T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

DOĞAL VE SENTETİK TEKSTİL MALZEMELERİNE KİMYASAL YÖNTEMLER İLE ALEV, ISI VE YANMA DİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN KAZANDIRILMASI VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Proje No: FBA-09-955

NORMAL ARAŞTIRMA PROJESİ

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr Ismail Karacan
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

Araştırmacılar:
OKUTMAN HÜSEYİN BENLİ (Personel)
ARŞ.GÖR. GÜLHAN ERDOĞAN (Personel)
ÖĞRENCİ ONUR TEKOĞLU (Kurum Dışı Tez Öğrencisi)

Temmuz 2011

KAYSERİ

T.C.
ERCİYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

DOĞAL VE SENTETİK TEKSTİL MALZEMELERİNE KİMYASAL YÖNTEMLER İLE ALEV, ISI VE YANMA DİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN KAZANDIRILMASI VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Proje No: FBA-09-955

NORMAL ARAŞTIRMA PROJESİ

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:
Doç. Dr Ismail Karacan
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

Araştırmacılar:
OKUTMAN HÜSEYİN BENLİ (Personel)
ARŞ.GÖR. GÜLHAN ERDOĞAN (Personel)
ÖĞRENCİ ONUR TEKOĞLU (Kurum Dışı Tez Öğrencisi)

Temmuz 2011

KAYSERİ

ÖNSÖZ

Türkiye'nin kalkınmasında, uluslararası rekabet gücünün ve refah seviyesinin artmasında Tekstil sektörü aktif rol oynamıştır. Tekstil sektörü yeni açılımlar içerisindedir ve bu yeni açılımlara araştırma ve geliştirme faaliyetleri ile destek verilmelidir. Bu çalışma kapsamında doğal ve sentetik tekstil malzemelerinin kimyasal yöntemler ile alev, ısı ve yanma direnç özelliklerinin kazandırılması ve yapısal özelliklerinin incelenmesi detaylı olarak incelenmiştir.

Bu projenin çeşitli aşamalarında destek veren:

- Erciyes Üniversitesi TEKMER görevlileri sayın İhsan Akşit, Fatma Kılıç ve Altınay Boyraz'a teşekkür ederim.

Proje ekibinde yer alan Okutman Hüseyin Benli'ye, araştırma görevlisi Gülhan Erdoğan'a ve doktora öğrencisi Onur Tekoğluna katkılarından dolayı çok teşekkür ederim.

Doç. Dr. İsmail Karacan

Kayseri, 2011

DOĞAL VE SENTETİK TEKSTİL MALZEMELERİNE KİMYASAL YÖNTEMLER İLE ALEV, ISI VE YANMA DİRENÇ ÖZELLİKLERİNİN KAZANDIRILMASI VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

ÖZET

Poliamit 6 liflerine alev, ısı ve yanma direnci özellikleri kimyasal ön işlemler ile kazandırılmıştır. Metal halojen bileşiklerinin kullanımı poliamit 6 liflerinde başarılı sonuçlar vermiştir. Özellikle bakır-II-klorür farklı konsantrasyonlarda kullanılarak etkileri incelenmiştir. Bu denemeler sonunda %3.5 bakır-II-klorür çözeltisi 95ºC sıcaklıkta ve 2 saat süre ile poliamit 6 liflerine uygulanmıştır. Yaş işlemler ısıl fiske işlemi, yıkama ve kurutma işlemleri ile sonlandırılmıştır. Isıl fiske sıcaklığı poliamit liflerinin erime sıcaklığı dikkate alınarak 180ºC olarak tespit edilmiştir. Çalışmalar sonucu elde edilen numunelerin karakterizasyonunda optik mikroskop, diferansiyel taramalı kalorimetre, termogravimetrik analizör, X-ışını difraktometresi, IR-spektrometresi kullanılmıştır. Optik mikroskop verileri numunelerin ısıl fiske süresinin artması ile lif çapında azalma olduğunu göstermiştir. DSC verilerinden ise erime entalpi değerlerinin ısıl fiske süresinin artması ile beraber minimum değerleri ulaştığı görülmüştür. X-ışını difraktogramlarından ise ısıl fiske süresinin artması ile numunelerin kristal yapılarının yavaş yavaş kaybettiğini ve amorf yapıya dönüştüğü anlaşılmıştır. TGA termogramları karbon veriminin %33.6 değerine ulaştığını göstermiştir. IR-spektrumlarıda kimyasal değişimleri teyid etmiştir.

Anahtar kelimeler: Poliamit 6, ısıl kararlılık, termal analiz, X-ışını difraksiyon analizi, IR-spektrometre analizi

IMPARTATION OF FLAME, HEAT AND BURNING RESISTANCE CHARACTERISTICS TO NATURAL AND SYNTHETIC TEXTILE MATERIALS AND INVESTIGATION OF THEIR STRUCTURAL PROPERTIES

ABSTRACT

Flame, heat and burning resistance characteristics were imparted to polyamide fibers through the use of chemical pretretment. The use of metal halide compounds on polyamide 6 fibers gave successful results. Especially, the effect of different concentrations of copper-II-chloride was investigated. After various experiments, copper-II-chloride solution with 3.5% concentration at a temperature of 95ºC and a treatment time of 2 h was applied to polyamide 6 fibers. Chemical wet treatment was followed by a thermal fixation, rinsing and drying. Thermal fixation temperature was decided at 180ºC after considering the melting temperature of polyamide 6. Structural characterization of samples obtained was carried out using a combination of optical microscopy, differential scanning calorimetry, thermogravimetric analysis, X-ray diffraction measurements. Optical microscopy measurements showed gradual decrease in fiber diameter with increasing thermal stabilization time. DSC measurements showed continous reduction in melting enthalpy indicating loss of crystallinity. X-ray diffraction traces also showed the loss of crystallinity confirming the results obtained by DSC. TGA thermograms showed incresed thermal stabilization and a carbon content of 33.6%. IR-spectrograms showed a distint changes in chemical structure confirming the structural transformation as showed by the DSC and X-ray diffraction measurements.

Keywords: polyamide, thermal stabilization, termal analysis, X-ray diffraction analysis, IR-spectoscopy analysis

İÇİNDEKİLER	Sayfa numarası
Önsöz	4
Özet	5
Yabancı dilde özet	6
Tablolar listesi	8
Şekiller listesi	10
Giriş	15
Koruyucu tekstiller	20
Tekstillerin yanma mekanizması	28
Poliamid liflerinin tarihçesi	55
Poliamid liflerinin tanımı ve önemi	59
Nylon 6'nın üretilmesi	62
Nylon 6 liflerinin özellikleri	71
Deneysel çalışmalarda kullanılan cihazlar	77
DSC	77
X-ışını difraktometresi	78
TGA (Termogravimetrik Analizör)	81
FR-IR spektrometre	84
Bulgular	88
Sonuçlar	162
Kaynaklar	164
Özgeçmiş	166

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1. 2000-2006 Yılları arasında meydana gelen yangınların (orman yangınları hariç) çıkış sebepleri

Tablo 1.2. Son kullanım alanlarına göre teknik tekstillerin sınıflandırılması

Tablo 1.3. Dünyadaki teknik tekstil tüketim miktarları (1000 ton)

Tablo 1.4. 1996. da Batı Avrupa. da üretilen koruyucu giysi kumaşları miktarı (milyon m^2)

Tablo 1.5. Alev ve ısı karşısında korunma gerektiren tehlikeli iş alanları

Tablo 1.6. Bazı liflerin termal özellikleri

Tablo 1.7. Bazı liflerin yanma özellikleri

Tablo 1.8. Tekstil liflerinin yanma karakteristiklerinin özeti

Tablo 1.9. Bir tekstil ürünün yanması esnasındaki enerji dağılımı

Tablo 1.10. Güç tutuşurluk terbiyesi görmüş ve görmemiş pamuk liflerinin piroliz ürünlerinin miktarları (piroliz sıcaklığı 450 °C, He-atmosferinde).

Tablo 1.11. Lifin Kimyasal Yapısının LOI Üzerindeki Etkisi.

Tablo 1.12. Kumaş kütlesinin, lif ve karışım oranının LOI' ye etkisi

Tablo 1.13. Farklı lif ve lif karışımlarının termal - test sonuçları.

Tablo 1.14. Çeşitli alev geciktiricilerle muamele görmüş akrilik liflerinin LOI değeri ve kül üretimi.

Tablo 2.1. Poliamid(Naylon 6) Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Tablo 4.1. Ham Numuneye Ait Lif Çapı Ölçüm Tablosu

Tablo 4.22. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) çözeltisine Ait Sıcaklık - pH Verileri

Tablo 4.33. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış 120ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180ºC 'de Isıl İşlem Görmüş Numunelerin DSC Grafiklerinden Elde Edilen Veriler

Tablo 4.34. Isıl İşlem Süresine Göre Numunelerin erime entalpisi verileri

Tablo 4.35. Isıl İşlem Süresine Göre Numunelerin ΔH Verileri

Tablo 4.36. Isıl İşlem Süresine Bağlı Olarak Numunelerde Meydana Gelen Fiziksel Değişimler

Tablo 4.37. Ham naylon 6' nın İplik NumarasıVerileri

Tablo 4.38. Isıl İşlem Görmüş Numunelerin İplik Numaraları Verileri

Tablo 4.39 Ham Naylon 6 ' nın Lif İnceliği ve Standart Sapma Sonuçları

Tablo 4.40. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Tablo 4.41. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Tablo 4.42. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Tablo 4.43. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Tablo 4.44. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.45. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.46. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.47. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.48. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.49. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Tablo 4.50. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Koruyucu tekstillerin yıllara göre tüketim miktarlarının değişimi

Şekil 1.2. Piroliz sonucu açığa çıkan ürünler

Şekil 1.3. Güç tutuşurluk sağlayan maddelerin, yanma olayının enerji bilançosunu etkileme imkanları

Şekil 1.4. Akrilik polimerlerin çeşitli alev geciktiricilerle LOI yanma koşulları altında LOI - kül miktarı ilişkisi

Şekil 1.5. Kumaşlar için sık kullanılan güç tutuşurluk işlemleri

Şekil 2.1. Nylon6 ve Nylon 6.6'nın Üç boyutlu Diyagramı

Şekil 2.2. Naylon 6 ve Naylon 6.6' nın kimyasal formülü

Şekil 3.1. DSC Cihazı

Şekil 3.2. XRD (X-Işını Kırınım Cihazı)

Şekil 3.3. Termogravimetrik Analiz Cihazı (TGA)

Şekil 3.4. FT-IR spektrometre

Şekil 4.1. Ham Numune DSC Diyagramı

Şekil 4.2. TGA Termogram of Original Nylon 6 Fibre

Şekil 4.3. Ham Numuneye Ait Lif Çapı Mikroskop Görünümü

Şekil 4.4. Ham Numuneye Ait XRD Difraktogramı

Şekil 4.5. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) Çözeltisinin Sıcaklıkla pH Değişimi

Şekil 4.6. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4. 7. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.8. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 30 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.9. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.10. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.11. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 4 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.12. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 6 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.13. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 8 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.14. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 10 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.15. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 12 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.16. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 24 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı

Şekil 4.17. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de Isıl İşlem Yapılmış Numunelerin DSC Diyagramından Elde Edilen ΔH Verileri

Şekil 4.18. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de Isıl İşlem Yapılmış Numunelerin DSC Diyagramından Elde Edilen Aromatization Index Verileri

Şekil 4.19. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.20. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.21. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.22. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.23. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.24. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.25. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.26. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.27. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

Şekil 4.28. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçlar

Şekil 4.29. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçlar

Şekil 4.30. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120ºC de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.31. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçlar

Şekil 4.32. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.33. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.34. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.35. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.36. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.37. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.38. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.39. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120ºC de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

Şekil 4.40. 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.41. 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.42. 180˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.43. 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.44. 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.45. 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.46. 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.47. 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.48. 180˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.49. 180˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.50. 180˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı

Şekil 4.51. 180˚C' de Isıl İşlem Görmüş numunelerin XRD Difraktogramlarının gösterimi

1. GİRİŞ

Her gün kullandığımız giysiler, yaşadığımız ortamlardaki ev tekstilleri, yer kaplamaları, otomobillerde, trenlerde ve uçaklarda kullanılan döşemelik kumaşlar uygun şartlarda yanmaya eğilimlidir. İnsanlık tarihi yangınlar nedeniyle toplumların gördüğü can ve mal kayıplarının örnekleri ile doludur. Buna rağmen, yeri doldurulamaz üstün özellikleri nedeniyle kolayca yanabilen ağaç, deri ve sentetik polimerlerden yapılan çeşitli eşya ve malzemelerin kullanımı giderek daha da yaygınlaşmıştır. Bu tür malzemelerin kullanıldığı günlük yaşamda otomotiv, uzay ve havacılık alanlarında meydana gelen kazalar sonucunda çıkan yangınların sebep olduğu can ve mal kayıpları, sözü edilen malzemelerin kullanımında yeni kriterlerin ve yaptırımların ortaya çıkmasına neden olmaktadır. Konulan kurallar ve sınırlamalar ise, günlük hayata giren tekstilden modern ulaşım araçlarında kullanılan plastik malzemelere kadar, doğal veya sentetik polimerik malzemelerin yanmaya dayanıklı hale getirilmesi amacıyla yoğun bilimsel ve teknolojik araştırmalar yapılmasına yol açmıştır [1].

İlk zamanlarda kendini soğuktan ve dış etkenlerden muhafaza etmek için vücudunu saracak elbiseler giymiş; vahşi hayvanlara karşı kendini korumak ve beslenmede av aracı olarak kullanmak üzere kesici silahlar geliştirmiş; dış etkilerden korunmak için mekânlar yapmış; ısınmak ve yemeğini pişirmek amacıyla ateşi keşfetmiş. Fakat bu keşfettiği ateşten maalesef kontrollü bir şekilde istifade edemediği zaman, kendisine hizmetkâr olan ateş, bir düşman konumunu almış ve hayatına kastetmiştir.

Yangın istatistiklerinin yapıldığı ülkeler incelendiğinde, tekstil malzemelerinin yangınlar esnasındaki önemi kolaylıkla anlaşılabilmektedir. İstatistiklere göre, evlerde meydana gelen yangınlarda, toplam yangın sayısının sadece %20'sinde, ilk tutuşması neticesinde tekstil mamulleri yangın başlangıcı olarak rol almıştır. Ancak yangın sonucu meydana gelen ölümlerin %50'sinden fazlası ise, tekstil materyallerinin ilk tutuşması neticesinde meydana gelen yangınlar olmuştur.Bunun yanında, tüm yangın ölümlerinin %75'ten fazlasının, yangınlarda çıkan duman ve zehirli gazların solunması ile boğulma ve zehirlenmeden meydana geldiği görülmektedir [2].

Tekstil ürünlerinin yol açtığı yangın durumlarında, meydana gelen yaralanma ve ölümler üzerine, Amerika'da ilk 1953 yılında Yanıcı Kumaş Yasası çıkarılmıştır. Bu yasa tüketicileri tehlikeli giyim eşyalarından korumayı hedeflemiştir. Aralık 1967'de, Yasa'da düzenlemeler yapılarak, tüm kişisel ve evde kullanılan kumaşları ve tüm tekstil ve tekstil tipi kumaşları içerecek şekilde değiştirilmiştir. 1970 yılında, halı ve kilimler için yanıcılık şartnamesi yayımlanmıştır. 1972 yılında "Tüketici Ürünü Güvenliği Sözleşmesi" imzalanmış ve "Tüketici Ürün Güvenliği Komisyonu" kurulmuştur. 1971 yılında, 0-7 yaş grubu çocukların gece kıyafetleri için yanma standartları çıkarılmıştır. 1972 yılında, yataklar için yanma şartnamesi, 1974 yılında ise, 7-14 yaş arası çocukların gece kıyafetlerinin yanıcılık standartları basılmıştır [3].

Gerek ülkemizde gerekse dünyada her yıl binlerce insan ev yangınları yüzünden hayatını kaybetmektedir. Evde veya kapalı mekânlarda kullanılan yer döşemeleri, perde, nevresim, yatak, yorgan ve benzeri birçok tekstil ürünü ihtiva eden malzemeler ev yangınlarında, yangının büyümesinde önemli rol oynamaktadır.

Tablo 1.1. incelendiğinde ev yangınlarının büyük bir kısmının sigaradan kaynaklandığı görülmektedir. Buradaki en büyük sebep tam sönmeyen sigaranın kumaş üzerinde unutulmasıyla izmaritin zamanla kumaşı tutuşturarak yangına sebep olmasıdır. Bu alanlarda kullanılan kumaşlara güç tutuşurluk özelliği kazandırılarak yangınlarda tutuşmanın başlaması geciktirilerek oluşacak zararlar azaltılabilinir. Çalışmamızın giriş bölümünde öncelikle teknik tekstiller hakkında kısa bir bilgi verilecek ardından yanma olayı, tekstil materyallerinin yanması, güç tutuşurluk ve naylon lifleri hakkında bilgi verilecektir.

Tablo 1.1. 2000-2006 Yılları arasında meydana gelen yangınların (orman yangınları hariç) çıkış sebepleri

Yıllar / Sebepler	**2000**	**2001**	**2002**	**2003**	**2004**	**2005**	**2006**	**Genel Top.**
Elektrik kontağı	9823	10062	9829	11167	11362	11641	14192	78076
Tüpgaz	2718	2024	1984	1899	1908	1838	1876	14247
Ocak . Soba	2303	2267	3210	2568	2658	2968	5241	21215
Baca Tutuşması	3516	3569	3337	4374	4436	4241	4937	28410
Sigara ve Kibrit	13123	16436	10682	16233	15592	13054	24098	109218
Akaryakıt . pat.	665	504	611	732	908	669	827	4.916

Madde								
Sabotaj	1018	1393	1180	2406	3535	1578	2494	13604
Yıldırım Düşmesi	44	122	155	152	136	211	543	1363
Diğer neden	13223	12363	11397	16951	20266	21093	26941	274800
Toplam	46433	49109	42367	56482	60801	57293	81149	393634

1.1. Teknik Tekstil Kavramı ve Koruyucu Tekstiller

Teknik tekstil terimi 1980.li yıllarda görünüş ve estetik karakteristiklerindense teknik özellikleri ve performansları için geliştirilen ve çeşitliliği her geçen gün artan ürünler ve üretim tekniklerini tarif etmek üzere ortaya konmuş bir terimdir. Zira bu hızla büyüyen sahanın zenginliğini, kompleksliğini ifade etmekte" endüstriyel tekstil" terimi yetersiz kalınca, onun yerine "teknik tekstil" terimi geçmiştir. Ancak ABD'de halen "endüstriyel tekstil" terimi geniş ölçüde kullanılmaktadır.

Teknik tekstil deyince "estetik ve dekoratif özelliklerinden ziyade, öncelikle teknik performansları ve fonksiyonel özellikleri için üretilen tekstil malzemeleri ve ürünleri" anlaşılmaktadır. Özel olarak tasarlanan, herhangi bir üründe veya proses dahilinde veya yalnız başına belirli bir özelliği yerine getirmek amacıyla kullanılan malzemelere "teknik tekstil" denmektedir.

Tablo 1.2. Son kullanım alanlarına göre teknik tekstillerin sınıflandırılması

Tanım	**Açıklama**	**Pazar ve kullanım alanı**
Agrotech	Tarım teknik tekstilleri	Tarım, su ürünleri, bahçecilik ve ormancılık
Buildtech	Bina ve inşaat sektörü teknik tekstilleri	Yapı ve inşaat sektörleri
Clottech	Giyim teknik tekstilleri	Ayakkabı ve hazır giyimde kullanılan teknik parçalar (tela, ayakkabı bağı gibi)
Geotech	Jeotekstiller	İnşaat mühendisliği ve çevre düzenlemesinde kullanılan jeotekstiller
Hometech	Ev teknik tekstilleri	Mobilya, ev tekstili ve yer kaplamalarının teknik parçaları
Indutech	Endüstriyel tekstiller	Filitrasyon, taşıma bandı, temizlik ve diğer endüstriyel kullanımlar
Medtech	Hijyen ve tıbbî tekstiller	Hijyen ve tıp
Mobiltech	Taşımacılık tekstilleri	Otomobiller, deniz taşıtları, raylı taşıtlar ve uzay araçları
Packtech	Ambalaj tekstilleri	Paketleme
Protech	Koruyucu tekstiller	Personel ve malzeme koruması
Sportech	Spor ve boş zaman tekstilleri	Spor ve boş zaman
Ekotech	Ekolojik ve çevre teknik tekstilleri	Çevre

Teknik tekstil sözcüğü, günlük yaşamda pek bilinmemesine ve bir çağrışım yapmamasına rağmen, teknik tekstil ürünleri evden otomobile, giyimden tarıma, karayolundan hastanelere kadar günlük hayatımızın çeşitli alanlarda yoğun olarak kullanılmaya başlanmıştır. Tablo 1.2.' te son kullanım alanlarına göre teknik tekstillerin sınıflandırılması ve Tablo 1.3.'te de dünya çapındaki teknik tekstil tüketim miktarları görülmektedir.

