında bir değerdir. 1:1 oranı ile hazırlanan PP/COC çözeltinin COC çözeltisine oranla 149 gr/m² ve 79 gr/m² ağırlıklı kumaşları üzerine olumlu etkisi vardır. Bu durumda çözelti içerisinde bulunan PP polimeri varlığının 79 ve 149 gr/m² ağırlığına sahip kumaşların temas açısı üzerine olumlu etkisi olduğu sonucuna varılmıştır.

Tablo 7.20: 30 mg/ml PP, PP-PE ve 1:1 oranı ile hazırlanan PP/COC kaplamaları (Bütün çözeltiler 30 mg/ml ve %17 non-solvent oranlıdır.).

Kaplanan Kumaş tipi	COC kopolimeri	PP polimeri	1:1 oranlı PP / COC
79 gr/m²'lik kumaş	134°	152°	143°
149 gr/m²'lik kumaş	123°	145°	135°

Kaplanan kumaşlar incelendiğinde bütün kumaş yüzeylerinde kat izi ve deformasyon olduğu görülmüştür. Kumaş yüzeyinde oluşan katlanma çizgisine en büyük etki PP polimeri ile ve en az etki ise PP-PE kopolimeri ile oluşmuştur.

8. GENEL SONUÇLAR

Genel olarak bu çalışmada amaç süperhidrofobik kumaşların elde edilmesi ve temas açısının etkilendiği parametrelerin incelenmesidir. Bu sebeple PP, PP-PE, LDPE, COC polimer çözeltileri kullanılarak, iki farklı dokuma özelliğine sahip %100 PES kumaş kaplanmıştır. Çalışmada solvent olarak teknik ksilen kullanılmış, sonra bunlara uygun miktarlarda çözücü olmayan metil etil keton ve siklohekzanon non-solventleri 1:1 oranında eklenmiş ve bulutlanma başlamadan önceki şeffaf çözelti içinde kaplamalar yapılmıştır. Kaplama esnasında farklı sıcaklıklar (polimer tipine bağlı olarak 40-120 °C arasında) ve (10:90, 17:83, 20:80, 25:75, 30:70 ve 40:60) solvent/non-solvent oranları, 79 gr/m² ve 149 gr/m² ağırlık tipinde 2 farklı kumaş kullanılmıştır. Ayrıca (PP/PP-PE) ve (PP-COC) polimer karışımlarının beraber kullanımlarının da su temas açısı üzerine etkisi incelenmiştir. Her bir polimer kaplama malzemesi için farklı optimum kaplama sıcaklığının mevcut olduğu saptanmıştır. Çalışmalar esnasında kullanılan polimer tipinin kumaş yüzeyinde ölçülen temas açısını önemli derecede etkilediği sonucuna varılmıştır. Literatürde katkısız PP plastiğinin düz plaka halindeki temas açısının 104° ± 2 ve LDPE'nin ise 101° ± 3 olduğu rapor edilmiştir. Bu tez çalışmasında PET kumaşı kaplandıktan sonra PP için 152° ve LDPE için ise 143°'lik temas açıları elde edilmiştir. Ayrıca COC kaplı yüzeyde 134° ve PP-PE kopolimeri için ise maksimum 151°'lik temas açısı elde edilmiştir.

Çalışma kapsamında 15, 30, 45 mg/ml konsantrasyonlarında polimer çözeltileri hazırlanmıştır ve süperhidrofobik kaplama elde etmek için optimum kaplama konsantrasyonun 30 mg/ml olduğu saptanmıştır. Polimer çözeltileri şeffaf iken en yüksek temas açılarının elde edildiği sıcaklıklar "optimum kaplama sıcaklığı" olarak belirlenmiştir, bunlar PP-PE kopolimeri için 63°C; PP polimeri için 90 °C; siklo-olefin kopolimeri için 60 °C ve PE polimeri için 72 °C'dir. Ayrıca 1:1 oranlı PP-PE/PP çözeltisi ve COC/PP çözeltileri için ise 90 °C'dir.

Süperhidrofobik kumaş elde edilmesini sağlayan 30 mg/ml polimer çözelti konsantrasyonu için 10:90, 17:83, 25:75, 40:60 non-solvent/solvent oranlarına sahip çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltiler içerisinde en yüksek temas açısının elde edilmesini sağlayan non-solvent oranının %17 olduğu saptanmıştır. Kumaşlar önce bir çerçeve ile gerdirilmiş sonra da sabit bir hızda polimer çözeltisine daldırılıp, çıkarılıp

kurutulmuştur. Sonuç olarak en yüksek temas açısı 79 gr/m²'lik kumaş için 152° ± 2 olarak PP polimeri ve 1:1 oranlı PP/PP-PE bileşimi ile elde edilmiştir. 149 gr/m²'lik kumaşı için elde edilen maksimum temas açısı PP-PE kopolimeri ile 150° olarak elde edilmiştir. İncelenen mikroskop altı görüntülerden de görüldüğü üzere 79 gr/m²'lik kumaş dokumasının diğer sık örgülü kumaşa oranla daha gözenekli bir yapıya sahip olması kumaşın daha yüksek oranda plastik emilimine ve daha yüksek temas açısına sebep olmuştur.

KAYNAKLAR

Ahmad I., Kan C., (2016), ‘‘A Review on development and applications of bio-inspired superhydrophobic textiles’’. Materials, 9(11), 892.

Aygül E., (2019), ‘‘Yeni Nesil Süperhidrofobik Kaplamaların Hazırlanması ve Yağ/Su Ayırma İşlemlerindeki Kullanımları’’, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi.

Bağçeci B., (2010), ‘‘Nano partikül yüzey kaplama’’, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi.

Cao C., Ge M., Huang J., Li S., Deng S., Zhang S., (2016), ‘‘Robust fluorine-free superhydrophobic PDMS–ormosil@fabrics for highly effective self-cleaning and efficient oil–water separation’’, Journal of Materials Chemistry, 4, 12179-12187.

Carneiro C., Vieira R., Mendes A. M, (2012), ‘‘Nanocomposite acrylic paint with self-cleaning action’’, Journal of Coatings Technology and Research, 9, 687–693.

Çimenoğlu H., Özler F. B., (2007), Titanyum ve Alaşımlarının Sol-Jel Daldırma Yöntemiyle Yüzey Modifikasyonu’’, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi.

Coşkun E., (2007), ‘‘Akıllı Tekstiller ve Genel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi.

Das S., Kumar S., Samal S. K., Mohanty S., (2018), ‘’A Review on Superhydrophobic Polymer Nanocoatings: Recent Development and Applications’’, *Ind. Eng. Chem. Res.*,57(8), 2727-2745.

Direk Taşbaş S., (2014), ‘‘Polyester dokumanın çok amaçlı nanokompozit süperhidrofobik yüzey ile kaplanması ve ıslanmazlık özelliklerinin incelenmesi’’, Yüksek lisans tezi, Gazi Üniversitesi.

Doğancı M. D., (2014), “Damla Buharlaşması ile Yüzeye Kontrollü Nano ve Mikro Malzeme Kaplama ve Uygulamaları”, Doktora Tezi, Gebze Teknik Üniversitesi.

Duru Baykal P., (2010), ‘‘Polyester/ Viskon/ Elastan içerikli kumaşlarda atkıda kullanılan viskon filamentinin kumaş performans özelliklerine etkilerinin araştırılması’’, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniversitesi.

Erayman Y., Korkmaz Y., (2017) Süperhidrofob Tekstil Yüzeylerin Florsuz Bileşikler Kullanılarak Sol-Jel Yöntemi ile Modifikasyonu, Tekstil Mühendisleri Odası, 24, 105 41-52.

Erbil H.Y., Demirel L., Avcı Y., Mert O., (2003), Transformation of a Simple Plastic into a Superhydrophobic Surface, *Science*, Vol. 299, Issue 5611, pp. 1377-1380.

Erbil H. Y., (2006), “Surface chemistry of solid and liquid interfaces”, 1st Edition, Blackwell.

Erbil H. Y., (2014), “The debate on the dependence of apparent contact angles on drop contact area or three-phase contact line: A review”, Surface Science Reports, 69, 325–365.

Franco J. A., Kentish S. E., Perera J. M., Stevens G. W., (2008), Fabrication of a superhydrophobic polypropylene membrane by deposition of a porous crystalline polypropylene coating’’, J. Member. Sci, 318(1), 107-113.