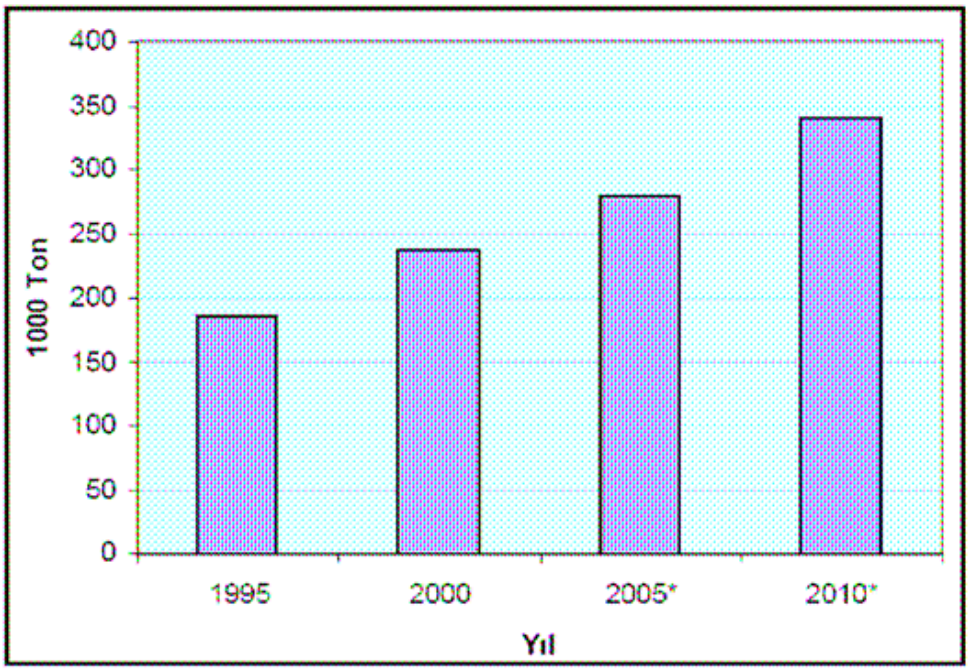
Tablo 1.3. Dünyadaki teknik tekstil tüketim miktarları (1000 ton) [11]

*Tahmini değerler

Uygulama alanları	1995	2000	2005*	2010*	% Büyüme 1995-2000	% Büyüme 2000-2005	% Büyüme* 2005-2010
Jeotekstiller	196	255	319	413	5.4	4.6	5.3
Bina ve inşaat tekstilleri	1261	1648	2033	2591	5.5	4.3	5
Tıp ve hijyen tekstilleri	1228	1543	1928	2380	4.7	4.6	4.3
Endüstriyel tekstiller	1846	2205	2624	3257	3.6	3.5	4.4
Koruyucu tekstiller	184	238	279	340	5.3	3.3	4
Tarım tekstilleri	1173	1381	1615	1958	3.3	3.2	3.9
Paketleme tekstilleri	2189	2552	2990	3606	3.1	3.2	3.8
Spor tekstilleri	841	989	1153	1382	3.3	3.1	3.7
Taşıt tekstilleri	2117	2479	2828	3338	3.2	2.7	3.4
Giyim teknik tekstilleri	1072	1238	1413	1656	2.9	2.7	3.2
Ev teknik tekstilleri	1864	2186	2499	2853	3.2	2.7	2.7
Toplam	13971	16714	19683	23774	3.7	3.3	3.8

1.1.1. Koruyucu Tekstiller

Koruyucu tekstiller genel olarak insanları yaralanmalara hatta ölüme sebep olabilecek zararlı çevresel etkilere karşı korumak için kullanılan giysi, örtü ve teçhizatlardır. Koruyucu giysiler, kişinin zararlı maddelere, kötü çevre koşullarına maruz kalma riskini önlemek ve bu riskten korunmasını sağlamak ve/veya bu riski azaltmak için giyilen giysilerdir [11]



Şekil 1.1. Koruyucu tekstillerin yıllara göre tüketim miktarlarının değişimi [11]
(* tahmini)

Koruyucu giysi endüstrisi teknoloji ve üretim yöntemlerindeki değişimlerin doğal bir sonucu olarak kayda değer bir gelişme kaydetmiştir. Teknolojideki yeni materyallerin üretimi ve yeni üretim yöntemleri gibi gelişmeler koruyucu giysiler pazarını uluslar arası bir boyuta çekmiştir. Şekil 1.1.. de koruyucu tekstillerin yıllara göre tüketim miktarları görülmektedir. Yeni üretim yöntemleri, polimer teknolojisindeki gelişmeler sonucu bulunan yeni lifler ve iplikler de kullanım alanını genişletmektedir. 1996. da Batı Avrupa'da yüksek performanslı koruyucu giysiler için 200 milyon m^2 kumaş üretilmiştir ve tüketim eğilimi giderek artmaktadır [4].

Tablo 1.4. 1996. da Batı Avrupa. da üretilen koruyucu giysi kumaşları miktarı (milyon m^2) [4]

Ürünün fonksiyonu	Kullanım yeri	Resmi işletmeler	Askeriye	Medikal	Sanayi, inşaat, tarım	Toplam
Güç tutuşur, yüksek sıcaklığa dayanıklı	Dokuma/Örme	5	2	-	15	22
	Dokusuz	-	-	-	-	-
	Toplam	5	2	-	15	22
Toz ve partikül koruyucu	Dokuma/Örme	-	-	12	22	34
	Dokusuz	-	-	62	10	72
	Toplam	-	-	74	32	106
Gaz ve kimyasal madde koruyucu	Dokuma/Örme	1	1	-	4	6
	Dokusuz	3	-	-	47	50
	Toplam	4	1	-	51	56
Radyoaktif, biyolojik ve kimyasal koruyucu	Dokuma/Örme	-	2	-	-	2
	Dokusuz	-	2	-	-	2
	Toplam	-	4	-	-	4
Aşırı soğuktan koruyucu	Dokuma/Örme	-	1	-	2	3
	Dokusuz	-	-	-	-	-
	Toplam	-	1	-	2	3
Yüksek görünürlük sağlayan	Dokuma/Örme	11	1	-	3	15
	Dokusuz	-	-	-	-	-
	Toplam	11	1	-	3	15
Toplam	Dokuma/Örme	17	7	12	46	82
	Dokusuz	3	2	62	57	14
	Toplam	20	9	74	103	206

Koruyucu tekstillerin kullanım amacına göre sınıflandırılması şu şekilde yapılabilir [11]**:**

1. Balistik amaçlı koruyucu tekstiller
2. Mekanik etkilerden koruyucu tekstiller
3. Temiz oda giysileri
4. Nükleer, biyolojik, kimyasal ve radyoaktif zararlılardan koruyucu tekstiller
5. Statik elektriklenmeden koruyucu tekstiller
6. Elektromanyetik alandan koruyucu tekstiller
7. Kamuflaj amaçlı tekstiller
8. Çevre etkilerinden koruyucu tekstiller
9. Uzay giysileri
10. Yüksek görünürlükte uyarıcı tekstiller
11. Yüksek ısı ve alevden koruyucu tekstiller

1.1.1.1. Yüksek Isı ve Alevden Koruyucu Tekstiller [11]

Yüksek sıcaklıktan koruma tekstilleri, 200 °C sıcaklığa sürekli maruz kaldığı halde fiziksel özelliklerini koruyarak herhangi bir bozunma göstermeyen tekstiller olarak tanımlanabilirler. Yüksek sıcaklıklara karşı dayanım: Kontakt, radyasyon ve konveksiyon ısıtmaya maruz kaldığında liflerin özelliklerinin değişmemesidir [4]. Yüksek ısı ve alevden koruyucu tekstillerin çeşitli üretim teknikleri ve kullanım alanları mevcuttur. Örneğin; Yangınla mücadele eden itfaiyeciler, eritme potalarında çalışan ağır sanayi işçileri neredeyse 1200°C sıcaklığa maruz kalmaktadır. Alüminize kumaşlardan yapılmış kumaşlar bu kişilere yüksek sıcaklığa karşı durmasında yardımcı olmaktadır. Alüminize kumaşlar çok aşırı sıcağa, metal eriyiğine, buhar basıncına karşı dayanıklıdır. Yangın battaniyeleri ise bu tür tekstillerin pratik bir uygulaması olup özellikle evlerde mutfakta çıkan yangını - ki ev yangınlarının % 28. inin başlangıç yeri mutfaktır - söndürmek için acil bir çözüm olarak kullanılabilmektedir. Ayrıca ilk yardım ekipleri ve itfaiye ekipleri de yangın battaniyelerinden faydalanmaktadır. Alev ve ısı karşısında korunma gerektiren tehlikeli iş alanları ve maruz kaldıkları tehlike boyutu Tablo 1.5.' te belirtilmiştir.

Tablo 1.5. Alev ve ısı karşısında korunma gerektiren tehlikeli iş alanları [12]

İş kolu	Maruz kalınan ısıl tehlike		
	Alev	Sıcak temas	Radyan ısı
Dökümhane (çelik ve cam üretimi, metal dökümü, demir dövme	*	**	**
Mühendislik (kaynak, kesim işleri)	*	**	*
Yağ, gaz ve kimyasallar	*	.	.
Havacılık ve uzay	*	.	.
Askeriye	**	*	*
İtfaiyeciler	**	*	*

** Ciddi zarar, * İkincil zarar. . az zarar ya da zarar yok

Termal koruma giysilerinin sahip olması gereken başlıca temel özellikler ise şunlardır [4]:

1. Aleve karşı dayanıklılık: Sürekli yanmamalı ve tehlike oluşturmamalıdır.
2. Bütünlük: Giysi deforme olmamalıdır. Yani çekmemeli, eriyip, büzüşmemeli veya gevrek kömür oluşturmamalıdır.
3. İzolasyon: Giysi, kişinin kaçarak kurtulması için ısı transferini geciktirecek zaman sağlamalıdır; yanma süresince katran veya iletken çözeltileri üzerinde tutmamalıdır.
4. Sıvı iticilik: Yağların, çözücülerin, su ve diğer sıvıların nüfuzunu engellemelidir.

Yanmaya dayanıklı tekstillerin bu özellikleri kazanması ise yine özel liflerin kullanımına ve özel üretim tekniklerine bağlıdır.

1.2. Tekstil Materyallerinin Yanması

Tekstillerin hammaddesi lif olduğundan öncelikle liflerin yanma mekanizmasını bilmek gerekir. Liflerin yanma mekanizmasından bahsetmeden önce onların termal özelliklerinden kısaca bahsetmek gerektir [5].

Tekstil liflerinin yanma olayından önce ısı enerjisine karşı gösterdiği tepki iki şekildedir. Farklı fiziksel tepki gösteren lifler bu özellikleri bakımından termoplastik ve

non-termoplastik olarak ikiye ayrılır. Termoplastik lifler sıcaklığın belli miktarda yükselmesi ile şekil değiştirirler. Bunlarda önce yumuşama, daha yüksek sıcaklıklarda erime ve belli bir sıcaklığa erişildiğinde ise bozunma ve yanma gözlenir. Nontermoplastik liflerde ise sıcaklık yükselmesi sırasında yanma noktasına kadar herhangi bir biçim değişikliği görülmez; yumuşama ve erime yoktur. Tüm doğal liflerle rejenere lifler nontermoplastik yapıdadırlar [6].

Tekstil lifleri polimerik yapıdadır. Polimer malzemelerin yanması her ne kadar, diğer katı maddelerin yanmasına benzerse de çoğu polimerler erir ve polimer alevlenen eriyik ve akıntılar üretmeye meyilli olduğundan polimerin, alevi yangın kaynağından uzaklara yayma tehlikesi vardır [7].

1.3 Liflerin Termal Özellikleri

Tekstil liflerin termal özellikleri ve konu ile ilgili bazı tanımlar şu şekildedir. Camsı geçiş sıcaklığı (Tg) : Termoplastik liflerin ilk yumuşama gösterdiği sıcaklık derecesidir. Malzeme ısıtılmaya başlandığında, molekül zincirini oluşturan ünitelerin enerjisi büyür ve bu enerji, molekül zincirini oluşturan ünitelerin hareketini etkiler. Sıcaklığın artması ile bu hareket hızlanır, molekül zincirleri arasındaki bağ kuvvetleri zayıflar ve zincirler birbirlerine göre daha bağımsız hale gelir. Sıcaklığın azalması ile ünitelerin dönme hareketi yavaşlar ve belli bir sıcaklıkta durur. Bu esnada atomların sadece kendi konumları etrafındaki titreşim hareketi kalır. Bu sıcaklığa camsı duruma geçiş (camlaşma) sıcaklığı denir. Malzeme rijit yapıdadır, fakat özgül hacmi artmıştır [5, 6].

Erime sıcaklığı (Tm) : Malzeme ısıtılmaya devam edilirse ünitelerin hızı artar ve molekül zincirleri yavaş yavaş tamamen bağımsız hale gelir. Yani erimeye ve sıvı gibi davranmaya başlar. Erimenin meydana geldiği sıcaklık derecesidir [5, 6].

Piroliz sıcaklığı (Tp) : Malzemeyi oluşturan makromoleküler yapının termal olarak parçalanmaya başladığı sıcaklıktır [5].

Yanma sıcaklığı (Tc) : Piroliz sonucu oluşan yanıcı gazların oksitlendiği ve yanmanın gerçekleştiği sıcaklıktır [5].

Kritik piroliz sıcaklığı (Tpc) : Bu sıcaklıkta, artan piroliz hızı ile birlikte açığa çıkan yanıcı gaz karışımı konsantrasyonu da artacağı için, malzeme dışardan uygulanan bir kıvılcım ile hemen tutuşacaktır [5].

Kendiliğinden tutuşma sıcaklığı (Tsi) : Malzeme ısıtılmaya devam edilirse piroliz sonucu ortaya çıkan yanıcı gaz karışımının konsantrasyonu ortamdaki oksijen ile reaksiyona girecek ve bir alev kaynağına gerek olmadan malzeme kendiliğinden tutuşacaktır [5].

Yanma entalpisi (ΔH) : Yanma işlemi esnasında malzeme ve reaktanlar aynı sıcaklık ve basınçta iken malzemenin entalpisi ile reaktanların entalpisi arasındaki farktır. Yani yanma esnasında açığa çıkan ısıdır [5].

Entalpi (hf) : 25°C ve 1 atmosfer (ya da 1 bar) basınç altında bileşiği oluşturan elementlerin açığa çıkardığı ya da emdiği ısıyı gösterir [5].

Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) : LOI değeri bir materyalin yanmaya devam etmesi için gereksinim duyduğu % oksijen miktarı anlamına gelmektedir. LOI değeri 25' ten büyük olan materyaller havada genellikle kendiliğinden sönmekte; 25' ten küçük olanlar ise çok kolay yanmaktadırlar [8].

Bazı liflere ait bahsedilen bu özelliklere termal özellikler ve yanma özellikleri Tablo 1.6. ve Tablo 1.7. ' de verilmiştir.

Tablo 1.6. Bazı liflerin termal özellikleri [9, 10]

Elyaf	Termo plastiklik	Camlaşma sıcaklığı Tg (°C)	Erime sıcaklığı Tm (°C)	Piroliz sıcaklığı Tp (°C)	Yanma sıcaklığı Tc (°C)	Yanma entalpisi ΔH (kj/g)	Sınır. oks. indeksi LOI (%)
Yün	Hayır	-	-	245	600	27	25
Pamuk	Hayır	-	-	350	400	19	18.4
Viskoz	Hayır	-	-	350	420	19	18.9
Triasetat	Evet	172	290	305	540	-	18.4
Nylon 6	Evet	50	215	431	450	39	20-21.5
Nylon 6.6	Evet	50	265	403	530	32	20-21.5
Poliester	Evet	80 - 90	255	420 - 477	480	24	20-21.5
Akrilik	Evet	100	>220	290	>250	32	18.2
Polipropilen	Evet	-20	165	469	550	44	18.6
Modakrilik	Evet	<80	>240	273	690	-	29-30
PVC	Evet	<80	>180	>180	450	21	37-39
PVDC	Evet	-17	180 - 210	>220	532	11	60
PFTE	Evet	126	>327	400	560	4	95
Nomeks	Evet	275	375	310	500	30	28.5-30
Kevlar	Evet	340	560	590	>550	-	29
PBI	Evet	>400		>500	>500	-	40-42

Tablo 1.7. Bazı liflerin yanma özellikleri [13].

Lif	Tutuşma kolaylığı	Yanma hızı	Kendi kendini söndürme	Erime	Duman yoğunluğu	Yanma sırasında ortaya çıkan zehirli ürünler		
						CO	HCN	Diğer
Pamuk	Kolay	Hızlı	Hayır	Hayır	Hafif	X	-	-
Yün	Geç	Yavaş	Genellikle	Hayır	Orta	X	X	-
Rayon	Kolay	Hızlı	Hayır	Hayır	Hafif	X	-	-
Naylon	Kolay	Yavaş	Hayır	Evet	Hafif	X	X	NO2
Polyester	Kolay	Yavaş	Hayır	Evet	Orta	X	-	-
Polipropilen	Kolay	Hızlı	Evet	Evet	Hafif	-	-	-
Akrilik	Kolay	Orta	Hayır	Yumuşama	Ağır	X	X	-
Aramid	Zor	Çok yavaş	Evet	Yumuşama	Hafif	X	-	-
Polyamid	Zor	Çok yavaş	Evet	Evet	Hafif	-	-	-
PBI	Zor	Çok yavaş	Evet	Hayır	Hafif	-	-	-

1.4 Tekstillerin Yanma Mekanizması

Tekstil mamullerinin yanması; ısınma, moleküllerin ayrışması (piroliz), tutuşma ve alevin yayılmasını kapsayan karmaşık bir olaydır [14].

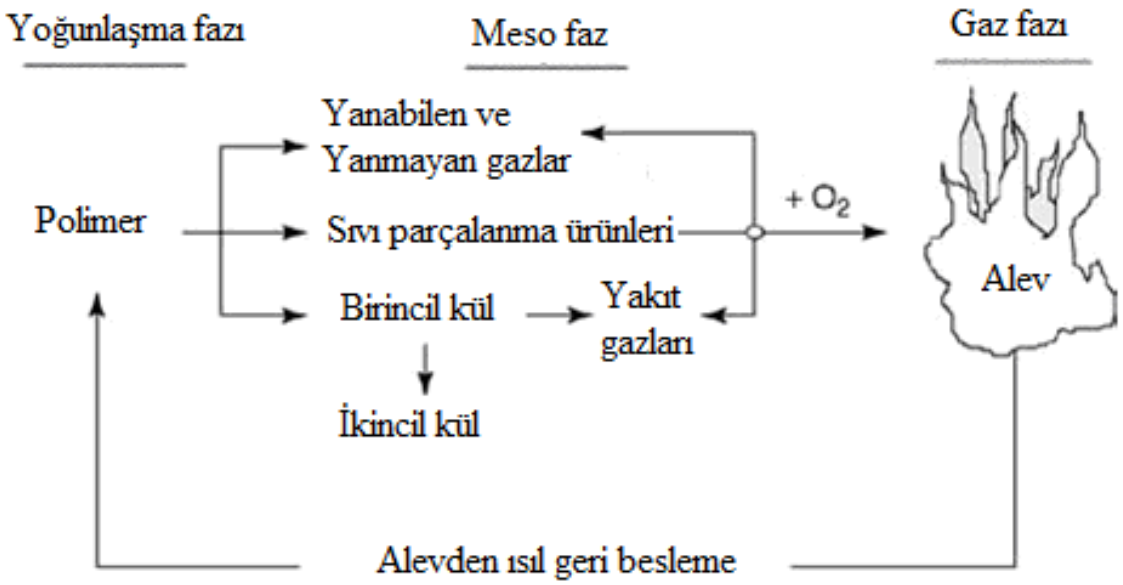
Hiladoya göre bir tekstil mamulünün yanması olayı 4 adımda incelenir [15].

1. Mamülün ısınması
2. Makromoleküllerin termik parçalanması (piroliz)
3. Tutuşma
4. Yanma ve yanmanın ilerlemesi.

Bir tekstil ürününe belirli bir miktarda ısı verildiğinde, ürünün yüzey sıcaklığı birtakım termik değerlere bağlı olarak hızlı bir şekilde artmaya başlar. Sözü geçen termik değerler aşağıda yer almaktadır [13].

- Erime ısısı
- Isı iletkenliği
- Özgül ısı
- Buharlaşma ısısı

Ürün parçalanma sıcaklığına kadar ısınınca piroliz başlar. Tekstil liflerinin ısıtılmasıyla önce lifleri oluşturan makromoleküller kopmaya başlar, diğer bir deyişle polimerazasyon derecesi düşer. Fakat bu esnada ağırlık kaybı meydana gelmez. Belirli bir sıcaklıktan sonra, piroliz yavaş bir seyir izlemektedir. Piroliz hızının düşük olmasından dolayı yanıcı gaz meydana gelmemektedir. Bu sebepten dolayı, etrafta bir kıvılcım ya da alev olsa dahi bir tutuşma olmamaktadır. Ancak, belli bir sıcaklıktan sonra piroliz hızının artmaya başlaması ile yanıcı gaz karışımı meydana gelmektedir. Bu yüzden herhangi bir alev ya da kıvılcım teması ürünün tutuşmasına sebep olmaktadır. Sıcaklık daha da arttırıldığında, medyana gelen yanıcı gaz karışımı kendiliğinden tutuşmaktadır [13]. Piroliz sonucu meydana gelen parçalanma ürünleri Şekil 1.2.' de görülmektedir.



Şekil 1.2. Piroliz sonucu açığa çıkan ürünler [16].

Şekil 1.2' te kimyasal ürünler arasında yer alan yanıcı gazların miktarı ne kadar fazla olursa tutuşma o derece kolay gerçekleşir. Yanıcı gazlar dışındaki diğer ürünlerin fazla olması tutuşmayı ve yanmayı zorlaştırmaktadır. Çünkü;

- Yanmayan sıvı parçalanma ürünlerinin buharlaşma ısısı sıcaklığın düşmesine yardımcı olmaktadır.
- Yanmayan ağır gazlar, yanan yüzeyin etrafını sararak oksijenle olan temasını azaltırlar.
- Yanmayan gazlar enerji tükettikleri için, ateşin soğumasına yardımcı olmaktadır [13].

Pirolizik bozunma, lifin ve kumaşın özelliklerine, bilhassa oksijen içeriği olmak üzere liflerin ve kumaşın çevresel, kimyasal ve fiziksel modifikasyonlarına bağlıdır. Kimyasal bileşim ve polimerizasyon derecesi de pirolizik bozunmayı önemli derecede etkilemektedir. Kumaş özellikleri - örneğin gramaj, konstrüksiyon ve kumaş yüzeyinin yapısı -yanıcılık üzerinde daha düşük bir etkiye sahiptir [8]. Lif ısıtıldığı zaman Tp sıcaklığında pirolize uğrar ve üretilen yanıcı katı, sıvı ve gaz atıklar, yanma işleminin başlaması için gerekli olan yakıtı temin eder. Pirolizden sonra sıcaklık yanma sıcaklığına - camlaşma noktasına- (Tc) eşit ya da ondan yüksekse ve ortamda oksijen varsa, yanıcı piroliz ürünleri, tamamen karbondioksit, su ve yanıcı olmayan gazlara dönüşünceye kadar yanacaklardır. Bu olay bir döngü olduğundan, eğer engellenmezse

tekstil materyali tamamen yanıp, kömür ya da kül oluncaya kadar bu döngü (geri besleme) devam edecektir [5, 8].

Tablo 1.8. Tekstil liflerinin yanma karakteristiklerinin özeti.

Güvenlilik Durumu	Lif	Yanma karakteristiği
Az Güvenli	Pamuk / keten	Sıcak, kuvvetli bir alev ve hafif renkli bir dumanla yanar ve alevlenmeden sonra kızgın köz bırakır. Erimez ve alevden uzaklaşmaz.
	Rayon / lyocell	Pamuk ve keteninkine benzer şekilde yanar, fakat çekebilir ve daha sıkı bir hale gelir.
	Asetat	Ani bir alevle yanar ve yanma esnasında erir. Tutuşma olmadan eriyebilir ve alev kaynağından uzaklaşabilir. Eriyen bölge kumaştan alev taşıyarak damlayabilir. Alev söndükten sonra kalıntı sıcak, eriyik şeklindedir ve herhangibir yüzeyden uzaklaştırılması zordur.
	Akrilik	Asetata benzer şekilde yanar fakat ağır, yoğun, siyah bir dumanla yanar. Aşırı şekilde damlar.
	Nylon, lastol, olefin, polyester ve spandex	Yavaşça yanar ve yanma esnasında erir. Tutuşma olmadan eriyebilir ve ufak alevlerle uzaklaşabilir. Kalıntı eriyik halde, sıcak ve uzaklaştırılması zordur. Kendi kendine sönebilir.
	Yün ve ipek	Yavaşça yanar ve tutuşması zordur (özellikle kışlık kumaşlarda). Kendi kendine sönebilir.
Daha Güvenli	Modakrilik ve saran	Eriyerek çok yavaşça yanar. Tutuşma olmadan eriyebilir ve ufak alevlerle uzaklaşabilir. Kendi kendine söner.
	Aramid, novoloid ve	Kömürleşir, yanmaz

	vinyon	

Kumaşların yanıcılığı hem lif hem de kumaş özelliklerinden etkilenir. Lifin kimyasal yapısı, önceden de bahsedildiği gibi yanıcılığı etkileyen önemli bir lif karakteristiğidir. Bununla birlikte, kumaşın dokusu (dokuma, örme, nonwoven gibi), gramajı, yüzey düzgünlüğü, geçirdiği kimyasal terbiye işlemleri de kumaşın yanıcılığını etkileyen faktörlerdir. Karışımlar için ise, karışımı oluşturan lif cinslerine ve oranlarına göre kumaşın yanıcılığı etkilenecektir. Özellikle pamuk - sentetik lif karışımlarında, sentetik lifin eriyip damlama özelliği, kumaşın yanması esnasında iskelet etkisi gösterecek ve yanmanın devamlılığını ve hızını arttıracaktır [5].
Kumaşın yanıcılığını etkileyen faktörleri maddeler halinde sıralarsak;

1. Lif tipi: Farklı lifler kimyasal yapılarındaki farklılıklar sebebiyle ısı ya da açık aleve maruz kaldıklarında farklı davranacaklardır. Buna göre lifler

a. Yanmaya hazır lifler (pamuk, sap lifler, rejenere selüloz lifleri ve PAN)
b. Düşük yanıcılıkta lifler (yün, ipek, polyester ve poliamid)
c. Yanıcı olmayan lifler (cam, mineral ve asbest gibi)

olmak üzere üç gruba ayrılırlar.

2. Kumaş konstrüksiyonu: Kumaş içinde gerçekleşecek ısı transferinin büyüklüğü, ısı kaynağından olan ısı akımının sıcaklığına ve kumaşın kalınlığı ve gramajı ile dengelenen kumaşın ısı iletkenliğine ve radyasyon transferine bağlıdır. Termal direnç kumaş kalınlığı ile yaklaşık olarak direk orantılıdır.

3. Oksijen konsantrasyonu: Oksijen konsantrasyonu kumaşın yanma tehlikesini önemli ölçüde arttırmaktadır fakat malzemelerin oksijene karşı hassasiyeti tahmin edilememektedir. Çoğu durumda oksijen konsantrasyonundaki artış alev yayılma hızında da benzer artışa sebep olmaktadır. Buradan hareketle bir çok araştırmacı kumaş yanıcılığını sadece sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI) metodunu esas alarak incelemişlerdir [17].

1.5. Güç Tutuşurluk

Güç tutuşurluk İngilizce' de "Flame Retardancy" yani alev geciktirici olarak tanımlanmakta ve kısaca FR olarak sembolize edilmektedir. Güç tutuşurluk, alev çarpmasına karşı koyabilme veya alevden koruma sağlama kabiliyetidir [16]. "Güç tutuşur tekstiller, aleve veya yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında tutuşmayan, tutuşsa bile kendi kendine sönebilen tekstillerdir" şeklinde tanımlanabilmektedir.

1.5.1. Tekstil Materyallerine Güç Tutuşurluk Özelliği Kazandırılması

Tutuşma bir sistemin reaksiyona girmeyen meta stabil durumdan, ilerleyen yanma durumuna geçişi olarak tanımlanmaktadır. Yanıcı gazlar havadaki oksijen ile birleşerek, belli bir sıcaklıkta yanmayı başlatmaktadırlar. Yanmanın devam etmesi, yüzeyin ısınması için gerekli olan mevcut enerji miktarına bağlıdır. Varolan enerji ilk tutuşan piroliz ürünlerinin çevresindeki lifleri parçalamaya ve bu parçalamalar sonucu meydana gelecek olan yanma ürünlerini tutuşturmaya devam ettiği takdirde yanma devam edecektir [11,13].

Tablo 1.9. Bir tekstil ürünün yanması esnasındaki enerji dağılımı [11,13].

Basamak	Olay	Yaklaşık değer (Cal/g)
1	Erime noktasına kadar ısıtma	70
2	Erime ısısı	30
3	Parçalanma sıcaklığına kadar ısıtma	50
4	Parçalanma reaksiyonu	600
5	Piroliz ürünlerinin buharlaşması	150
6	Buharların tutuşma sıcaklığına kadar ısıtılması	20
7	Çevreye yayılan ısı kaybı	1000-3000
8	Yanma sırasında açığa çıkan	2000-4000

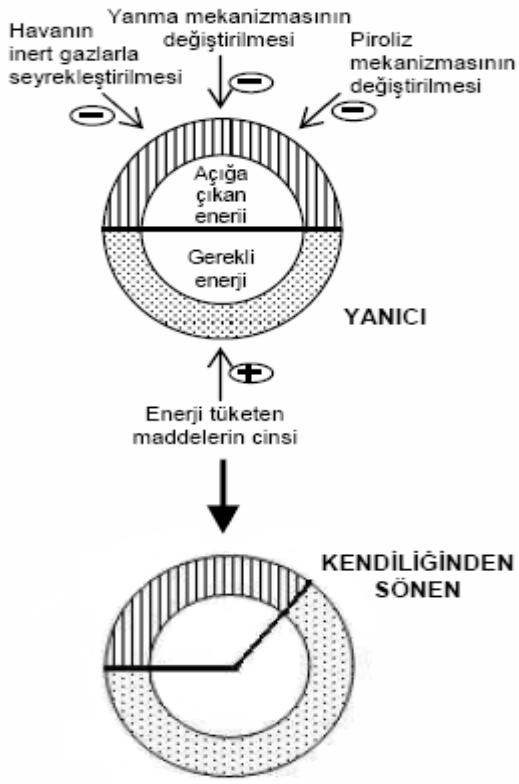
Eğer 8 ≥ 1-7 olursa yanma meydana gelmektedir.

Eğer 8 ≤ 1-7 olursa yanma meydana gelmemektedir [11].

Bir tekstil ürünün yanması sırasındaki enerji dağılımı Tablo 1.9.' da ki gibidir. Bu çizelgeye göre bir tekstil ürününü güç tutuşur hale getirmek için, ya yanma esnasında açığa çıkan ısı miktarını düşürmek ya da harcanan enerjiyi, yani 1. den 7. ye kadar olan

hususların toplamını yükseltmek gerekmektedir [11,13] .

Bu yöntemler aşağıda açıklanmıştır. Şekil 1.3'de ise güç tutuşurluk sağlayan maddelerin, yanma olayının enerji bilançosunu etkileme imkanları gözükmektedir.



Şekil 1.3. Güç tutuşurluk sağlayan maddelerin, yanma olayının enerji bilançosunu etkileme imkanları [11].

1.5.1.1. Harcanan Enerjiyi Arttırmak

Tutuşma için gerekli enerjinin artırılması, mamule yüksek buharlaşma ve parçalanma enerjisine ihtiyaç gösteren maddelerin katılmasıyla sağlanabilmektedir. Örneğin Aluminyum-oksid-hidrat ilave edilmiş polyester bir mamulün ısıtılması sırasında, $Al_2O_3.3H_2O$ 350°C. de aluminyum-oksid ve suya parçalanmakta ve su hemen buharlaşmaktadır. Bu endotermik parçalanma ve buharlaşma olayı için gerekli enerji, tutuşturma (ısıtma) kaynağından alındığı için de, mamulün tutuşması için gerekli toplam enerji artmış ve dolayısıyla mamulün tutuşması, yanması zorlaşmış olmaktadır. Bu şekilde etki gösteren aluminyum-oksid-hidrat, magnezyum-silikat gibi ürünlerin polyester mamullerin güç tutuşurluk bitim işlemlerinde kullanılmaları, ancak kaplama yapılan mamullerde belirli bir önem kazanabilmiştir. Bu taktirde kaplama pastası

hazırlanırken içerisine yeterli miktarda aluminyum-oksid-hidrat veya magnezyum-silikat da katılmaktadır [11].

1.5.1.2. Açığa Çıkan Enerji Miktarının Azaltılması

Açığa çıkan enerji miktarının azaltılması:

1. Yanıcı piroliz ürünlerinin açığa çıkmasını azaltarak
2. Halojen bileşikleri gibi yanmayı frenleyici ürünler yardımıyla yanmayı engelleyerek
3. Yanıcı olmayan gazların mamulün etrafını sarmasını, dolayısıyla oksijenle teması azaltarak sağlanabilmektedir Bu olanaklar içerisinde en etkili olan yöntemler ilk ikisidir [11].

1.5.1.2.1. Piroliz Mekanizmasının Değiştirilmesi

Özellikle selüloz liflerinin tutuşmazlık bitim işlemlerinde kullanılan bileşiklerin etkisi, liflerin piroliz mekanizmasının değişmesine dayanmaktadır. Şöyle ki, normal bir pamuğun pirolizi sonucu meydana gelen ürünlerin sadece % 20. si yanıcı olmayan maddeler iken, tutuşmazlık bitim işlemi görmüş pamuk liflerinde bu oran % 60-75. e kadar çıkmaktadır [11,15].

Tablo 1.10. Güç tutuşurluk terbiyesi görmüş ve görmemiş pamuk liflerinin piroliz ürünlerinin miktarları (piroliz sıcaklığı 450 °C, He-atmosferinde) [11].

Bitim işleminin cinsi	Yanmayan ürünler(%)			Toplam	
	Kalıntı	H2O	CO2	Yanmayan ürünler (%)	Yanıcı ürünler (%)
Normal pamuk	10.50	7.50	2.60	20.10	79.90
Akaustan A	37.90	15.30	5.00	58.30	41.70
Pyrovateks CP	45.80	16.00	2.80	64.60	35.40
AlCl3	50.10	18.70	3.91	72.71	27.29
İdeal dehidratasyon	44.40	55.60	0	100.00	0

Selüloz liflerinin pirolizi **(C6H10O5)n ⟶ 6nC + 5nH2O** formülünde belirtildiği gibi tam bir dehidratasyon şeklinde meydana gelirse yalnızca su buharı oluşacağından ve geriye karbon kalacağından, yanma imkansızlaşacaktır. Tutuşmazlık bitim işlemi sonucu, selülozun tam dehidratasyonu sağlanamamakta ise de, pirolizin bu yöne doğru

kaydırılması sağlanabilmektedir. Bu ürünlerin dehidratize edici etkileri, ısınmaları sonucu meydana gelen asitler tarafından sağlanmaktadır [11, 15].

1.5.1.2.2. Yanmayı Frenleyici Ürünlerin Kullanılması

Özellikle sentetiklerin tutuşmazlık bitim işlemlerinde kullanılan halojen (Özellikle brom) bileşikleri bu yönde etki göstermektedirler. Normal olarak liflerin pirolizleri sırasında gaz fazında .C ve .OH radikalleri meydana gelmekte ve bunların reaksiyona girme isteği çok yüksek olduğundan hızlı bir şekilde oksitlenmektedirler, yani yanmaktadırlar. Halojen radikalleri, bu .C ve özellikle .OH radikallerini yakalayarak, bunların hızlı oksitlenmelerini, dolayısıyla birim zamanda açığa çıkacak enerji miktarını azaltmaktadırlar [11, 15]. Buna ilaveten polyester gibi termoplastik liflerden yapılmış mamullerde, lif eriyiğinin viskozitesini düşürerek, yüksek sıcaklığın etkisi ile eriyen liflerin damlayarak yanma ortamından uzaklaşmasını kolaylaştırmak ve hızlandırmak da güç tutuşma etkisini artırmaktadır [11].

Dikkat edilmesi gereken bir durum da, polyester/selüloz karışımlarının hem polyestere hem de selüloza nazaran daha kolay yanmalarıdır. Burada "iskelet etkisi" söz konusudur ve selüloz lifleri, karışımdaki polyester kısmının eriyip büzülmesini ve damlayarak uzaklaşmasını önlemektedir [11].

1.5.2. Güç Tutuşur Kumaşların Eldesi

Güç tutuşur kumaşlar elde etmek için dört farklı yöntem bilinmektedir. Bunlar:

1. Yapısı itibariyle güç tutuşan liflerin (karbon, asbest, cam, PBI, PTFE, Nomex, Kevlar gibi) kullanılması
2. Liflerin kopolimerazasyon ve kimyasal modifikasyon ile yapılarının değiştirilmesi
3. Sentetik polimere lif çekimi esnasında güç tutuşma sağlayıcı kimyasalların ilave edilmesi
4. Kumaşın güç tutuşma sağlayan kimyasallar ile muamele edilmesi yöntemleridir. Bu dört yöntem de tekstil teknolojisinde geniş çaplı olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte, kumaşın kullanım alanına bağlı olarak bu yöntemler tek tek, ya da birlikte kullanılarak en iyi güç tutuşma ve yanma davranışını sergileyecek değişik kumaş yapıları elde edilebilmektedir [11].

1.5.2.1. Yapısı İtibariyle Güç Tutuşur Liflerin Kullanımı

Polimerler, kimyasal bileşimlerine göre organik ve inorganik olmak üzere iki gruba ayrılmaktadırlar. Organik polimerlerde başta karbon olmak üzere hidrojen, oksijen azot ve halojen atomları bulunur. Bir atomun polimer ana zincirinde bulunabilmesi için en az iki değerlikli olması gerekir. Bu nedenle hidrojen ve halojenler ana zincir üzerinde bulunamazlar. İkinci şart ise ana zincir üzerinde bulunan atomlar arasındaki bağ enerjisinin yeterli olmasıdır [11].

İnorganik polimerlerde ana zincirde bulunan elementlerin bağ enerjisi organik polimerlerde bulunan elementlerin enerjilerinden daha yüksektir. Örneğin B-O bağ enerjisi 119.3 kcal/mol, Si-O bağ enerjisi 89.3 kcal/mol'dür. Buradan yüksek bağ enerjisine sahip polimerlerin parçalanabilmesi için yüksek ısı enerjisine ihtiyaç duyulduğu anlaşılmaktadır. Yüksek bağ enerjisine sahip polimerler, yüksek ısıl ve mekanik özelliklere sahiptirler. Polimerlerin çok yüksek sıcaklıklara dayanmaları, zincirlerinin kopma olasılıklarının azalmasından ileri gelir. Bir polimer zincirinde aromatik halkaların bulunması, rezonans ile kararlı sistemlerin varlığı sayesinde yan grupların korunması sağlanarak sıcaklığa dayanıklı polimerler üretilebilir. Yapısı itibariyle güç tutuşan karbon, asbest, cam, mineral ve benzeri lifler yüksek bağ enerjisine sahip olan liflerdir [11].

Moleküler yapıda H-C oranı ne kadar yüksek ise yapı o kadar yanıcı olmaktadır. Uzun zincir yapısındaki doymuş hidrokarbonlar aromatik yapılardan daha yanıcıdır. Lifin piroliz ürünleri de lifin kimyasal yapısına bağlı olarak farklılık gösterir. Bu da lifin yanmaya devam etmesi için gerekli olan oksijen miktarını (LOI) etkileyecektir. Tablo 1.11'de lifin kimyasal yapısının LOI değerini nasıl değiştirdiği görülmektedir [18].

Tablo 1.11: Lifin Kimyasal Yapısının LOI Üzerindeki Etkisi [18].

Lif Yapısı	Elyaf	LOI
C,H ve O içeren tüm lifler	Pamuk,viskoz, selülozasetat ve triasetat, polipropilen	0.17-0.20
C,H,N (ve O,S) içeren tüm lifler	Yün, poliamid, ipek, akrilikler	0.18-0.25
Aromatik yapının etkisi		
1-C,H,O + aromatik	Polyester	0.21-0.22
2-C,H,O,N + aromatik	Nomex,kevlar,kermel	0.27-0.30
3-C,H,N + aromatik	PBI	0.41
F ve Cl'un etkisi		
	Modakrilikler	0.29
	PVC	0.37
	PVDC	0.60
	PTFE	0.95
Karbonize Lifler (Aromatize edilmiş C)	Oksitlenmiş poliakrilik Karbonize Viskoz	0.50 0.55

1.5.2.1.1. Cam Elyafı

Esasen SiO_2 olan cam elyaf polimeri, yüksek çapraz bağlı bir yapıya sahip olduğu için amorf yapıdadır. Genellikle % 55.2 SiO_2 ,% 14.8 Al_20_3 ve % 7.3 B_2O_3' den oluşan "E" camı endüstride yaygın olarak kullanılır. LOI değeri 100 dür [5]. Cam liflerinin özellikleri değişik malzemelerin eklenmesi ile değişik performans seviyelerine ayarlanabilir. Düşük maliyeti, yüksek gerilim mukavemeti, yüksek kimyasal direnci ve mükemmel yalıtma özellikleri cam liflerinin avantajları arasındadır. Düşük gerilim modülü, yüksek yoğunluğu, kullanım esnasında aşınmaya karşı olan duyarlılığı, düşük yorulma direnci ve yüksek sertliği de dezavantajlarıdır [19].

1.5.2.1.2. Asbest

Neredeyse 2000 yıldır ateş tarafından yok edilemeyen tek mineral lif olarak asbest vardı [10]. Asbest; kalsiyum, magnezyum ve demir silikatlarıdır. Yüksek ısılara dayanıklıdır ve genellikle yüksek ısıdan koruyucu alet ve giysi yapımında kullanılır [17].

1.5.2.1.3. Karbon Lifleri

Çoğu karbon elyafı poliakrilonitril ve naylon gibi organik polimer elyafın inert ortamda karbonizasyonu ile elde edilmektedir. Karbonizasyon işlemi 1000°C'de yapılmaktadır ve daha sonra elyaf 1500 ile 2500°C arasında ısıl işleme tabi tutulmaktadır. İyi sürtünme, aşınma ve termal özelliklere sahiptir. LOI değeri 50-55 arasındadır ve çok pahalı olduğu için genellikle uzay, askeri araçlar, raket, tenis kortu gibi özel alanlarda kullanılmaktadır [5].