Gönül N., (2000), “Çok Fazlı Sistemler (I) Yüzey kimyası ve Kolloidler”, Yayın No: 81, Ankara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Yayınları.

González V., (2004), ‘‘Effect of the crystallization rate in the roughness of polypropylene films’’, Society of Plastic Engineers. In: 58th Annual Technical Conference, Paper no.3, pp. 3594-3595.

Han M. S., Park Y. and Park C. H., (2016), ‘‘Development of superhydrophobic polyester fabrics using alkaline hydrolysis and coating with fluorinated polymers’’, Fibers Polymer, 17(2), 241-247.

Hu H., Liu G., Wang V., (2016), ‘‘Clear and Durable Epoxy Coatings that Exhibit Dynamic Omniphobicity’’, Advanced Materials Interfaces,3(14), 1600001.

Huang J. Y., Li S. H., Ge M. Z., Wang L. N., Xing T. L., (2015), ‘‘Robust superhydrophobic TiO 2@ fabrics for UV shielding, self-cleaning and oil–water separation’’, Journal of Materials, (3), 2825-2832.

Jeevahan, J., Chandrasekaran M., Britto Joseph G., Durairaj R. B., Mageshwaran G., (2018), ‘‘Superhydrophobic surfaces: a review on fundamentals, applications and challenges’’, Journal of Coatings Technology and Research, 15(2), 231–250.

Ji H, Chen G., Hu J, Yang X., Min C., Zhao Y., (2013), ‘‘Fabrication of a stable superhydrophobic polypropylene surface by utilizing acetone as a nonsolvent’’, J. Dispersion Sci. Technol; 34(1), 134-139.

Jin S., Park Y., Park C. H., (2016), ‘‘Preparation of breathable and superhydrophobic polyurethane electrospun webs with silica nanoparticles’’, Text. Res. J, 86(17), 1816-1827.

Joung Y. S., Buie C. R., (2015), ‘‘Antiwetting fabric produced by a combination of layer-by-layer assembly and electrophoretic deposition of hydrophobic nanoparticles’’, ACS applied materials & interfaces, 7, 36, 20100-20110.

Junchen L., Ling L., Xuewu W., Bei H., Zheng L., Xin G., Liwei S., Long-Cheng L., Huaiguo T., Gao X. J., (2019), ‘‘Mechanically durable, highly conductive, and anticorrosive composite fabrics with excellent self-cleaning performance for high-efficiency electromagnetic interference shielding’’, ACS Applied Materials & Interfaces, 10883-10894.

Kim H. S. and Park C. H., (2016), ‘‘Effect of biaxial tensile extension on superhydrophobicity of rayon knitted fabrics’’, RSC Adv, 6(53), 48155-48164.

Kim J., Kim H. S. and Park C. H. (2016), ‘‘Contribution of surface energy and roughness to the wettability of polyamide 6 and polypropylene film in the plasma-induced process’’, Text. Res. J, 86(5), 461-471.

Kim Robert O., Ebewele, (2000), Polymer Science and Technology’’, 1st Edition CRC Press.

Kwon S. O., Park C.H. and Kim J., (2015), ‘‘Breathable, Antistatic and Superhydrophobic PET/Lyocell Fabric’’, J. Eng. Fibers Fabr, 10(3), 46-56.

Lai Y., Tang Y., Gong J., Gong D., Chi L., Lin C.,(2012), ‘‘Transparent superhydrophobic/superhydrophilic TiO2-based coatings for self-cleaning and anti-fogging’’, Journal of Materials , 22, 7420.

Li S., Huang J., Ge M., Cao C., Deng S., (2015) ‘‘Robust Flower-Like TiO2 @Cotton Fabrics with Special Wettability for Effective Self-Cleaning and Versatile Oil/Water Separation’’, Advanced Materials, Volume2, Issue14, 1500220.

Li S., Huang J., Chen Z., Chen G., Lai Y.,(2017), ‘‘A review on special wettability textiles: theoretical models, fabrication technologies and multifunctional applications’’, Journal of Materials Chemistry, 5, 31-55.

Liu H., Gao S. W., Cai J. S., He C. L., Mao J. J., Zhu T. X, Chen Z., (2016), ‘‘Recent Progress in Fabrication and Applications of Superhydrophobic Coating on Cellulose-Based Substrates’’, Materials, 9(3), 124.