Karbon liflerinde mukavemet/ağırlık ve modül/ağırlık oranları çok yüksektir. Isıya karşı boyutsal stabilite, yüksek yorulma mukavemeti, yüksek erime noktası ve yüksek katılıkları onların avantajlarıdır. Düşük ani darbe direnci, yüksek elektrik iletkenliği karbon liflerinin dezavantajlarıdır [19].

1.5.2.1.4. Semi-karbon Lifleri

Poliakrilonitril (PAN) liflerinin kısmî karbonizasyonu ile üretilmiştir. Bunlardan Celiox ve Panox mükemmel ısı direncine ve ısı stabilitesine sahiptir. Yanmaz ve erimez ayrıca erimiş metal sıçramalarına dayanıklıdır. Panox lifinden yapılmış Panotex kumaşlar aleve karşı koruyan koruyucu giysiler için idealdir. Panotex kumaşlar 1000°C alev sıcaklığına dayanabilir. Asitlere ve kuvvetli alkalilere karşı dirençlidir. Ayrıca kumaşın hava geçirgenliği iyi olduğu için giyim açısından konforu çok iyidir. Universal karbon lifleri, özellikle polis ve güvenlik kuvvetlerinin elbiselerinde kullanılır. Çünkü bu elbiselerin aleve, asitlere karşı dayanıklı olması, bununla beraber vücut hareketlerinin de serbest olması gerekir. Radyan ısı transferini engellemek için, Panotex kumaşlar genellikle metalle kaplanır. Alüminize edilmiş Panotex kumaşlar ile aleve yakın çalışılır, fakat alevin içerisine girilmez [20].

1.5.2.1.5. Polibenzimidazol (PBI) Lifleri

PBI lifi, ısıya ve kimyasallarla karşı dayanımları ile tekstil özelliklerini bir arada bulunduran yüksek performanslı bir liftir. Bu lif ısı ya da direk aleve maruz kaldığında eriyip damlamaz, büzülmez hatta gevrekleşmez. Çok yüksek sıcaklıklara maruz kaldığında çok az duman ve zehirli gaz çıkarır. İlk sıcaklığına bağlı olarak 300°C. ye kadar yapısını ve mukavemetini korur. Kimyasallara karşı çok dirençlidir. 450°C. ye kadar orijinal ağırlığının % 80. ini muhafaza eder [5]. PBI lifleri, Hoechst - Celanase tarafından üretilmiştir. 815°C. de test edildiği zaman PBI liflerinden yapılmış eldivenlerin asbest esaslı eldivenlerden daha dayanıklı olduğu gözlenmiştir. Pahalı olmalarına rağmen, kimyasal ve termal kombinasyonunun dayanıklı ve konforunun iyi olması nedeniyle koruma giysileri için idealdir [20].

1.5.2.1.6. Teflon - Politetrafloretilen (PTFE) Lifleri

Bu lifler daha çok gözenekli membranlarla kaplanarak, güç tutuşur ve kimyasal dayanımı yüksek olacak kumaşların üretiminde kullanılmaktadırlar [11].

Teflon elyafı, flor esaslı polimerik bir bileşiktir. Yüksek mukavemet ve gerilme dayanımı gösteren uzun zincir yapısındadır. Teflon (politetrafloretilen) 260°C' ye kadar olan sıcaklıklarda yapısını korur ve kısa sürelerde 290 °C. ye kadar dayanıklıdır. Bu sıcaklığın üzerinde saatte % 0.0002' lik kütle kaybı ile süblimleşmeye başlar ve 327°C. de jel halini alır. Bilinen tüm kimyasallara karşı mükemmel bir direnc sahiptir. Kendisi toksik değildir fakat yüksek sıcaklıklarda toksik gazlar açığa çıkarabilir. LOI değeri 100dür [5].

1.5.2.1.7. Polivinilklorid (PVC) Lifleri

Kendi güç tutuşurluk yapısı ve düşük üretim maliyetleri dolayısıyla PVC lifleri elektrik ve haberleşme endüstrilerinde geniş çaplı olarak kullanılmaktadır. PVC homopolimeri normal kullanım sıcaklık aralıklarında kırılgan ve camsı bir polimerdir. Bu sebeple yapısında, eriyik halde eşlenebilirliğini artırabilmek için yumuşatıcı ve stabilizatörler ilave etmek gerekir. Vinil asetat ile vinil kloridin kopolimerizasyonu sonucu; vinilkloridin daha yumuşak bir yapıya sahip olduğu bir polimer yapısı (vinyon lifi) elde edilir. PVC lifinin LOI değeri 32.5' tur ve yanarken duman çıkaran malzemeler arasında yer alır [5].

Bu lifler yanmaz ve alevlenmez. Alevden çıktığında sıcak olmadığı için dokunulabilinir ve deri yanığı riski yoktur. Polivinilidenkloritin yanma davranışı PVC liflerine benzer. Rhovyl, Fransa' da termal giyim için kullanılmaktadır. Döşemelik kumaşlarda sık yer almaktadır. Kloro lifleri suda ne şişer ne de çekerler. Tutuşmayan perdelerin yapımında kullanılırlar. Bu liflerin termal konforu iyi olduğu için de atletik giyimde kullanılmaktadır [20].

1.5.2.1.8. Aramid Lifleri

İlk defa 1961 yılında Du Pont firması tarafından piyasaya sürülen aramid lifler, Nomex ve Kevlar olarak bilinir. Mükemmel termal stabiliteye sahip olan bu lifler 371°C sıcaklıkta erimeden bozunmaya başlarlar. Petro-kimya sanayinde ve itfaiyeci üniformalarında kullanımları tavsiye edilir. Nomex' e göre daha yüksek mukavemete sahip olan Kevlar aynı zamanda mükemmel termal özellikler de sunmaktadır. Nomex'in % 5 Kevlar ile karışımından elde edilen Nomex III lifi yüksek ısıda ya da yanma esnasında bozunmayı engellemektedir. LOI değerleri 32.5' tur [5]. Nomex, Conex gibi metaaramid lifleri sıkça kullanılmakta olup özellikle itfaiyecilik ile ilgili alanlarda, yün gibi geçerli ürünlerin yerini tutmaktadır [21, 22].

1.5.2.1.9. Poliamid-imid Lifleri

Rhone-Poulenc firması tarafından piyasaya sunulan ve Kermel olarak bilinen poliamidimid lifi, sadece diğer lifler ile karışım halinde kullanılması tavsiye edilen yüksek performanslı bir liftir. % 50 Kermel / % 50 güç tutuşur viskoz rayonu karışımı, petrokimya endüstrisinde ve itfaiyeci üniformalarında koruyucu lif olarak kullanılır. Kermel liflerin hafifliği, yumuşak tutumu ve teri vücuttan dışarı atabilme kabiliyeti önemli özellikleri arasındadır. Kimyasallara karşı direnci iyidir. LOI değeri 32' dir [5]. Nomex liflerine benzeyen, Kermel liflerinin diğer liflerle ile karışımları da yüksek LOI değerleri vermektedir. Bu durum Tablo 1.12' de de gözükmektedir.

Tablo 1.12. Kumaş kütlesinin, lif ve karışım oranının LOI' ye etkisi [20]

Karışım	Kumaş kütlesi (g/m2)	LOI
% 100 Güç tutuşur viskoz	250	29.4
% 100 Kermel	250	32.8
	190	31.3
% 50 Kermel - % 50 güç tutuşur viskoz	145	28.7
	255	32.1
	205	29.9

1.5.2.1.10. Fenolik Lifler

Bu lifler yüksek güç tutuşurluk özelliğine sahip, LOI değeri 30-35 olan liflerdir. Tutuşma sıcaklığı 2500°C. nin üzerindedir. Kumaşlar açık aleve maruz kaldıklarında çekme ve bozulma olmaksızın, kısa bir süre dayanabilir. Endüstri, ordu ve spor alanındaki koruma giysilerinde kullanılır [20].

1.5.2.1.11. Kynol Lifler

Fenol formaldehit reçine ön kondenzatı ile elde edilmiştir. Lif, yumuşak ve altın renklidir. Nem içeriği % 6' dır. Kuvvetli ısıtıldığında veya açık aleve maruz bırakıldığında, yavaşça karbonize olur. Kyrol diğer lifler ile karışımı yapıldığında (Nomex, FR-viskos ve modakralik lifler) fiziksel özellikleri gelişir. Kynol, alimünyum ile kaplanabilir. Fransa'da üretilmiş olan bu lif kıvrımlı ve uzundur. Aleve dayanıklıdır. 140°C. de 24 saat kaldığında mukavemet özelliklerinde herhangi bir değişiklik gözlenmez [20].

1.5.2.1.12. Polifenilensülfit (PPS) Lifleri

LOI değeri 34–35' tir. Normal atmosferik koşullarda tutuşma olmaz. Koruma giysisi için uygun bir lif grubudur [20].

1.5.2.1.13. Poliakrilat Lifleri

LOI değeri 43' tür. Bu oldukça yüksek bir değerdir. Aleve maruz kaldığında ne yanar ne de erir. Toksik gaz ve duman oluşturmaz. Koruyucu giysi için oldukça uygun bir liftir.

Güç tutuşur özelliklerine ek olarak kuvvetli asit, alkali ve kimyasallara karşı da koruyucu olduğu için, sıcak gaz ve sıvıların filtrasyonunda kullanılır [20].

1.5.2.2. Liflerin Kopolimerazasyon ve Kimyasal Modifikasyon İle Yapılarının Değiştirilmesi

Kimyasal modifikasyon, polimerin bazı kimyasallarla reaksiyona girerek güç tutuşan ürüne dönüşmesi olarak tarif edilebilir. Kopolimerizasyon işleminde, klor gibi güç tutuşma sağlayıcı elementlerden birini içeren bir monomer, ikinci bir monomer ile polimerleşerek kopolimer oluşturur. Böylece, güç tutuşma sağlayan element, polimerin zincir yapısında yer alır ve polimer yapısı itibariyle güç tutuşur hale gelir [17].

Genellikle giyim amaçlı kullanılan liflerin güç tutuşurluk özellikleri çeşitli adımlarda kimyasal olarak modifiye edilerek geliştirilir [20].

1.5.2.2.1. Akrilik / Modakrilik Lifleri

Akrilonitrilin vinilklorid ya da vinilidenklorid ile polimerizasyonu sonucu güç tutuşan lifler elde edilebilir. Bu lifler % 85 ile % 35 arasında akrilonitril içerirler ve modakrilik lifler olarak adlandırılırlar. Vinil komonomerleri liflerin ısıya karşı dirençlerini düşürdüğü için lifteki içeriği sınırlıdır. Akrilonitrilin vinilidenklorid ile kopolimerleri, yüksek sıcaklıklarda daha iyi bozulma dayanımı göstermesini sağlayan arttırılmış camsı geçiş sıcaklığını temin ederler. Komonomer olarak α-klorometil ya da α-bromometil akrilonitrilleri de güç tutuşma sağlamak için iyi bir yaklaşımdır. Brom, klora göre polimere daha fazla güç tutuşurluk etkisi sağlayacak yönde davranır. Bu sebeple akrilik lifler için komonomer olarak vinilbromür daha çok tercih edilmektedir. Ayrıca vinilbromid içeren lifler, akrilonitril ve vinilidenklorid kopolimeri içerenlerden yüksek sıcaklıklarda daha az büzülme gösterirler [5].

Akrilonitrilin fosfonik asit ya da fosforik asidin dialkil ya da bis-(haloalkil)-vinyl fosfonat, monoalildialkil fosfit gibi alil ya da vinil-esterler ile kopolimerizasyonu da güç tutuşan liflerin eldesi için iyi bir yaklaşımdır [5].

Akrolein ile akrilonitrilin kopolimerizasyonu sayesinde aldehit grupları makromolekül içine yerleştirilir ve hidrolitik olarak dengeli fosfonat yapısını elde etmek üzere aldehit

gruplarının dialkilfosfit ve dialkilamin ile reaksiyona girmesi güç tutuşma sağlar. % 3.5 P içeren liflerin güç tutuşacağı ileri sürülmektedir [5]. Akrilik lifler, hidrazin hidrat/hidroksil amin/su karışımının 5 g/lt ile 95-100 °C' de işleme alındığında LOI değeri 33 olarak elde edilmektedir. Bu gruptaki lifler Acrilan SEF, Orlon FRL ve SEF PLUS' dır. Bu lifler 190°C ye kadar termal stabilite gösterdikleri için koruyucu giysi olarak kullanılabilir. SEF PLUS hava geçirgenliği iyi olduğundan yüksek kaliteli bot örtüleri, yüksek ışık haslığı gerektiren FR perdeleri, çadır kumaşları ve ordu kumaşları için kullanılmaktadır [20].

Modakrilik lifleri, işlenebilirlik, boyanabilme, tutum ve döküm normal tekstil özelliklerini etkilemeksizin yüksek oranda güç tutuşma özelliğine sahip liflerdir. Aynı zamanda diğer sentetik ve tabii liflerle karışım halde kullanılma imkânı da sağlamaktadır. Esasen iki farklı tipte üretilirler. Standart versiyonun LOI değeri 27 diğerinin 31. dir. Kullanım alanları döşemelik kumaşlar, koruyucu giysiler, filtrasyon ve yer kaplamacığıdır [5].

1.5.2.2.2. FR Viskoz Lifleri

FR Viskos çekim öncesinde eriyik içine güç tutuşurluk sağlayan aditifler ve dolguların ilavesi ile elde edilir [10]. Halojen, azot ve fosfor bileşikleri içeren birçok aditifler ile viskos lifleri güç tutuşur yapılabilir. Örneğin; Sadoflam 5060 hem fosfor hem de sülfür içerir [20].

1.5.2.2.3. FR PES Lifleri

Fosfor ve brom içeren güç tutuşur maddeler ile işlem sonucunda güç tutuşur özellikleri gelişir. Bu grup içinde Trevira, Dacron, Heim, GH lifi, Teteron-Exter gibi lifler bulunmaktadır. Polyester liflerine vinilfosfonik asidin etkisi üzerine çalışılmış ve metilenbis (akrilamid) ile düşük molekül aralıklı vinil fosfonik asit etilen glikol ester lif yüzeyine polimerize edilmiştir. Bu şekilde elde edilen etkinin 60°C' de 10 yıkamaya dayanıklı olup, LOI değerinin 28.4. ten yalnızca 27.4' e düştüğü görülmüştür [20].

1.5.2.2.4. FR Nylon Lifleri

Güç tutuşurluk işlemleri ticari olarak bir başarı göstermemiştir. Ancak bu lifler ile çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Son çalışmalardan LOI değeri 31.in üzerinde olan ve erimeyen lifler elde edilmiştir [20].

1.5.2.2.5. FR Yün Lifleri

Yün lifleri herhangibir işlem olmadan da oldukça iyi güç tutuşurluk özelliği göstermektedir. Yün liflerinin tutuşma sıcaklığı pamuğa göre yüksektir ve 600°C' dir. Buna göre LOI değeri de pamuğa nazaran daha yüksektir. LOI değeri 25.2' dir. Yünün güç tutuşurluk eldesinde titanyum, zirkonyum ve hexaflorit-kompleks demir bileşikleri kullanılır [8, 20].

1.5.2.2.6. Güç Tutuşur Selülozik Lifler

Güç tutuşur selülozik liflerin güç tutuşurluğunda en başarılı şekilde uygulanan madde Pyrovatex CP (Ciba-geigy) (N-metiloldimetil-fosfonopropionanit) dir. Bu maddelerin dışında THPC (Tetrahidroksimetil fosfonyumklorür), THPC-üre-NH3 (yani PN sinerjizmi) ile güç tutuşurluk etkisi sağlanır [20].

1.5.2.2.7. Durvil

Durvil lifi, fosfor içeren bir rayondur. Durvil rayonunun termal koruma performans özellikleri güç tutuşur pamuktan % 70 daha iyi fakat Nomex, PBI veya yün gibi liflerden daha kötüdür. Dolayısıyla Nomex ve PBI lifleri ile karışım yapıldığında termal özellikleri ve ısıya karşı direnme özelliklerinin arttığı görünür. % 80/20 Durvil/PBI lif karışımından yapılmış kumaşlar sert ve kırılgandır. Durvil rayonunun mekaniksel ve giyim özelliklerini artırmak için çeşitli karışım oranları seçilir. % 100 güç tutuşur viskostan yapılmış giysiler askeri takım elbiselikleri için, % 40/60 viskon/yün karışımları ise itfaiye üniformaları için uygundur [20]. Çizelge 1.12.' de lif karışımlarının termal - kontektiv test sonuçları görünmektedir.

Tablo 1.13. Farklı lif ve lif karışımlarının termal - test sonuçları [20].

Lif ya da lif karışımı	2. derece yanık için	
	Geçen süre (sn)	Gerekli enerji (J/cm2)
Durvil	6.5	54.2
Nomex	8.9	73.4
% 80 Durvil / % 20 Nomex	4.8	40.3
PBI	7.6	63.4
% 80 Durvil / % 20 PBI	6.3	52.9
Yün	10.5	87.8
% 65 Durvil / % 35 Yün	6.4	53.4
FR-Pamuk	3.8	31.5

1.5.2.2.8. Karvin

Karvin lifi % 5 Kevlar, %30 Nomex ve % 65 FR-Viskos karışımdan elde edilmiştir. Aleve dayanıklı koruyucu giysilerde kullanılmaktadır. Karvinden yapılmış kumaşlar optimum giyim konforu, dayanıklılık ve koruma sağlayan kumaşlardır [20].

1.5.2.3. Sentetik Polimere Lif Çekimi Esnasında Güç Tutuşurluk Sağlayan Kimyasalların İlave Edilmesi,

Sentetik polimerlere güç tutuşur özellik kazandırmak için lif çekiminden önce güç tutuşurluk sağlayan kimyasallar ilave edilir. Bu kimyasallar, organik fosfor bileşiklerini ve antimon oksit ile birlikte organik halojen bileşiklerini içermektedirler. İnorganik güç tutuşurluk sağlayıcılar ise, hidratlı alimünyum, magnezyum hidroksit ve borik asittir. Her güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasal malzeme her tipte polimer için uygun olmayabilir. Dolgu malzemeleri, stabilizatörler ve işlem yardımcı kimyasalları gibi bileşenler arasında oluşabilecek etkileşimler değerlendirilmelidir. Etkin bir güç tutuşurluk temin edebilmek için kullanılan güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasal malzemenin, polimerin bozulma sıcaklığına yakın bir bozunma sıcaklığına sahip olması gerekir [17].

1.5.2.3.1. Poliamid Lifleri

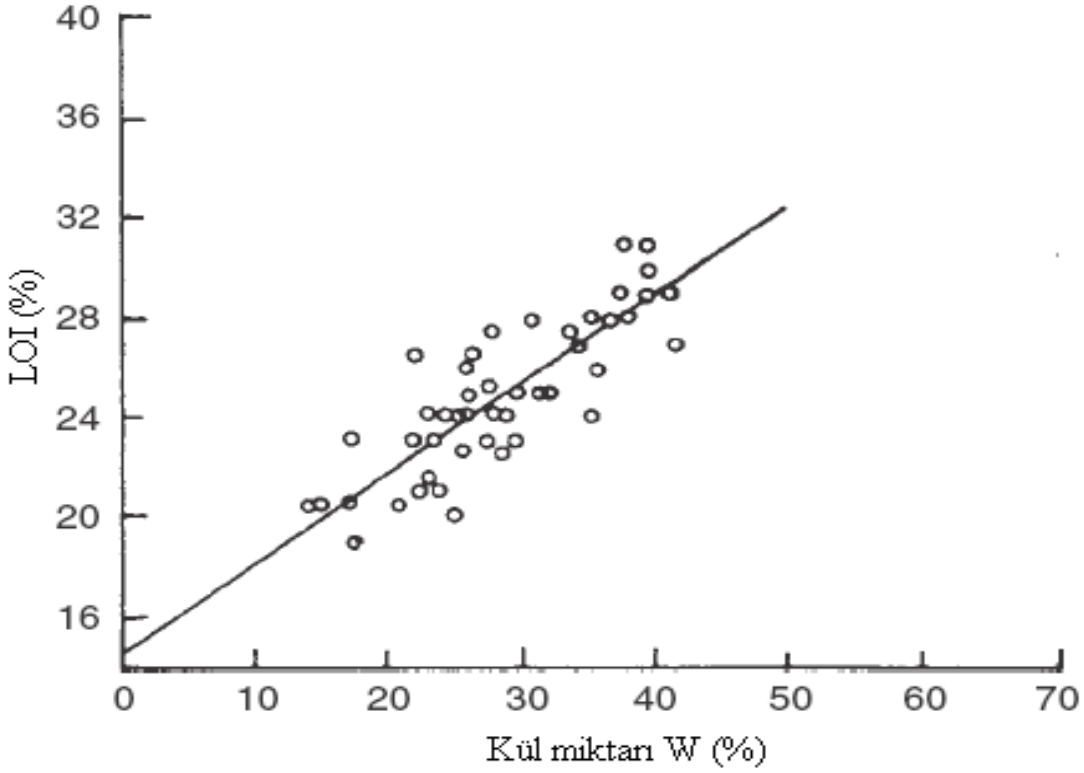
Ticari olarak iki çeşit poliamid lifi vardır. Bunlar yakın camsı geçiş sıcaklığına (Tg: 75 - 80°C) ve erime noktasına (Tm: 220 - 265°C) sahip naylon 6 ve naylon 66' dır. Bu lifler 300°C. de eriyikten çekilerek lif haline getirilir. Eriyikten lif çekim yöntemi, güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasalın ya da komonomerin seçiminde sınırlamalar getirmektedir.

Çünkü seçilen kimyasalların lifin erime sıcaklığında dengede olması ve ancak tutuşma sıcaklığında bozunmaya başlayacak olması gerekmektedir. Hegza kloro siklopentadien, klorludifenil ya da klorludifenil ve Sb_4O_6 türevleri naylon 66 için uygun güç tutuşurluk sağlayıcılardır ve bu katkı maddeleri eriyikten lif çekim işlemi sıcaklıklarına dayanıklıdır [17].

1.5.2.3.2. Akrilik Lifleri

Akrilik lifler akrilik elyafı dimetil aset amit ve sulu $ZnCl_2$ ya da soydum tiyosiyanat çözeltisinden yaş çekim metodu ile çekilir. Akrilik lifler için eğirme çözeltisi içine güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasalın ilave edilmesi uygun bir metottur. Alkilli yan zincirinde genellikle halojen içeren fosforik ya da forfonik asit esterleri akrilik lifler için uygun katkı maddeleridir. Bununla birlikte tris-(2,3-dibromo-propil) fosfat, trialkil fosfat ve Sb4O6 ve halojen karışımları etkin güç tutuşurluk sağlayıcı katkı maddeleridir [17].

Şekil 1.4' de akrilik polimerlerin çeşitli alev geciktiricilerle LOI yanma koşulları altında LOI - kül miktarı ilişkisi ve Tablo 1.13'te ise LOI değeri ve kül miktarı görülmektedir.



Şekil 1.4. Akrilik polimerlerin çeşitli alev geciktiricilerle LOI yanma koşulları altında LOI - kül miktarı ilişkisi [10].

Tablo 1.14. Çeşitli alev geciktiricilerle muamele görmüş akrilik liflerinin LOI değeri ve kül üretimi [10].

Polimer	Alev Geciktirici	LOI (%)	LOI' de ki kül kalıntısı	% 31 O2' de kül kalıntısı	500 °C' de kül kalıntısı [a]
PAN	-	19.0	17.3	11.8	19.7
	Amonyum dihidrojenfosfat	27.0	34.4	32.0	-
P(AN-VA), %10 Vinil asetat	-	20.4	14.9	13.2	22.0
	Amonyum dihidrojenfosfat	31.0	39.8	39.8	52.0
	Amonyum polifosfat	31.0	38.1	38.1	62.1
	Diamonyum hidrojenfosfat	30.0	-	-	47.5
	Sandoflam . 5060	27.0	-	-	42.5
P(AN-MA) %10 MA (metilakrilat)	-	20.4	20.8	15.9	27.7
	Amonyum polifosfat	29.0	39.1	37.7	65.2
	Amonyum dihidrojenfosfat	28.0	36.7	35.0	58.9
	Diamonyum hidrojenfosfat	27.0	41.7	40.0	60.4
	Antiblaze CUS	27.0	34.3	33.0	-
	Kırmızı fosfor	26.5	22.0	20.6	40.1
	Sandoflam-5060	26.0	35.8	33.3	40.3
	Flacavon-TOC	26.0	29.6	27.3	42.5
	Proban CC	24.0	28.9	27.8	43.6
	Üre	23.0	17.0	16.1	36.6
	Sodyum dihidrojen fosfat	23.0	21.9	20.4	29.2
	Tio üre	23.0	26.0	25.0	42.5
	Çinko fosfat	22.7	23.0	22.0	-
	Çinko borat	22.6	24.5	23.5	-
	Hexa [b] + atimonoksit	27.5	27.8	-	41.5
	Hexa	26.5	26.4	-	33.0
	Deca [c]	25.0	26.2	-	33.5
	Deca + antimonoksit	25.2	27.6	-	40

[a] Kül miktarı 500 °C' de izotermal pirolizle elde edildi ve 200 s' de hesaplandı

[b]Hexabromocyclododecane [b] Dekabromodifenil oksit.

1.5.2.3.3. Polyester Lifleri

Polyester lifleri, tereftalik asit ve etilen glikolün yaklaşık 300°C' de trans esterifikasyon reaksiyonu sonucu elde edilir ve eriyikten lif çekim metodu ile çekilir. Bu sebeple PET'in güç tutuşurluk işleminde kullanılacak katkı maddesinin bozunmaksızın bu sıcaklığa dayanması gerekir. Bu işlem şartlarını sağlayan dimetilfosfit, PET lifine % 1.7 P katarak onu güç tutuşur hale getirmektedir. Aynı zamanda tris-(2,3-dibromo propil) fosfat da PET için uygun bir katkı maddesidir [17].

1.5.2.3.4. FR Pamuk Lifleri

Pamuk için kullanılan güç tutuşurluk maddeleri, katı fazlı etki göstermektedir. Selülozik liflerin yıkamaya dayanıklı güç tutuşurluk işlemleri, fosfonyum bileşikleri kullanılarak yapılmaktadır. Bu işlemde iki çeşit fosfor içeren madde kullanılmaktadır:

• Yüksek oranda çapraz bağlı polimerik reçineler

• Selülozla kovalent bağ oluşturan reaktif kimyasallar [8].

1.5.2.4. Kumaşın Güç Tutuşurluk Sağlayan Kimyasallarla Muamele Edilmesi

Tekstil terbiyesinde kullanılan güç tutuşurluk sağlayacak kimyasal malzemeler, genel olarak reaktif olan ve reaktif olmayanlar olmak üzere iki sınıfta toplanabilir. Benzer bir sınıflandırma da güç tutuşturucunun kumaş ile (kumaş polimerleri ile) reaksiyona girip girmemesine göre yapılabilir. Reaktif olmayan sınıf, çoğu tuzlardan oluşan organik ve inorganik bileşiklerdir. Bunlar ucuzdurlar ve yıkama banyosunda çözünüp çözünmediğine bağlı olarak yıkanmaya dayanıksız ya da yarı dayanıklıdır. Reaktif tipte bir güç tutuşturucu ile kumaş muamele edildiğinde standart ev tipi yıkamaya dayanıklı güç tutuşma etkisi elde edilir [17].

Güç tutuşurluk sağlayıcı maddelerin etki prensipleri:

Kaplama Teorisi: 1821. de Gay-Lussac, çok etkili güç tutuşurluk sağlayıcı tuzların ya düşük erime noktalı ve ısıtıldığında eriyerek kumaş yüzeyini kaplayıp Oksijen girişini önleyen yani alevi boğan ya da ısıtıldığında yanıcı olmayan gaz ürünlere bozunarak gaz fazı bastıran yapıya sahip olduklarını belirtmiştir. Örneğin; Kumaş yüzeyinde oluşan erimiş borax filmi oksijenin kumaş içine nüfuziyetini engelleyecek ve yanma reaksiyonun ilerlemesini durduracaktır. Karbonatlar, boratlar ve amonyum tuzları iyi birer kaplama malzemeleridir. Bu malzemeler yanma esnasındaki yakıt tüketimini

azaltırlar. Çünkü polimerin gaz halindeki hidrokarbonlara bozunması için gerekli olan ısıyı engellerler [17].

Kimyasal Teori: Bazı güç tutuşma sağlayıcı kimyasal malzemeler kumaşın piroliz rotasını değiştirerek, depolimerizasyonu en aza indirip, yanıcı atıkların oluşumunu (örneğin selüloz için levo-glukozan) azaltıp, dehidrasyonu teşvik ederek su ve katı kül oluşumunu artırırlar [17].

Termal Teori: Lifin yanması için verilen enerji ile hem lif hem de güç tutuşma sağlayacak olan madde parçalanmaktadır. Yanma sırasında bu kimyasal maddelerin parçalanması yanma enerjisini büyük bir kısmının bu amaçla harcanmasına neden olmaktadır. Endotermik olarak parçalanan güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasallar bu teori için çok uygundur. Örneğin; Antimon oksiklorit, 245°C ile 565°C arasında üç endotermik adımla antimon triklorit oluşturur [17].

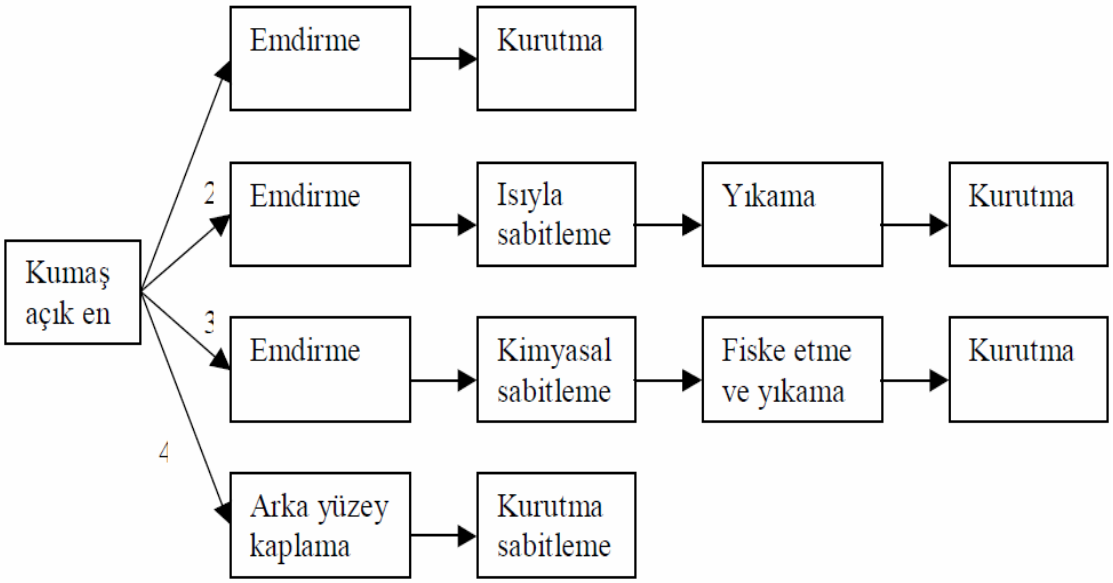
Serbest Radikal Teorisi: Yanma için verilen ısı enerjisi ile güç tutuşma sağlayacak madde gaz ürünler açığa çıkarır. Bu gazlar polimerin yanması esnasında oluşan radikallerle reaksiyona girerek yanma ısısının polimer yüzeyine geri dönmesini engeller. Bir polimeri güç tutuşur hale getirmek için gerekli olan halojen miktarı, sisteme ilave edilen serbest radikal başlatıcıların miktarı ile büyük ölçüde azalmaktadır. Mekanizma, polimere hücum eden başlatıcı ile olan daha sonra polimer radikalleri ile halojen bileşikler arasındaki reaksiyona bağlı olarak gerçekleşmektedir. Halojenli güç tutuşurlar bu mekanizma için en uygun ve en çok kullanılan güç tutuşma sağlayıcılardır [17].

Simültane reaksiyonlar: Yanma mekanizmalarının çoğu birbirine bağlıdır. Birkaç güç tutuşma mekanizmasının birlikte gerçekleşmesi en iyi tutuşma etkisini sağlayacaktır. Pratikte metal oksitler halojenli güç tutuşurlar ile birlikte kullanılır. Antimon oksitin klorlu parafinlerle birlikte kullanılması gaz ve kimyasal teorinin aynı anda gerçekleşmesine iyi bir örnek teşkil etmektedir. Klorlu ürün, yanma esnasında termik bozunmaya uğrayarak hidrojen klorit açığa çıkarırlar. Oluşan HCI antimon oksit ile reaksiyona girerek antimon klorit ve oksikloritler verirler. Böylece alevin yayılması bastırılmış ve yanma reaksiyonun kimyasal modifikasyonu sağlanmış olur. Fakat elyafa bu kimyasalların aktarılması oldukça zordur. Güç tutuşma sağlayan kimyasallar

genellikle altı elementin kullanım esasına dayanmaktadır. Bunlar fosfor, antimon, klor, brom, bor ve azottur. Bu element bileşiklerinin bir çoğu malzemelere güç tutuşma özelliği kazandırmak için sentezlenmiştir [17].

Güç tutuşur kumaş elde etmek için ya yapısı itibariyle güç tutuşan lifler kullanmak ya kimyasal işlemlerle kumaşı güç tutuşur hale getirmek ya da her iki yöntemi birden kullanmak gerekir. Yapısı itibariyle güç tutuşan lifler poliaramid veya diğer aromatik yapılarda olduğu gibi termal olarak stabil olan bir kimyasal yapıya sahiptirler ya da sentetik lif imali esnasında lif çekiminden önce polimere güç tutuşma sağlayıcı kimyasalların katılmasıyla ya da FR polyesterdeki gibi liflerin kopolimerizasyon ve kimyasal modifikasyon ile yapılarının değiştirilmesi ile elde edilirler. Güç tutuşurluk terbiye işlemleri ise; kumaş yüzeyine ya da tamamına uygulanan terbiye işlemi sonrasında son lif yapısının bir parçasına dönüşen fonksiyonel terbiye işlemlerini içerir [17].

Polimere güç tutuşurluk sağlayıcı katkı maddeleri ilavesi problem oluştursa da yapısı itibariyle güç tutuşan liflerden elde edilen kumaşlar yıkama ve kullanım ömrü açısından en dayanıklı kumaşlardır. Kimyasal terbiye işlemleri ise dayanıklı güç tutuşma sağlayan kimyasal malzemenin lif yüzeyine yapışma ya da moleküler olarak life bağlanma kuvvetine bağlıdır. Bazı terbiye işlemleri oldukça yüksek kullanım dayanımı sağlamasına rağmen bazı kimyasal malzemelerin belli bir miktarın üzerinde kullanılması kumaşın kullanım özelliklerini bozmaktadır. Başarılı bir güç tutuşurluk terbiyesi için, kabul edilebilir güç tutuşma seviyelerini uygun maliyet ve klasik tekstil terbiye ve kaplama cihazları ile gerçekleştirebilmek gereklidir. Şekil 1.9.' da kumaşlara güç tutuşurluk terbiyesinin uygulama metotları görülmektedir [17].



Şekil 1.5. Kumaşlar için sık kullanılan güç tutuşurluk işlemleri [17].

1. Metot, çoğu dayanıksız ve amonyum fosfat gibi suda çözünebilen güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasallar ile terbiye işlemi için basit emdirme tekniği göstermektedir [17].

2. Metottaki işlem akışı kırışmaya karşı direnç ya da diğer ısıyla iyileştirme yapılan tekstil terbiye işlemleri ile aynı sırayı takip eder. Güç tutuşma terbiyesinde ise Pyrovatex, Afflamit ve şimdilerde çok kullanılan Antiblaze TFR1 (Albright ve Wilson'un 1998' de piyasaya tanıttığı bir ürün) gibi fosfonamit sistemlerinin uygulanması için çok uygun bir metottur. İşlem, fosforik asit gibi katalizörlere ihtiyaç duyduğu için yıkama aşamasında mutlaka alkali bir nötralizasyon işlemi yapılmalıdır. Aynı işlem sırası, yarı kalıcı terbiye işlemleri için yıkama aşaması çıkarılarak takip edilebilir. Burada ısıl sabitleme aşaması terbiye maddesi ile selüloz arasında bir etkileşim olmasına müsaade eder ve elde edilen güç tutuşur kumaş suda çalkalama ve hafif yıkama işlemlerine kısmen dayanıklı hal alır. Bunun için en iyi örnek amonyum fosfat ile yapılan terbiye işlemidir. Burada apre, kumaşa 160°C. de sabitlenir ve selülozun fosforilasyonu bir parça artar [17].

3. Metot, THPC esaslı Proban işlemi için en uygun işlem akışıdır. Bu işlem terbiye maddesinin lifle polimerizasyonun sağlanması için amonyak gazı ile iyileştirme işleminin yapılmasını gerektirir. Bu yolla, tetrakis hidroksi metil fosfonyum kloridin (THPC) kondensatı olan Proban CC ve üre kumaşa emdirilip kurutulduktan sonra

kondensat ile çapraz bağı yapan bir amonyak reaktöründen geçirilir. Bu sayede kumaşa çözünmeyen polimerik terbiye maddesi aktarılmış olur. Terbiye işleminin dayanıklılığı için son yıkama ve kurutma işlemlerinden önce oksitleyici fiske işlemi uygulanmalıdır [17].

4. Metotta arka yüzey kaplanma işleminde güç tutuşma sağlayan kimyasal malzeme bir bağlanma patı ile kumaşın arka yüzeyine aktarılır. Bu yolla kumaşın ön yüzünün estetik görünümü korunmuş olur. Bununla birlikte güç tutuşturucun sağlayacağı etkiyi kumaşın arka yüzeyinden tüm kumaşa nakledebilecek özelliğe sahip olması istenir. Bu yüzden kaplama işlemi için kullanılan güç tutuşturucular gaz faza aktif amonyum-brom ya da diğer halojenli yapıları içeren malzemeler arasından seçilir. Bu metod genellikle döşemelik kumaşların terbiye işlemi için tercih edilir [17].

1.5.3. Tekstillere Güç Tutuşurluk Kazandırma Tekniklerinin Dezavantajları

Bu metodlar, geniş bir çeşitlilikle liften kumaşa kadar geniş uygulama alanları bularak gelişmiştir. Fakat yinede dezavantajları vardır [17].

Güç tutuşurluk temin eden aprelerin dezavantajları şunlardır:

- Bazıları kanserojen etkiye sahiptir. Örneğin; tris-(2,3-dibromo-propil)fosfat, 1977 yılında CPSC tarafından yasaklanmıştır. Kullanımda olan bir çoğunun ise ekotoksolojik riskleri tam olarak bilinmemektedir.

- Bileşiklerin bazıları kumaşın tutumunu etkilemekte ve sertlik vermektedir. Bazı apreler yıkama ve kuru temizleme sonrası etkinliklerini kaybetmektedir. Fosfatlı deterjanlarla kumaşın yıkanması sonucu özellik yeniden kazanılsa da bu defa fosfatın suyu kirletmesi söz konusudur [17].

Lif çekimi esnasında polimere güç tutuşurluk sağlayacak kimyasalların ilave edilmesinde şu dezavantajlar vardır:

- Aynı gruptaki standart liften daha pahalıdırlar.
- İplik haline getirmek ve dokuyabilmek daha zordur.
- Daha sert bir tutum verirler.
- Özel terbiye ve boya tekniğine gerek duyarlar.
- Işık ve renk haslıkları problem oluşturabilir.
- Kullanılacak dikiş ipliği de ürünün yapısına göre seçilmelidir [17].

Özel üretilmiş güç tutuşan liflerin de şu dezavantajları vardır:

- Bu lifler genel olarak modifiye liflerden daha pahalıdır.
- Estetik kaliteyi sınırlarlar, terbiye ve boyanma teknikleri sınırlıdır [17].

2. Bölümde poliamit 6 lifleri hakkında genel bilgiler verilecektir.

2. BÖLÜM

2.1. Poliamid Liflerinin Tarihçesi

Günlük yaşamda naylon öylesine çok kullanılmaktadır ki, 1938'den önce böyle bir maddenin olmadığına inanmak zordu. Dokumacılıkta kullanılan maddelerin içinde en iyisi, ama en pahalısı ipektir. Bu nedenle bilim adamları yaklaşık 300 yıl süreyle ipeğin ucuz bir taklidini yapmaya çalıştılar. 1900'den sonra daha da artırılan bu çabalar sonucu ilk büyük başarı 1929'da elde edildi. ABD'li kimyacı Wallace Hume Carothers'in başkanlığındaki bir grup organik kimyacı naylonu buldu. Ondan önce de birçok yapay ipek (rayon) türü üretilmişti; ama bunların hiçbiri doğal ipek kadar dayanıklı ve kullanışlı değildi. Bilim adamları yapay ipeği bulmak için yaptıkları çalışmalarda ipekböceğinin ipek ipliğini üretme yönteminden yararlandılar. İpek lifleri, ipekböceğinin başındaki iki küçük delikten salgıladığı yoğun bir sıvıdan oluşuyordu. Deliklerden çıkan sıvı, havanın etkisiyle sertleşip iki ince lif oluşturuyor, başka iki salgıbezinin salgıladığı ipek zamkı da bu lifleri birbirine yapıştırıyordu [23].

Bilim adamları, ipeğe benzer bir madde yapmak için yoğun bir sıvının küçük deliklerden püskürtülmesi gerektiğine karar verdiler. Bu sıvının deliklerden çıkar çıkmaz sertleşmesi, yani ısıtılınca eriyen, soğur soğumaz da katılaşan bir madde olması gerekiyordu. İşte naylon böyle bir özelliğe sahipti; lifler eritilmiş naylondan yapılabilirdi. Carothers, daha naylonu üretip lif haline getirmeyi denemeden önce bu maddeden lif yapılabileceğinden emindi. Çünkü ipeğin yanı sıra pamuk ve yünün de dokumaya çok elverişli iyi lifleri olmasının nedenini biliyordu [23].