Lu X., Zhang C., Han Y., (2004), ‘‘Low Density polyethylene superhydrophobic surface by control of its crystallization behavior’’, Macromol. Rapid Commun, 25(18), 1606-1610.

Ma M., Hill R. M., (2006) “Superhydrophobic surfaces”, Colloid Interface Science, (11), 193-202.

Mihiri Ekanayake U. G., Rathuwadu N., M. M. M. G. P. G. Mantilaka, R. M. G. Rajapaksebd (2018), ‘‘Fabrication of ZnO nanoarchitectured fluorine-free robust superhydrophobic and UV shielding polyester fabrics for umbrella canopies’’, RSC Advances, 8, 31406.

Nguyen-Tri P., Altiparmak F., Nguyen N., Tuduri L., (2019), ‘‘Robust Superhydrophobic Cotton Fibers Prepared by Simple Dip-Coating Approach Using Chemical and Plasma-Etching Pretreatments’’, ACS Omega, 4, 7829−7837.

Nguyen-Tri P., Tran H. N., Plamondon C. O, Dai-Viet N., Sonil Nanda S., Mishra A., Chao H. P., Bajpai A. K., (2019), ‘‘Recent progress in the preparation, properties and applications of superhydrophobic nano based coatings and surfaces : A review progress in organic Coatings’’, Volume 132, July, Pages 235-256.

Özgür H., Gemici Z., Bayındır M., (2007), "Akıllı Nanoyüzeyler", Bilim ve Teknik, 52-56.

Pad H., Nayak R., Shore R., (2015), ''Garment Manufacturing Technology'', Woodhead, Edition 1.

Park J. N., Shin Y. S. and Lee W. G., (2014), ''Formation of Polypropylene Thin Films with Superhydrophobic Surface'', Applied Chemistry for Engineering, 25(6), 598-601.

Park S., Kim J. and Park C. H., (2016), ''Analysis of the wetting state of super-repellent fabrics with liquids of varying surface tension'', RSC Adv, 6(51), 45884-45893.

Park S., Kim J. and Park C. H., (2017), ''Influence of micro and nano-scale roughness on hydrophobicity of a plasma treated woven fabric'', Text. Res. J, 87(2), 193-207.

Park S., Kim J., Park C. H., (2015), ''Superhydrophobic Textiles: Review of Theoretical Definitions, Fabrication and Functional Evaluation'', J. Eng. Fibers Fabr, 10(4), 1-18.

Park Y., Park C. H. and Kim J., (2014) ''A quantitative analysis on the surface roughness and the level of hydrophobicity for superhydrophobic ZnO nanorods grown textiles'', Text. Res. J, 84(16), 1776-1788.

R. Rioboo R., Voué M., Vaillant A., Seveno D., Conti J., Bondar A. I., Ivanov D. A., De Coninck, J., (2008), ''Superhydrophobic surfaces from various polypropylenes'', Langmuir, 24(17), 9508-9514.

Sethi S. K., Manik G., (2018), ''Recent Progress in Super Hydrophobic/Hydrophilic Self-Cleaning Surfaces for Various Industrial Applications: A Review'', Polymer-Plastics Technology and Engineering, Volume 57, 1932-1952.

Shim M. H., Kim J. and Park C. H., (2014), ''The effects of surface energy and roughness on the hydrophobicity of woven fabrics'', Text. Res. J, 84(12): 1268-1278.

Singh A. K., Singh J. K., (2019), ''An efficient use of waste PE for hydrophobic surface coating and its application on cotton fibers for oil-water separator'', Progress in Organic Coatings,Volume 131, 301-310.

Taga Y., (1997), ''Recent progress in coating technology for surface modification of automotive glass, Journal of Non-Crystalline Solids'', Volume 218 , 335-341.

Üçgül İ., Gürsözlü A., (2017), ''Tekstil Mamullerine Sol-Jel Yöntemiyle Elektriksel Özellik Kazandırılması'', Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi.

Wang B., Liang W., Guo Z. ve Liu W., (2015). ''Biomimetic super-lyophobic and superlyophilic materials applied for oil/water separation: a new strategy beyond nature'', Royal Socıety of Chemistry, 44(1), 336-361.