Eğer bir parça yün ipliğini alıp bükümlerini açarsanız ipliği oluşturan yün liflerini tek tek çekip çıkarabilirsiniz. Bu liflerden bazıları yaklaşık 10 cm uzunluğundadır; ama kalınlıkları ancak bir mikroskop kullanılarak ölçülebilir. Mikroskopla bakıldığı zaman bir yün lifinin kalınlığının yaklaşık 0,025 mm olduğu görülür. Bu durumda, bir yün lifinin boyu, kalınlığının yaklaşık 4.000 katıdır. İpek filamanları ise (çok uzun liflere filaman denir) yün liflerinden çok daha uzun ve çok daha incedir; bu nedenle de uzunluklarının kalınlıklarına oranı çok büyüktür. Dokumacılıkta kullanılan liflerin uzunluklarının, kalınlıklarına göre böylesine fazla olmasının nedeni, bu lifleri oluşturan moleküllerin kendilerinin de çok ince ve uzun olmasıdır.

Zincire benzeyen bu moleküllere polimer adı verilir. Bir ipek filamanının kalınlığını, yan yana dizilmiş olan 10 bin kadar polimer oluşturur. Filaman boyunca uzanan polimerler, birbirlerine sıkıca kenetlendikleri için ipek çok dayanıklıdır [23].

Carothers, ipeğe benzeyen lifler elde etmek için önce uygun polimerler bulup onları üretmek zorundaydı. İpek filamanında bulunan polimerlerin aynısını yapmak çok zordu; ama Carothers onlara çok benzeyenleri yapmayı başardı. Bu amaçla izlediği yol, uzun bir molekül zinciri elde etmek için zincirin halkalarını oluşturacak kısa molekülleri birbirine bağlamaktı. Bunun için her ikisi de benzenden iki tür molekül kullandı. Bir tür molekülü benzeni oksitleyerek elde etti; bu türü amonyakla işleme sokarak da öbür türü elde etti. Birbirine bağlanarak bir zincir oluşturan bu iki tür molekülün bağlanışını anlayabilmek için, bunlardan birinin uçlarında çengeller, öbür türünün uçlarında da bu çengellerin takılabileceği yuvalar varmış gibi düşünebiliriz. İlk naylon türü tek tür molekülden yapılmıştı. Bu molekülün bir ucunda çengel, öbür ucunda çengelin takılacağı bir yuva vardı. Daha sonraları iki ayrı tür molekülle zincir oluşturmanın, üretimi ucuzlattığı görüldü [23].

Molekül zinciri oluşturularak elde edilen naylon, önce eritilerek bir yarıktan dışarı püskürtülür. Böylece bir naylon şerit ya da kurdele elde edilir. Suda hızla soğutulan bu şerit daha sonra, yonga adı verilen küçük parçalara ayrılır. Naylon filaman elde etmek için bu yongalar eritilir ve düse denen, üzerinde çok küçük delikler bulunan bir memeden püskürtülür. Eğer 15 filamandan oluşan bir iplik elde etmek isteniyorsa 15 delikli bir düse kullanılır. Düseden çıkan erimiş naylon havayla karşılaştığı anda katılaşır. Oluşan 15 filaman tek bir iplik olarak bir bobine sarılır.

Ama bu naylon iplik örgü ya da dokuma için kullanılmaya elverişli değildir; kullanmadan önce germe işleminden geçmesi gerekir. Gerilmeden önce filaman içindeki molekül zincirleri karmakarışık durumdadır. İplik gerilince bu moleküller filaman boyunca belli bir düzene girer ve yan yana gelen moleküller birbirine sıkıca kenetlenerek ipliği güçlendirir. Germe işlemi, ipliğin iki çift merdane arasından geçirilmesiyle kolayca yapılır. Bu yönteme soğuk çekme denir; çünkü iplik soğukken gerilir [23].

Molekül zinciri oluşturularak elde edilen naylon, önce eritilerek bir yarıktan dışarı püskürtülür. Böylece bir naylon şerit ya da kurdele elde edilir. Suda hızla soğutulan bu şerit daha sonra, yonga adı verilen küçük parçalara ayrılır. Naylon filaman elde etmek için bu yongalar eritilir ve düse denen, üzerinde çok küçük delikler bulunan bir memeden püskürtülür. Eğer 15 filamandan oluşan bir iplik elde etmek isteniyorsa 15 delikli bir düse kullanılır. Düseden çıkan erimiş naylon havayla karşılaştığı anda katılaşır. Oluşan 15 filaman tek bir iplik olarak bir bobine sarılır. Ama bu naylon iplik örgü ya da dokuma için kullanılmaya elverişli değildir; kullanmadan önce germe işleminden geçmesi gerekir. Gerilmeden önce filaman içindeki molekül zincirleri karmakarışık durumdadır. İplik gerilince bu moleküller filaman boyunca belli bir düzene girer ve yan yana gelen moleküller birbirine sıkıca kenetlenerek ipliği güçlendirir. Germe işlemi, ipliğin iki çift merdane arasından geçirilmesiyle kolayca yapılır. Bu yönteme soğuk çekme denir; çünkü iplik soğukken gerilir [23].

Naylon dokuma ipliği dayanıklı ve aşınmaya karşı dirençli olmasının yanı sıra gerilerek uzunluğunun beşte biri kadar uzatılabilir. Bu özelliği nedeniyle paraşüt ve planör çekme halatı gibi maddelerin yapımında ipeğin yerini almıştır. Naylonun kullanım alanları, kadın çorabı ve gömleklerden her türlü iç çamaşırına kadar uzanır. Naylon, yün ve pamuktan çok daha az su soğurduğu için naylon giysiler yün ve pamuktan yapılmış olanlardan çok daha çabuk kurur. Naylon filamanları kısa kısa kesilip yün ve pamuk gibi başka liflerle karıştırılarak da kullanılabilir. Bu tür yün ve naylon lifi karışımından yapılan dokuma ipliği aşınmaya karşı çok dayanıklıdır ve erkek çorabı yapımında kullanılır. Daha dayanıklı olması için yün çorapların burun ve topuk örgüsünde naylon iplik kullanılır. Naylon lifler halı dokumada, halat, balık ağı ve fırça kılı yapımında kullanılır. Naylon çok az su soğurduğu için sürtünmeyle kolayca elektriklenerek havadaki toz parçacıklarını çeker. Bu nedenle naylon çok kolay kirlenir. Naylonun bir başka sakıncası da güneş ışığında direncini yitirmesidir

Naylon, katı plastik biçiminde de kullanılır. Mutfaklarda kullanılan karıştırıcıların ve çocuk oyuncaklarının dişli çark ve yataklarının yapımında, perde çengeli ve başka birçok eşyada da naylondan yararlanılır. Bu tür eşyanın yapımında kullanılan naylon püskürtme döküm denen bir yöntemle biçimlendirilir. Naylon sıvıyken çok iyi akma özelliği gösterdiği için karmaşık biçimli bir kalıbı kolayca doldurabilir. En dayanıklı ve

en zor aşınan plastik olma özelliğinin yanı sıra naylon, kimyasal maddelerden etkilenmeme ve yüksek sıcaklığa dayanma gibi özellikler de taşır. Sürtünme katsayısının düşüklüğü nedeniyle, yüksek aşınma beklenen yerlerde kullanılmaya da çok elverişlidir [23].

Naylon, katı plastik biçiminde de kullanılır. Mutfaklarda kullanılan karıştırıcıların ve çocuk oyuncaklarının dişli çark ve yataklarının yapımında, perde çengeli ve başka birçok eşyada da naylondan yararlanılır. Bu tür eşyanın yapımında kullanılan naylon püskürtme döküm denen bir yöntemle biçimlendirilir. Naylon sıvıyken çok iyi akma özelliği gösterdiği için karmaşık biçimli bir kalıbı kolayca doldurabilir. En dayanıklı ve en zor aşınan plastik olma özelliğinin yanı sıra naylon, kimyasal maddelerden etkilenmeme ve yüksek sıcaklığa dayanma gibi özellikler de taşır. Sürtünme katsayısının düşüklüğü nedeniyle, yüksek aşınma beklenen yerlerde kullanılmaya da çok elverişlidir [23].

Naylon, katı plastik biçiminde de kullanılır. Mutfaklarda kullanılan karıştırıcıların ve çocuk oyuncaklarının dişli çark ve yataklarının yapımında, perde çengeli ve başka birçok eşyada da naylondan yararlanılır. Bu tür eşyanın yapımında kullanılan naylon püskürtme döküm denen bir yöntemle biçimlendirilir. Naylon sıvıyken çok iyi akma özelliği gösterdiği için karmaşık biçimli bir kalıbı kolayca doldurabilir. En dayanıklı ve en zor aşınan plastik olma özelliğinin yanı sıra naylon, kimyasal maddelerden etkilenmeme ve yüksek sıcaklığa dayanma gibi özellikler de taşır. Sürtünme katsayısının düşüklüğü nedeniyle, yüksek aşınma beklenen yerlerde kullanılmaya da çok elverişlidir [23].

Naylon, katı plastik biçiminde de kullanılır. Mutfaklarda kullanılan karıştırıcıların ve çocuk oyuncaklarının dişli çark ve yataklarının yapımında, perde çengeli ve başka birçok eşyada da naylondan yararlanılır. Bu tür eşyanın yapımında kullanılan naylon püskürtme döküm denen bir yöntemle biçimlendirilir. Naylon sıvıyken çok iyi akma özelliği gösterdiği için karmaşık biçimli bir kalıbı kolayca doldurabilir. En dayanıklı ve en zor aşınan plastik olma özelliğinin yanı sıra naylon, kimyasal maddelerden etkilenmeme ve yüksek sıcaklığa dayanma gibi özellikler de taşır. Sürtünme

katsayısının düşüklüğü nedeniyle, yüksek aşınma beklenen yerlerde kullanılmaya da çok elverişlidir [23].

2.3. Poliamid Liflerinin Tanımı ve Önemi

Poliamid liflerinin genel grubu, poliamid molekülünün tekrarlanan amid gruplarındaki karbon atomları sayısına göre sınıflandırılır ve bunlardan üç tanesi, Naylon 6.6, Naylon 6 ve Naylon 11, endüstriyel öneme sahiptir. Poliamid lifleri içerisinde en çok üretilen ve tüketilen iki tür vardır. Bunlardan biri heksametilen diamin ile adipik asitten oluşan Naylon 6,6; diğeri ise ω – amino heksanoik asitten elde edilen Naylon 6'dır. Naylon eriyikten üretim tekniği ile filament haline getirilir. Kömür ve katran'dan elde edilen hekzametilen adipamid Naylon 6.6 'nın ana bileşenidir [23].

İkinci dünya savaşının sonundan beri naylon 6 ve naylon 6.6 sentetik poliamid lifler arasında dünya ticaretinde önem kazanmış çeşitlerdir. Bunların üretimi hızla artmış ve kullanılma alanları genişlemiştir. Bugün hemen bütün endüstrileşmiş ülkelerde nylon üretilmektedir. Naylon lifleri tekstil alanında olduğu gibi, endüstrinin birçok uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Naylon 6 ve Nylon 6.6 lifleri, poliamidlere duyulan gereksinimin hemen hemen tümünü karşılamaktadır. Bunların dışında diğer poliamid lifleri de üretilmekte ise de, bunların kullanılma alanları çok özel amaçlarla yapıldığı için geniş değildir. Bunlara karşın Naylon 6 ve Naylon 6.6' nın çok yanlı kullanılabilmesi yıllarca yapılan çeşitli araştırmalar sayesinde gerçekleştirilmektedir. Bu araştırmalarla aynı lif çeşitlerinin birçok modifikasyonları da elde edilmiştir. Naylon 6, aslında 6-amino caproic asid ($NH_2(CH_2)_5COOH$)'in bir polimeridir [23].

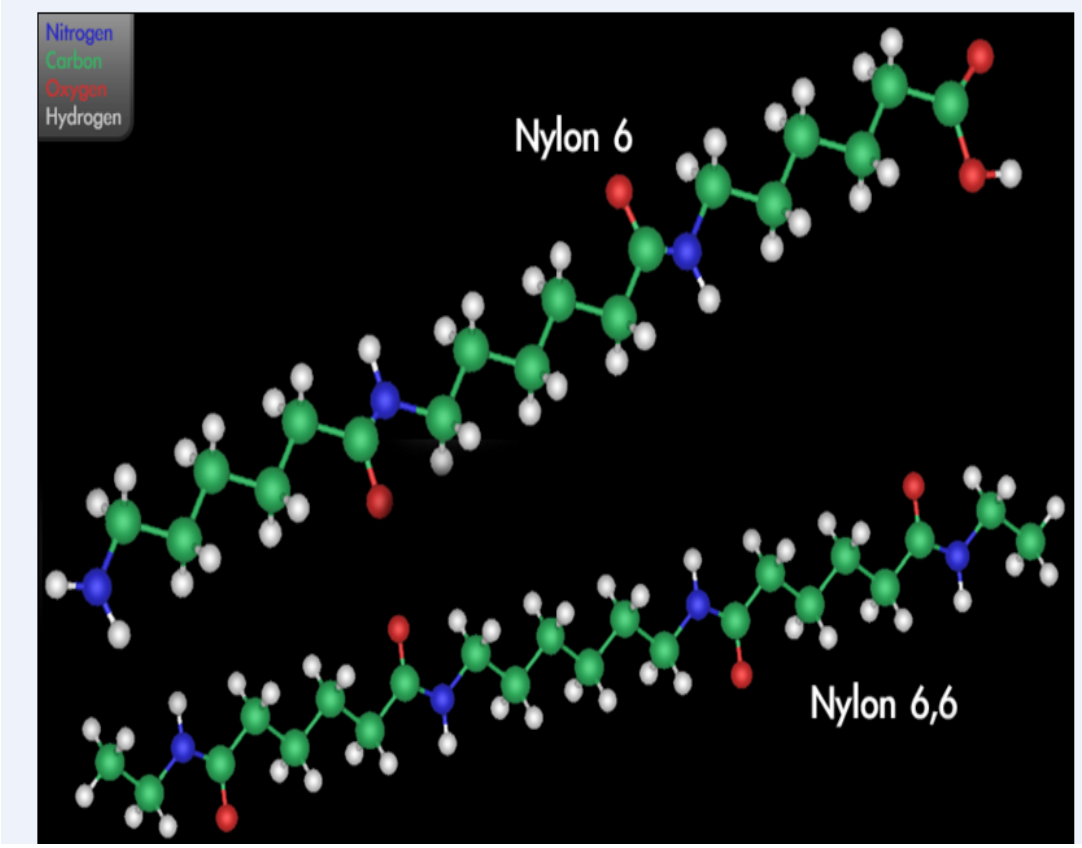
Genel Formülü:

$$H\,[-NH_2\,(CH_2)_5\,CO-]\,n\,OH$$

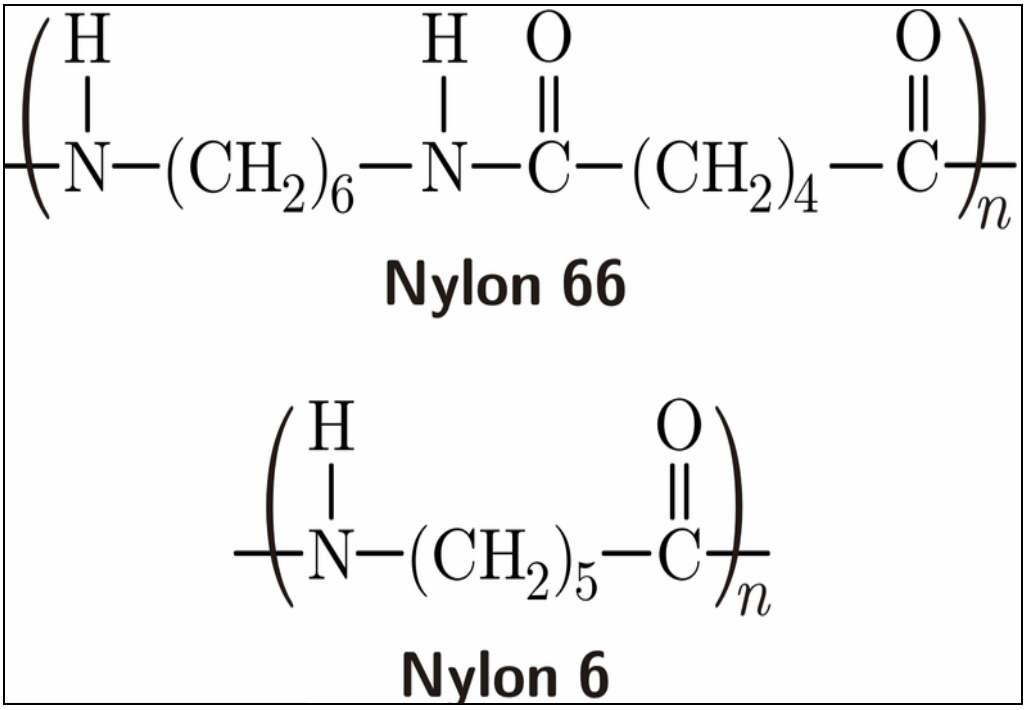
Olarak gösterilir. Burada (n) değeri yaklaşık olarak 200'dür. Bu madde ilk önce 1899 yılında S. Gabriel ve T.A. Massas tarafından sert bir poliamid madde olarak elde edilmiştir. Fakat o zamanlar bu maddeden uygulama alanında bu derece yararlı olabileceği düşünülmemiştir. Carothers tarafından, poliamid üretim alanında, yapılan araştırmalar sırasında kaprolaktam'ın kondenzasyonu suretiyle polimerize edilmiştir. Bu polimerden lif yapılabileceği ilk olarak 1932 yılında ortaya konmuştur. Bu policaproamide, tekstil lifi olarak daha sonra ticarete sürülebilecek birçok poliamidlerden sadece bir tanesi idi. Anımsanacağı gibi, polihexametilen adipamide

maddesinden Naylon 6.6 lifi daha sonra elde edilmiş ve kısa bir süre sonra piyasaya sevk edilmiştir. Bununla beraber kaprolaktam üzerinde sürdürülen çalışmalar aynı firma tarafından geliştirilmiş ve sonunda ticarete sürülebilecek bir lif haline getirilmiştir [23].

A.B.D. deki polimerler üzerinde yapılan araştırmalara paralel olarak Avrupa'da, özellikle Almanya' da, benzer araştırmalar sürdürüldüğünden (Farbeindüstrie A.G. Firması) 1937 yılında Paul Schlack tarafından poliacaproamide'den lif çekilebilmiştir. Fakat bunun pratik olarak ticarete intikali, 1939 yılından önce olmamıştır. İkinci dünya savaşı sırasında policaproamid lifleri Almanya' da üretilmiş ve (Perlon L) adıyla anılmıştır. Savaş sırasında bu lifler yalnız ordu ihtiyacında kullanılmıştır. Özellikle paraşüt ve paraşüt aksamı yapımında birçok gereksinmeleri karşılamıştır. Savaş sonunda Almanya'daki perlon üretilen fabrikalar sökülerek başka ülkelere götürülmüş olmasına rağmen, Batı Almanya'nın ilgili birkaç firması 1949 yılından sonra Boblingen'de yeni kurdukları tesislerle bu lif üretimini yeniden başlatmışlar ve hızla yayılmasını sağlamışlardır. Bu dönemde İngiltere'de ve diğer ülkelerde de poliamid liflerinin üretimine geçildiği ve hızla yayıldığı görülmektedir. Bilindiği gibi, Naylon 6 lifleri monofilament, multifilament, stapel ve tow lif ve iplikleri halinde üretilir. Bunların uzunlukları ve denye kalınlıkları tekstil alanında kullanılacakları yere göre belirlenir. Çoğunlukla parlak, mat, yarı mat ve optik beyazlıkta üretilirler. Üretim safhasında bu özelliklerin gerektirdiği şekilde kontrol ve ayarlamalar yapılır. Naylon 6 lifleri mukavemet yönünden iki kategoride toplanır. Bunlardan birincisi standart lifler, diğeri ise, yüksek mukavemetli liflerdir. Bunların dışında kıvrımlı, hacimli ve tekstüre ipliklerin yapımına uygun ve hatta özel amaçlara göre üretilmiş modifiye Naylon 6 lifleri de vardır. Bunların mikroskobik görünüşleri ve enine kesitleri Naylon 6.6 liflerine benzer [23].



Şekil 2.1. Nylon6 ve Nylon 6.6'nın Üç boyutlu Diyagramı



Şekil 2.2. Naylon 6 ve Naylon 6.6' nın kimyasal formülü

2.4. Naylon 6'nın Üretilmesi

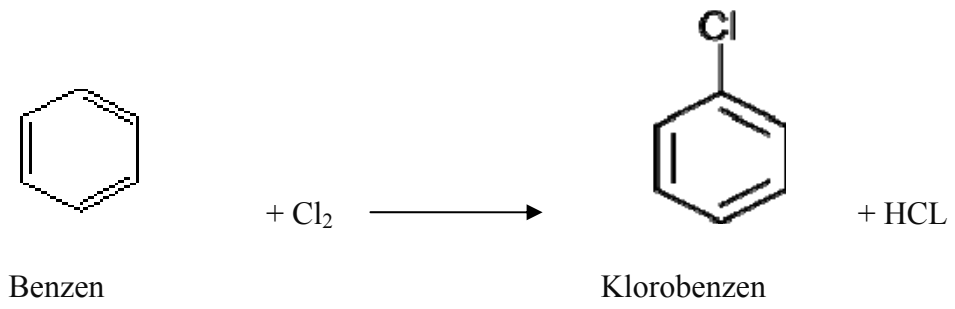
2.4.1. Ham Madde (Kaprolaktam) Eldesi

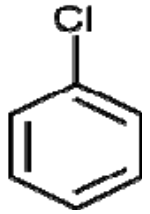
Naylon 6 lifleri, kaprolaktam maddesinin kondenzasyon suretiyle polimerize edilmesi ve

uygun şekilde çekilmesi ile elde olunur. Bunun için önce benzene, aniline, toluene, cyclohexane… gibi maddeler kullanılarak çeşitli yollardan kaprolaktam üretilir. Bu proseslerin başlıcaları aşağıda belirtilmiştir [11].