Wang H., Zhou H., Gestos A., Fang J., Lin T., (2013), ‘‘Robust, Superamphiphobic Fabric with Multiple Self-Healing Ability against Both Physical and Chemical Damages’’, ACS Applied Materials & Interfaces, 5(20), p10221-10226, 6p.

Wang H., Zhou H., Gestos A., Fang J., Niu H., Ding J., Lin T., (2012), ‘‘Robust, electro-conductive, self-healing superamphiphobic fabric prepared by one-step vapour-phase polymerisation of poly(3,4-ethylenedioxythiophene) in the presence of fluorinated’’, Soft Matter, 9, 277-282.

Web 1, (2020), http://www.tekstildershanesi.com.tr/bilgi-deposu/yikanmasi-gerekmeyen-kumaslar.html, (15.01.2020).

Xiong D., Liu G., (2012), ‘‘Diblock-Copolymer-Coated Water- and Oil-Repellent Cotton Fabrics’’, Langmuir, 28 (17), 6911-6918.

Xu B., Ding Y., Qu S., Cai Z., (2015), ‘‘Superamphiphobic cotton fabrics with enhanced stability’’, Applied Surface Science 356, 951–957.

Xu Q., Shen L., Duan P., Zhang L., Fu F., Liu X., (2020), ‘‘Superhydrophobic cotton fabric with excellent healability fabricated by the “grafting to” method using a diblock copolymer mist’’, Chemical Engineering Journal, Volume 379, 122401.

Xue C.H., Fan Q. Q., Guo X. J., An Q. F., Jia S. T., (2019), ‘‘Fabrication of superhydrophobic cotton fabrics by grafting of POSS-based polymers on fibers’’, Applied Surface Science Volume 465, Pages 241-248.

Yeom C., Kim Y., (2016), ‘‘Purification of oily seawater/wastewater using superhydrophobic nano-silica coated mesh and sponge’’, J. Ind. Eng. Chem., (40), 47.

Young T., (1805), “An essay on the cohesion of fluids”, Philosophical Transactions of the Royal Society of London, 95, 65-87.

Kim J. Y., Yun C., Park C. H., (2019), ‘‘Development of non-fluorine superhydrophobic textiles using polypropylene resins’’, Textile Research Journal, Vol 89, Issue 19-20.

Zeng J., Wang B., Zhang Y., Zhu H., Guo Z., (2014), ‘’Strong Amphiphobic Porous Films with Oily-self-cleaning Property beyond Nature’’Chem. Lett. 2014, 43, 1566–1568.

Zhang M., Zang D., Shi J., Gao Z., Wang V., Li J., (2015), ‘‘Superhydrophobic cotton textile with robust composite film and flame retardancy’’, Rsc Advances, **5**, 67780-67786.

Zhu T., Cai C., Duan C., Zhai S., Liang S., Jin Y., Nhao N., Xu J., (2015), ‘‘Robust polypropylene fabrics super-repelling various liquids: a simple, rapid and scalable fabrication method by solvent swelling’’, ACS Appl. Mater. Interfaces, 7(25), 13996-14003.

Zimmermann J., Seeger S. and Reifler F.A., (2009), ‘‘Water shedding angle: a new technique to evaluate the water repellent properties of superhydrophobic surfaces’’. Text. Res. J, 79(17), 1565-1570.

ÖZGEÇMİŞ

Bahar ŞENGÜL, 1987 yılında Kocaeli'nin Gebze ilçesinde doğdu. 2006 yılında Hitit Üniversitesi'nde Kimya Mühendisliği Bölümü'ne başlayıp 2010 yılında lisans eğitimini tamamladı. 2011 yılında Gebze Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği bölümünde Prof. Dr. H. Yıldırım ERBİL danışmanlığında yüksek lisans eğitimine başlamıştır.

2011 yılından itibaren 10 ay boyunca Onur Kimya boya üretim tesisinde Üretim Mühendisi olarak çalıştıktan sonra Pimsa Adler Otomotiv A.Ş firmasında Kalite Mühendisi olarak çalışmaya başlamıştır. Beş yıllık Kalite Mühendisliği tecrübesinin ardından çalışma hayatına Arge departmanında Ar-Ge Şefi olarak devam etmektedir.