- ✓ **Benzen- Fenol Prosesi**

Bu prosesin asıl hammaddesi kömürdür. Bundan elde edilen katran distile edildiği zaman benzen, fraksiyon ürünlerinden biri olarak, elde edilmiş olur. İşte bu madde, çeşitli reaksiyonlara uğratılarak önce fenol oluşturulur. Daha sonra bundan da çeşitli işlemlerle kaprolaktam oluşturulmuş olur. Şöyle ki;

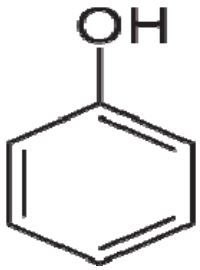




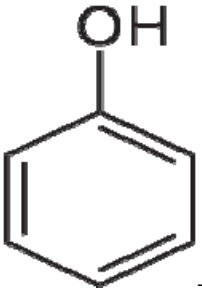
Klorobenzen

$+ Cl_2$ ⟶ SODYUM FENAT

SODYUM FENAT +HCl ⟶

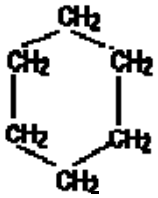


Fenol



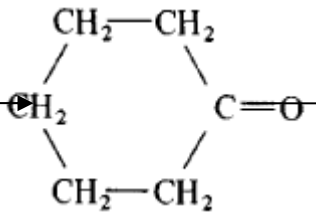
Fenol

$+ 3H_2$ ⟶

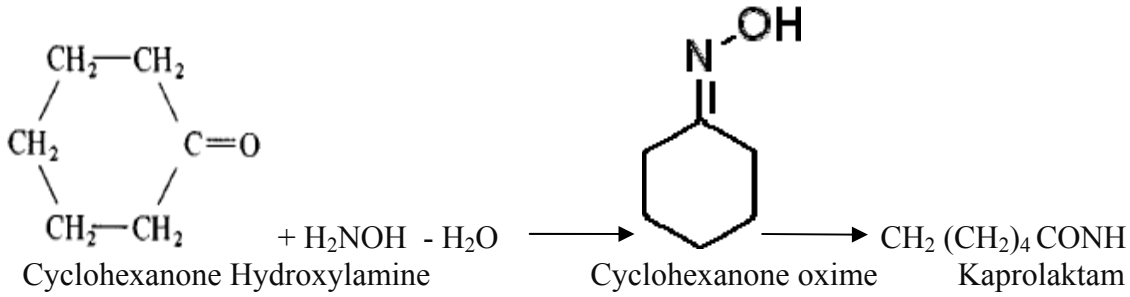


Cyclohexane

$- H_2$ ⟶



Cyclohexanone ⟶


CH2—CH2
CH2
C=O
CH2—CH2
+ H2NOH - H2O
N
OH
CH2 (CH2)4 CONH
Cyclohexanone
Hydroxylamine
Cyclohexanone oxime
Kaprolaktam

Benzen önce klor etkisine bırakılır ve monoklorbenzen'e (1) çevrilir sonra bu madde (NAOH) ile muamele ederek sodyum (2) fenata dönüştürülür. Bunun (HCl) ile asitlendirilmesi sonunda fenol (3) oluşur. Daha sonraki işlem kademesinde fenol bir otoklovda basınçla hidrojen yardımı ile indirgenir. Bu işlemde kataliz olarak nikelden yararlanılır ve cyclohexanol (4) elde edilir. Bu önce saflaştırılır, sonra bakır kataliz kullanılarak da hydrojene elde edilir. Bu suretle bir keton olan cyclohexanone (5) oluşturulur [23].

Aynı şekilde kömür katranından elde edilmiş olan hydroxilamine ile bu cyclohexanone reaksiyonu sonucu ham halde cyclohexanone (6) elde edilir. En sonunda bu, Beckmann transformasyonunun etkisi altında, asit sülfirik ile kaprolaktam'a (7) dönüştürülür ve distile edilerek saflaştırılır ve daha sonra kristal hale sokulur [23].

- ✓ **Anilin Prosesi**

Anilinden kaprolaktam üretilmesi Almanya ve Rusya'da önemle ele alınmıştır. Bunda hydrocyclamine'in kullanılmaması avantaj sağlamaktadır. Bu amaçla Anilin 280 ºC de ve 100 atmosferlik bir basınç altında, kataliz olarak kullanılan kobalt ve kalsiyum oksit yardımı ile, hidrojenize edilerek %93 saflığında cyclohexalamine'e çevrilir. Bu madde ayrıca hidrojen peroksit ile reaksiyona tabi tutulur ve cyclohexanone oxime dönüştürülür. Peroksit maddesi ile, ilk önce amonyum tungstat'ın suda %2 'lik çözeltisi ilave edilince oxime bundan ayrılarak serbest kalır. Bundan sonra da oxime 130 ºC de yoğun sülfirik asit ile Beckman transformasyonuna gönderilir. Böylece Cyclohexanone oxime'de kaprolaktamaa dönüştürülmüş olur [23].

- ✓ **Toluen Prosesi**

Başlangıç maddesi olan toluen daha önce katranın distilasyonu ile üretilirdi. Şimdi ise bu madde petrokimya ürünü olarak petrolün rafinerisi sırasında elde edilmektedir. Toluen okside edilerek benzoik asite çevrilir, platin ve palladyum katalizi ile hidrojenize edilerek hexahydrobenzoik asit oluşturulur. Bu şekilde indirgenen asit daha sonra 60 ºC de nitrosyl sülfürik asit, (HNO_2 + SO_3 veya HOS_2 ONO), ve SO_3 ile zenginleştirilmiş sülfirik asit

toluenin mevcudiyetinde reaksiyona sokulur. Bu suretle % 90 saflıkta kaprolaktam elde edilir [23].

✓ **Cyclohexane Prosesi**

Cyclohexane benzenin katalitik basınç vasıtası ile hidrojenasyon sonunda kolaylıkla elde edilir. Bundan sonra nitre edilir ve bunu cyclohexanone oxime'e dönüşmesi izler. Japonya'da kullanılan Toray prosesi ışık ve hidrojen kloritin etkisi ile cyclohexane ve nitrosil klorit cyclohexanone klorite dönüştürülmüş olur.

$$C_6H_{12} + NOCl \xrightarrow[HCL]{Işık} C_6H_{10}NOH.2HCl$$

Daha sonra cyclohexanone oxime'den Beckman transformasyonu yardımı ile, kaprolaktam üretilmiş olur [23].

$$C_6H_{10}NOH.\ 2HCl \xrightarrow{H_2SO_4} CH_2\ CH_2\ CH_2\ CH_2\ CH_2\ CO\ +2HCl$$

NH

Bu proses ile ilk elde edilen ürün %86 saflığında olup ikinci basamakta daha yüksek saf bir ürün elde edilir. Bu açıklamalardan kaprolaktam'ın birçok kimyasal yollarla sentez edilebileceği anlaşılmaktadır. Bunlar arasında Toray'ın PNC (short for photonitrosation of cyxlohexane) prosesi endüstri alanında önem kazanmaktadır. Fakat birçok fabrikatörler kendi metodlarından hala vazgeçmemiş olmakla patent haklarını korumaktadırlar [23].

2.4.2. Naylon 6'nın Polimerizasyonu

Caprolaktamın polimerizasyonu iki prosesten birinin uygulanmasıyla yapılır. Bunlardan biri susuz, diğeri hidroklitik (sulu) usuldür.

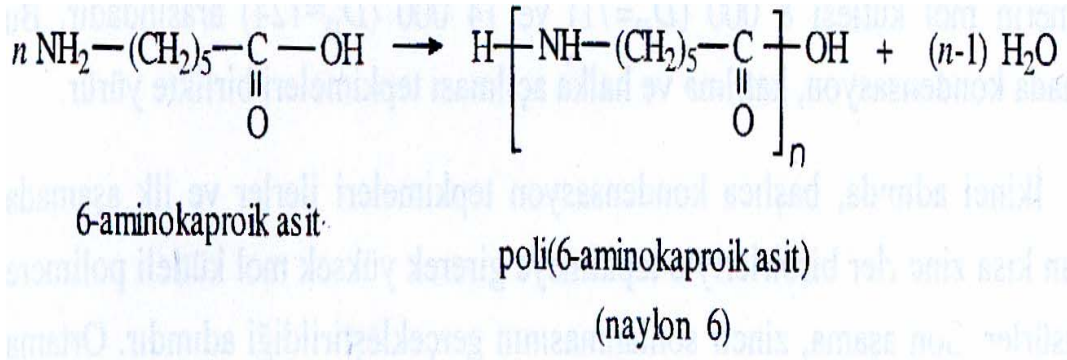
✓ **Susuz Proses (non- aqueous)**

Bu usul, genellikle plastik üretiminde kullanılacak poliamidlerin elde edilmesinde önemlidir. Lif üretiminde o kadar kullanılmaz. Bununla beraber esasının bilinmesinde

yarar vardır. Bu proseste caprolaktam, alkali madenler veya bunların tuzları katalizatör olarak kullanılır, ve 280 ºC ye kadar ısıtılır. Böylece caprolaktam halkaları açılır ve birbirine bağlanarak monomer moleküllerinin polimerizasyonu oluşur. Reaksiyonun hızlı ve yüksek oluşu ile, polimerizasyon derecesi 200 dolaylarında olan policaproamid elde edilir. Kristallenme derecesi oldukça yüksektir. Bu polimer Naylon 6 olarak bilinir. Zira her ünitede 6 karbon atomu bulunur.

Lif üretiminde daha çok bu prosesten yaralanılır. Bu amaçla kaprolaktam maddesine, ağırlığının yakalaşık olarak %10 u kadar su karıştırılır. Aynı zamanda katalizör olarak ve polimer zincirinin uzamasını önleyici olarak asit katılır. Paslanmaz çelik kazanlar içerisinde 250-270 ºC ye kadar ısıtılır. Sonra pompalarla filtrelere basılır ve buradan polimerizasyon otoklav kazanına gönderilir. Bu kazan yüksek silindirler halindedir. Kaprolaktam çözeltisi bu kazanın üstünden aşağı doğru dökülünce polimerizasyona uğrar ve caproamid haline dönüşür. Dengeli koşullarda karışımda bir miktar kaprolaktam kalır. Bu miktar ısıya bağlı olarak 260 ºC de yaklaşık olarak %8-11 oranında bulunur.
Polimerizasyon, zincir ucundaki amino gruplarının organik asitler tarafından bloko edilmesine kadar devam eder. Bu yolla elde edilen polimer zincirleri birincisinden daha uzun, daha uniform ve daha kararlı olur. Bu safhada elde edilmiş olan polikaproamid yumuşak olduğundan gerekirse doğrudan doğruya lif çekimine gönderilir. Fakat çok kez bu madde katılaştırılarak chipsler haline sokulduktan sonra ayrıca lif çekimi yapılmaktadır.

Bu amaçla polimerizasyondan sonra polikaproamid haline getirilmiş yumuşak madde basınç yardımı ile makarna biçiminde kalın, uzun çubuklar halinde fışkırtılır. Bu çubukların soğuk su yardımı ile soğutularak katılaşmaları sağlanır. Sonra küçük yongalar biçiminde yaklaşık 6 mm çapında parçalanırlar. Bu chipsler daha sonra, mineral maddelerden tamamen arınmış demineralize su ile yıkanır. Santrifuje edilerek vakum altında 85º C de kurutulur. Bu şekilde yıkanmış ve kurutulmuş olan cipsler yaklaşık olarak %1 oranında kaprolaktam içerirler. Kaprolaktamın fazlası son yıkama sırasında uzaklaştırılmış olur.



2.4.2.1. Lif Çekimi

Polikaproamid (Naylon 6 polimeri) 211-217 ºC de erir. Erimiş olan bu madde stabildir ve duyarsız bir atmosfer altında 250 ºC ısıda, 16-24 saat bozulmadan tutulabilir, kaproamidin bu özelliği çekimde kolaylık sağlar. Polikaproamidin lif halinde çekilmesi; ya polimer chipslerden, ya da polimerizasyon safhasından direkt olarak doğrudan doğruya çekilmekle yapılır.

Yukarıda polimerizasyon hakkında açıklama yapılırken bu prosesten sonra elde edilen polikaproamid sıvısının %11 oranında kaprolaktam içerdiği belirtilmiştir. Bu madde soğutulup chips haline sokulduğu ve sonra yıkandığı zaman kaprolaktam miktarı %1 kadar düşer. İşte bu özellik polikaproamid polimerinden doğrudan doğruya üretilecek liflerin özelliği ile, chips haline getirildikten sonra üretilecek liflerin özelliği ile, chips haline getirildikten sonra üretilecek liflerin özelliklerinde bazı ayrıntılar meydana getirir. Bu nedenle her iki çekim usulünün belirtilmesinde yarar vardır. Çünkü pratikte; ya

- ✓ Chipslerden multifilament, ya da
- ✓ Direk çekim ile stapel lifleri, üretilir.

Multifilament ipliklerin üretiminde üniformite derecesinin yüksek olması, filament denyelerinin ise düşük bulunması gerekir. Buna karşılık stapel liflerinde üniformite bu kadar önem taşımaz. Liflerin incelik denyelerindeki varyasyonun karıştırılıcak diğer

liflerle uygun olması yeterli sayılır. Bu nedenle multifilament iplik üretiminde daha çok chipslerden stapel lif üretiminde ise daha çok direk çekim usullerinden yararlanılır.

Naylon 6 chipslerinin hazırlanması;

- Katı polimerin eritilmesi
- Yumuşak polimere kataliz ve stabilize maddelerin katılması ve karıştırılması
- Karışımın filtrasyonu
- Matlaştırıcı madde katılması
- Nitrojen basıncı altında polimerizasyon reaktörü
- Pompa
- Soğutma
- Yongalama
- Monomer ve oligomerin yıkanması
- Seperatör
- Chipslerin vakumda kurutulması ve çekim için hazırlanması

2.4.2.1.1. Multifilament Çekimi

Bu amaçla kuru halde bulunan polikaproamid chipsleri paslanmaz çelikten mamul çekim kazanının yumuşatma bölgesine doldurulur. Chipslerin eritilmesi bu kabın dibindeki elektrikle ısıtılan ıskaralarla yapılır. Izgaralar elektrik yardımı ile 250-260º C ye kadar kızdırılınca bununla temas haline geçen chipsler eriyerek yumuşak akıcı bir hal alır ve aşağı doğru akarak konik şekilli biriktirme kuyusunda toplanır. Burada sıvı halde toplanmış bulunan polimer madde azot atmosferi altında oksidasyona uğratılmadan ve dekompoze edilmeden tutulur. Buradan da pompalar yardımı ile filtrelere gönderilir. Bu filtreler, perdeleri arasında yerleştirilmiş kum tabakaları içerdiğinden sıvının süzülerek

temizlenmesini sağlar. Filtreden geçen sıvı düselerin deliklerinden soğuk hava akımına püskürtülür. Bu suretle teller sertleştirilmiş olur.

Buraya önemli görülen şu hususun eklenmesi gerekir; polimer ısıtma kazanında ısıtıldığı ve yumuşatıldığı sırada, içine bir miktar serbest kaprolaktam (%3 oranına kadar) katılırsa rejenerasyon olayının meydana gelmesi sağlanır. Bu suretle çekilen filamentlerde oryantasyonun daha yüksek oranda meydana gelmesine yardım edilir. Bu katkı, Naylon 6.6. dan filament çekiminde uygulanan buharlama odalarının ortadan kalkmasını sağlamakla işlem dizesi kısaltılmış olmaktadır. Tel haline getirilen nylon filamentleri, dakikada 100 metre hızla çekilir. Pompa ayarı buna göre yapıldığından filamentlerin inceliği ve denyesi bu suretle ayarlanmış ve kontrol altına alınmış olur. Naylon 6 filamentleri paketlenmeden önce su ile yıkanır, antistatik ve lübrikan (yağlı) maddelerle ıslatılır. Bunlar bağımlı rutubetli %45-55 oranında ve sıcaklığı 18-20 ºC olan kontrol odalarında paketlenerek stabilitesi sağlanır. Her paket yaklaşık olarak 1 kg iplik içerir.

Naylon 6 filamentleri ayrıca soğukta gerdirilerek uzatma işlemine tabi tutulabilir. Gerdirme çift silindirlerin hızları, filamentlerin boylarını 4 kez uzatacak şekilde ayarlanır. Bu suretle filamentlerin molekül oryantasyonu daha iyi bir şekilde oluşmuş olur. Soğuk çekim ve gerdirme işlemi genellikle 15ºC ısı derecesinde ve % 55-65 bağımlı rutubet ihtiva eden kontrollü koşullar altında yapılır.

Bu filamentlerin mukavemetlerini yükseltmek gerekirse, yüksek mukavemetli lif elde edilecekse, gerdirilerek çekim işlemi yüksek ısıda yapılır. Multifilament halinde elde edilen Naylon 6 ipliklerine, gerekiyorsa hafif bir büküm verilebilir. Fakat bazı hallerde büküme gereksinme duyulmaz. Büküm derecesi ipliklerin kullanılacağı yere ve işe göre belirlenir. Örneğin; çorapçılıkta kullanılacak ise, bir inçte 30 büküm, dokuma ve diğer örgülerde kullanılacaksa bir inçte 7 büküm verilmesi yeterli görülür. Yukarıda belirtildiği gibi, çekim sırasında policaproamid çözeltisine bir miktar caprolaktam eklenmiş ise, ve tel çekiminden sonra bunun giderilmesi gerekiyorsa; iplikler sıcak suda yıkanarak fazla kaprolaktam maddesi giderilmiş olur. Bu iplikler ayrıca sıcak fiksaj işlemine tabi tutularak

kıvamlaştırılmaları sağlanmış olur. Bütün bu işlemlerden sonra iplikler kurutulur, haşıllanır, gerekiyorsa hafifçe yağlanır ve makaralara sarılır.

2.4.2.1.2. Direk Filament Çekimi

Naylon 6 maddesinin elde edilmesi sırasında belirtildiği gibi, sıvı halde yumuşak olarak bulunan polikaproamid polimeri bir miktar (%11 kadar) kaprolaktam içerir. Bu maddenin çekim çözeltisinde bulunması sakıncalı olmadığı hallerde polimer doğrudan doğruya düselere gönderilerek filamentler haline getirilir. Düse memelerinden dışarı fırlayarak sertleşen filamentler çok sayıda kalın çubuklar halinde bobinlere sarılır. Bu şekilde bir kabloyu andıran ipliklerin kalınlığı 5000 denye kadardır. Eğer bu kablolar tow lif için kullanılacak ise, bobinler yeniden katlanır ve her kablo 500.000 denye olacak şekilde demetler halinde toplanır. Böylece kalın demetler haline getirilen tow kabloları ayrıca gerdirilerek uzatma işlemine tabi tutulur. Bu işlem iki basamakta uygulanır. Birinci basamakta gerdirme işlemini yapan çift silindirler arasındaki hız farkı lifleri 2. 5- 3 katı uzatacak şekilde ayarlanır. İkinci basamakta uzatma, ısıtılarak yapılır ve silindirler arasındaki hız farkı lif demetlerini 3. 5- 4 kez uzatabilecek şekilde düzenlenir.

Bu işlemden sonra demet halindeki tow iplikleri sıcak sudan geçirilir ve içerdikleri fazla kaprolaktam maddesi giderilir. Bundan sonra sıcak hava ile kurutulur ve istenilen uzunlukta kesilmek üzere döner bıçaklara gönderilerek parça parça kesilmiş olur.

2.5. Naylon 6 Liflerinin Özellikleri

2.5.1. Fiziksel Özellikler

Naylon 6 lifleri cam çubuk gibi bir görünüşe sahiptir. Üst yüzleri düz olup sırt çizgileri yoktur. Enine kesitleri yuvarlaktır. Mikroskop altında görünüşleri, naylon 6.6’ ya benzer. Fakat son zamanlarda Naylon 6’ nın birçok modifiye çeşitleri yapıldığından bunların enine kesitleri multilobal biçimlidir (örneğin enkoterm lifleri). Naylon liflerinin mukavemetleri üretim koşullarına göre, az çok değişiklik gösterir. Bunlar;

1.Standart filamentler

2. Yüksek mukavemetli lifler

3. Stapel, olmak üzere 3 tip halinde üretilir.

Standart Naylon 6 liflerinin mukavemetleri; kuru halde 4.5-5.8 gr /denyedir, yaş halde 4.1-5.1 gr/denyedir. Yüksek mukavemetli Naylon 6 liflerinin mukavemetleri; kuru halde 7.5 -8.3 gr /denye, yaş halde 5.4- 7.1 gr/denyedir. Stapel Naylon 6 liflerinin mukavemetleri ise; kuru halde 3.8-5.5 gr / denye, yaş halde 3.5- 4.7 gr / denye arasında olur. Aynı şekilde bu liflerin bir inç kareye isabet eden dayanıklılıkları değişiktir. Örneğin; standart Naylon 6 liflerinde bir inç kareye 73.000 -84.000 (psi) libre, yüksek mukavemetli liflerinde ise bu, 110.000 - 120.000 (psi) libre arasındadır. Bu değişik özellikteki liflerin uzama oranları da birbirinden farklıdır. Örneğin; standart Naylon 6 liflerinin uzaması, kuru halde % 23 -42.5, yaş halde % 27 -34; yüksek mukavemetli naylon 6 liflerinde uzama kuru halde % 16 -19, yaş halde % 19 -22; stapel liflerinde ise uzama, kuru halde % 23 -50, yaş halde %31 -55 arasındadır.

Bu liflerin esneme özellikleri de, Nylon 6.6 gibi, yüksektir, basıldıkları zaman veya çekilip uzatıldıkları hallerde eski durumlarına kolaylıkla geri dönebilirler. Örneğin standart filament lifleri çekilerek %6-8 oranında uzatılırlarsa kuvvet ortadan kalkınca eski hallerini tamamen alabilirler. Çekip uzatma oranı %10 dan fazla olursa, esneklik yeteneği ile geriye dönüş, ancak %85 oranında olur. Naylon 6'nın initial modülğ oldukça düşüktür. Çekildiği zaman kolaylıkla uzar. Buna karşılık kolay aşınmaz, bu bakımdan Naylon 6.6 'ya benzer.

Özgül ağırlığı 1.14 dür. Normal koşullar altında ancak %4-4.5 oranında rutubet absorbe eder. Bağımlı rutubeti %100 olan, rutubetli bir yerde tutulursa, ancak %9 oranında nem absorbe eder. Islanmış bir Naylon 6 lifinin mukavemeti kuruya oranla %80- 90 arasında olur. Islak Naylon lifinin uzaması da biraz fazlacadır. Kuru life oranla % 5 daha fzla uzar. Suda ıslanan Naylonun enine kesiti hafifçe genişler. Fakat uzunluğunda bir değişiklik görülmez.

2.5.2. Termal Özellikleri

Naylon 6 termoplastik bir maddedir. Erime noktası 215ºC'dir. Naylon 6 düşük ısılarda mukavemetini korur. Hatta -17ºC derecede bir süre tutulan Naylon liflerinin kopma mukavemetlerinde hafif bir yükselme görülür. Fakat bu özellik reverzibldir. Naylon 6 lifleri ısıtılınca mukavemetinde bir miktar kaybeder. Normal koşullara dönünce yeniden eski mukavemetini kazanmış olur. Naylon 6 yüksek ısıya maruz bırakılırsa; kopma mukavemeti,

kopma uzaması ve katılık derecesi zayıflar. Renkleri hafifçe sararır. Naylon 6 lifleri normal koşullarda tutuşmaz, eriyince damla damla düşer. Bitim işlemlerinde kullanılan bazı kimyasal maddeler ve boyalar bu maddenin tutuşma yeteneğini arttırabilir. Zamanın etkisi çok azdır. Gün ışığına uzun süre maruz kalan Naylon 6 lifleri mukavemetlerinden biraz kaybeder ve hatta zamanla bileşimlerinde bozulma görülür.

2.5.3. Kimyasal Özellikleri

Naylon 6 lifleri kimyasal maddelere karşı oldukça dayanıklıdır. Bu bakımdan Naylon 6.6 liflerine benzerler. Naylon 6 liflerine sulu asitlerin etkisi azdır, Buna karşın sıcak mineral asitler Naylon 6 ‘nın bozulmasına ve parçalanmasına neden olur. Keza kaynak hidroklorik asit, sülfirik asit ve nitrik asit liflerin mukavemetlerinden % 50 oranında kaybolmasına neden olur. Naylon 6 ‘nın alkalilere karşı dayanıklılığı çok iyidir. Kuvvetli sodyum hidroksit çözeltisinden zarar görmeden kaynatılabilir. Yoğun formik asit, fenol ve kresol nylonu eriten organik solventlerden olup kuru temizlemede bu maddelere kullanılmamalıdır. Naylon 6 lifleri güve ve benzeri zararlı böceklerden, bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalardan zarar görmez.

Naylon 6 liflerinin toksik özellikleri yoktur. Kullanma sırasında deriyi tahrip etmezler. Naylon 6 ve Naylon 6.6 lifleri birçok özellikleri bakımından birbirine benzer ve pratikte bunları ayırmak kolay değildir. Bunları birbirinden ayırmak için formik asidin % 50 lik çözeltisinden yararlanılır. Bu amaçla % 50 lik formik asit hazırlanır ve 80 ºC ye kadar ısıtılır. Sonra Naylon 6 ve Naylon 6.6 mamulleri bu çözeltiye batırılırsa; Naylon 6.6 bundan etkilenmez ve dibe batar. Buna karşılık Naylon 6 buruşur veya balonlaşarak hızla erir. Yalnız bu test sırasında temperatürün 80 ºC nin üstüne çıkmaması gereklidir. Aksi halde 90ºC ye doğru her iki lif zarar görmüş olur.

2.5.4. Kullanma Alanları

Naylon 6 ve Naylon 6.6 lifleri bazı özelliklerinde birbirinden ayrılık gösterirler ki, pratikte bu nitelikler göz önünde tutulur. Bunların başlıcaları şunlardır:

- Erime noktası; Naylon 6.6 250 ºC de, Naylon 6 ise 215ºC de erir. Bu nedenle ütüleme işleminde ve sıcak fiksaj işlemlerinde bunu göz önünde tutmak gerekir.
- Boyar maddelere karşı afinite bakımından da ayrıntılar gösterirler. Örneğin; Naylon 6 nın bazı boyalara karşı afinitesi yüksektir.
- Daha parlak, daha derin ve canlı renkler elde edilir. Bu durum özellikle baskıcılıkta önemlidir. Keza yün/naylon karışımında avantaj sağlar.
- Naylon 6 nın fazla yüke ve uzun yola dayanıklılığı iyidir.
- Naylon 6 nın tutumu daha yumuşaktır. Özellikle trikotaj ve tekstüre ipliklerinin yapımına daha elverişli sayılır.
- Naylon 6 lifleri kaynayan suda daha çok büzülür. Bu özellik monofilamentden yapılan bazı çorap çeşitlerinde avantaj yapılır.

2.6.3. Naylon 6 Lifinin Kimyasal Özellikleri

- Naylon 6 lifleri kimyasal maddelere karşı dayanıklıdır. Sulu asitlerin liflere olumsuz bir etkisi olmazken, sülfürik asit ve nitrik asit gibi kuvvetli asitler lifi parçalar. Sıcak ve soğuk hidroklorik asit life zarar verir. Alkalilere karşı oldukça dayanıklıdır. Kuru temizlemede kullanılan fenol, kresol ve formik asit hariç diğer çözücüler life zarar vermez.
- Naylon 6 lifleri güneş ışığına karşı dayanıklıdır. Ancak uzun süre güneş ışığı etkisi altında kalırsa mukavemetlerinde biraz azalma olur. Bakteri, mantar, güve ve diğer zararlı böcekler liflere zarar vermez.

- Naylon 6. liflerini elektrik iletme özelliği çok zayıf olduğundan statik elektriklenme yüklenir. Elektrik iletme özelliği çok düşük olduğundan lifler, elektrik malzemelerinde izolasyon amaçlı da kullanılabilir.
- Naylon 6 lifleri 150 ºC de sararır. 230 ºC de yumuşar. Nylon 6.6 liflerinin erime noktası ise 260 ºC civarındadır.
- Naylon 6 lifleri alevle karşılaştığında hemen tutuşmaz, ancak yanmaya başladığında alevle yanar. Termoplastik özelliğinden dolayı lifler önce yumuşar, daha sonra damlayarak erir. Külü ise krem renginde, boncuk şeklinde ve serttir.

Tablo 2.1. Poliamid(Naylon 6) Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Poliamid (Naylon 6)		
Yapı	Kristal	
Yoğunluk	1.13	g/cm^3
Erime Sıcaklığı	220	°C
Kristalleşme Sıcaklığı	200	°C
Camsılaşma Sıcaklığı	47	°C
Doğrusal Genleşme Katsayısı (CTE)	91.9	µm/m-°C
Yük Altıda Eğilme Sıcaklığı (HDT)	160	°C @ 0.46 MPa
Dielektrik Dayanımı	17	kV/mm
Saydamlık	Yarı Saydam	
Mekanik Özellikleri		
Gerilme Mukavemeti	40	MPa
Basma Mukavemeti	48	MPa
Çekme Modülü	2.45	GPa
Kopma Esnemesi	90	%
Darbe Dayanımı (Çentiksiz Izod)	10.9	J/cm
Sertlik	R92	Shore Ölçeği
* Tabloda ortalama değerler verilmiştir. Bu değerlerin polimerin molekül ağırlığına ve numunenin üretim şekline göre farklılık göstermesi mümkündür.		

3. BÖLÜM

3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar

3.1.1. DSC (Diferansiyel Taramalı Kalorimetre)

Genel olarak küçük veya büyük molekül ağırlıklı bütün moleküllerde ısı alış-verişi ile bazı fiziksel ve kimyasal değişimler olmaktadır. DSC ile termal karakterizasyon ise, değişimlerin absorblanan veya açığa çıkan ısının, sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçülerek tanımlanması temeline dayanmaktadır. Bir polimerik malzemeyi düşük sıcaklıklardan itibaren ısıtmaya başlandığımızda, sahip olduğu morfolojiye (kristalin ve amorf özellikler) bağlı olarak değişik geçişlere sahip olabilir.

Bir DSC hücresi esas olarak iki adet kalorimetreden oluşmaktadır. Bunlardan birine numune içeren kroze, diğerine ise referans içeren kroze yerleştirilir. (Genellikle aluminyum kroze kullanılır). Değişen sıcaklıkla birlikte her iki krozeye aktarılan ısı farkı milivolt olarak algılanarak buradan numune krozesindeki numunenin aldığı veya verdiği ısı kayıt edilir. Bu ısı farkı bize organik veya inorganik esaslı herhangi bir malzemedeki enerji alış-verişi ile paralel giden herhangi bir fiziksel veya kimyasal değişimi sıcaklığın veya zamanın fonksiyonu olarak açıklayabilme olanağını verir.

DSC, örnek ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit bir sıcaklıkta tutulurken soğurulan ya da salıverilen enerji miktarını ölçer. Bu teknikte, referans ile örnekten gelen uzaklaşan ısı farkı sıcaklığa veya zamana bağlı olarak gösterilir. DSC, DTA ile aynı ölçüm prensiplerini kullanır. Her ikisinde de örnek ve referans örneği bulunur. Farklı olarak DSC'de, örnek sıcaklığı ile referans örnek sıcaklığı aynı tutulur. Eğer örnek ile referans arasında bir sıcaklık farkı saptanırsa, sıcaklığı aynı tutmak için örneğe verilen enerji (güç) miktarı değiştirilir. Bu yolla örnekteki faz değişimi sırasındaki ısı transferi miktarı saptanabilir.

Numune; pellet, film veya plaka formunda ise ince ince doğranır. Toz numuneler doğrudan tartılır. Yaklaşık 2-10 mg numune, Al krozede tartılır. Al kapak krimpırda sıkıştırılır. Numune bölmesine yerleştirilir. Aynı şekilde hazırlanan boş bir alüminyum

Şekil 3.1. DSC Cihazı

kroze referans bölmesine yerleştirilir. İstenen sıcaklığa kadar, sabit bir hızla, inert atmosferde (çoğunlukla azot) ısıtılır, ya da soğutulur. Polimer numuneleri için genellikle 50°C/dak hızı ile bir ön ısıtma yapılarak termal hafıza (thermal history) silme işlemi gerçekleştirilir. Daha sonra 10°C/dak hızı ile yavaş bir ısıtma ve soğutma programı uygulanarak termogram çizdirilir. Elde edilen termogram üzerinde; camsı geçiş, erime ve kristallenme pikleri hatta dekompozisyon eğrisi incelenerek değerlendirilir. Bu çalışmalarda homopolimer, kopolimer, blend tanımlamaları rahatlıkla yapılabilir. Yorumlamalar FTIR sonuçları ile de karşılaştırıldığında kesin karara varılabilir.

3.1.2 XRD Cihazı ve Çalışma Prensibi (X-Işını Toz Kırınımı Cihazı)

X-ray kırınım teknikleri, tahribatsız muayene tekniklerinden biridir. Bu yöntem sayesinde Kristal yapısı, kimyasal kompozisyon ve fiziksel özellikler elde edilebilir. Bu teknik örnekten kırılan X ışınlarının yoğunluğunun gözetlenmesine dayanır. Bu gözlemler kırınım açısı, polarizasyon, dalga boyu ya da enerji degişkenleri kullanılarak yapılır. X-ray difraksiyon teknikleri X-ray difraksiyonu, sistemdeki atomlardan ve elektron bulutlarından elastik kırılan X ışınlarını kullanarak malzemenin atomik yapısına dair ipuçları verir. Kristallerden kırılan en kapsamlı açıklamayı dinamik difraksiyon teorisi verir.

- Tek kristal X-ray difraksiyonu proteinler, kompleks makromoleküller, inorganik katılar gibi kristallin materyallerin tüm yapısını çözmek için kullanılan bir yöntemdir.

- Toz difraksiyonu (XRD) kristallografik yapıları, taneleri, istenen boyda polikristalin ya da toz halindeki katı örnekleri karakterize etmek için kullanılan bir tekniktir. Toz difraksiyonu genellikle bilinmeyen maddeleri tanımlamada, Uluslararası Difraksiyon Data Merkezinin veritabanında karşılaştırma yapmak için kullanılır. Ayrıca heterojen katı karışımlarının kristalin bileşenlerin çokluğunu belirlemek için kullanılabilir. Toz difraksiyonu ayrıca kristalin materyallerin uzamasını belirlemek için kullanılan yaygın bir yöntemdir.

- İnce film difraksiyonu
- Yüksek çözünürlüklü X-ray difraksiyon
- X-ray pole figure.
- X-ray rocking curve

Şekil 3.2. XRD (X-Işını Kırınım Cihazı)

3.1.2.1 Cihazın Kullanım Alanları

Çalışma prensibi olarak inorganik ve kristalin maddelerin araştırılmasına uygun olan X-Işını Toz Difraktometre cihazı oldukça geniş bir uygulama alanına sahiptir. Metaller, alaşımlar, çimento, kil ve kayaç türünde maddeler, kaplama malzemeleri, seramikler, organik maddeler, inorganik polimerler, heterojen katı karışımlar,böbrek taşı,vb. maddeler ile içeriği bilinmeyen bir malzemenin içerdiği bileşik veya element tayini için kullanılmaktadır.

3.1.3. TGA (Termogravimetrik Analiz)

Termogravimetrik Analizör(TGA) ağırlık değişimlerini zaman veya sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçer. TGA' da yüksek hassasiyet ve kararlı baseline performansı sağlayan dikey tasarım kullanılır.

Termal analiz, termal davranış esnasında katıların sistematik olarak incelenmesi için bir tekniktir. Termal davranış altında değişen karakteristik ölçüler sıcaklıkla birlikle ölçülür ve kaydedilir. Bu yolla malzemelerin termal davranışları hakkında ilave bilgiler edinilerek onların bileşimine ait neticeler ve karakteristikleri üzerinde tahminler yapılabilir. Isının emilimi yada evrimiyle metal ve alaşımlarda faz değişimi olur. Termal analiz belirli sıcaklıktaki emimi veya evrim değerlerinin belirlenmesiyle olur. Bu ise eşit zaman aralıklarında metal veya alaşımların ısıtılıp soğutulmasıyla olur. Sıcaklık zaman ilişkisi, soğutma ve ısıtma eğrilerinin çizimiyle anlaşılır. Kırık çizgiler yada yatay çizgiler ve pürüzsüz eğriler evrim sıcaklığını (soğutmada) veya emilim sıcaklığını (sıcaklık yüksek derecedeyken) gösterir.

TGA ağırlığın yani numunenin kütlesinin, numunenin sıcaklığına ya da zamana göre ölçümüdür. Numune genel olarak sabit sıcaklık değerinde ısıtılır ya da sabit bir sıcaklıkta tutulur. TGA kontrollü örnekle doğrusal olmayan sıcaklık programları da kullanılabilir. Sıcaklık programı seçimi numune hakkında istenen bilgiye dayalıdır. Ayrıca TGA deneylerinde atmosfer, reaktif, inert ya da oksit olabilmesinden dolayı çok önemli bir işleve sahiptir.

Termogravimetrik Analiz (TGA) alternatif olarak, TGA eğrilerinin birinci türevi zaman ya da sıcaklığa bağlı olarak kullanılabilir. Bu değerler de kütle değişimini gösterir. Bu eğrilere DTG eğrileri adı verilir. TGA ölçümünün sonunda kütlenin ya da % kütlenin zamana ya da sıcaklığa karşı grafiği TGA eğrileri olarak görüntülenebilir. Kütle değişikliği numunenin birkaç farklı yoldan malzeme kaybıyla ya da onu saran ortamla reaksiyona girmesiyle oluşur. Bu oluşumda TGA eğrilerinde bir adım şeklinde ya da DTG eğrilerinde bir doruk noktası şeklinde oluşur.

Şekil 3.3. Termogravimetrik Analiz Cihazı (TGA)

TGA eğrilerinde adımları oluşturan kütle kaybına sebep olan birçok farklı neden olabilir. Örneğin; uçucu bileşenlerin buharlaşması; kuruma, gaz emilimi ya da buharlaşması vb. hava ya da oksijen ortamında metalin oksitlenmesi inert gaz bulunan ortamlarda termal bozunma;

organik bileşikler. Heterojen kimyasal reaksiyonlar ferromanyetik malzemeler; sıcaklıkta bazı malzemelerin manyetik özelliklerinin değişimi.

Termoblans: TGA' nın en önemli bölümü; numune ağırlığının sıcaklık ve zamana göre fonksiyonunu ölçen termobalanstır. TGA sonuçlarını etkileyen başlıca faktörler:

Ağırlık için; batmama vetermal genleşme atmosfer ortamı yoğunlaşma ve reaksiyona girme elektrostatik ve manyetik kuvvetler elektronik eğilim.

Sıcaklık için; ısıtma hızı termal iletkenlik sürecin entalpisi numune ocak ve sensör yerleşim düzeni elektronik eğilim.

3.1.3.1. Tasarım ve Ölçüm Prensipleri

- ✓ **Numune Hazırlama:** TGA deneyleri için numune hazırlamada birçok faktör göz önüne almak gerekir. Bunlar; numune, analiz edilecek malzemenin tüm özelliklerini taşımalıdır. Numunenin kütlesi test için gerekli yeterlilikte olmalıdır. Numune, numune hazırlama aşamasında çok az değişim gösterebilmesi gerekir. Numune de, numune hazırlama aşamasında kirlenme oluşmamalıdır. Numunenin morfolojisi reaksiyon sonucunun difüzyon değerini ve reaksiyon gidişatının sıralamasını etkiler. Bununla birlikte numune içerisindeki ısı transferini de etkileyebilir. Deneyde kullanılan kütle, ısı transfer süreci ve benzer difüzyonlar sırasında kütle kayıp oranlarını etkileyebilir.
- ✓ **Ölçüm Yapmak:** Termogravimetrik ölçümleri bir çok faktör etkileyebilir.Bu faktörler; Metot parametreleri; ısıtma hızı, atmosfer ortamı, numune hazırlama, örnek boyutu, homojenlik, numune şekli: kaba taneli ya da ince taneli olma durumu pota seçimi aletin etkileri, batmama ve gaz akışı durumu fiziksel özelliklerin değişimi numunenin şişmesi veya hareket etmesi, bu olayları en aza indirebilmek için numune öğütülebilir ya da platinyum ag ile kaplanabilir.
- ✓ **Tava Etkisi:** Tavaların malzeme tipi, numunelerin reaksiyonundan etkilenmeyecek şekilde oluşturulmalıdır. Genelde alümina tavalar TGA ölçümlerinde

kullanılmaktadır. Bu tavalar 1600ºC ye kadar kullanım avantajına sahiptir. Safir tavalar alümina tavalara göre daha dayanıklıdır ve özellikle demir gibi yüksek erime noktasına sahip metallerin TGA ölçümlerinde uygundur. Alümina tavalarda yüksek sıcaklıklarda kısmi erime ya da numuneyi kirletme olasılığı vardır. Platinyum tavalar DTA'nın performansını arttıran termal iletkenliğe sahiptir. Ancak metal numunelerde kullanılmadan önce hasar görmüş platinyum tavaların üzerine a- aliminyum oksit tozu ile ince bir tabaka ile kaplanarak metal ile tavanın alaşımlanması engellenmiş olur.

- ✓ **Ocak Atmosferinin Etkisi**: Eger gaz olarak helyum edildiginde çalisma sicakligi 700 C°'nin altinda olmalidir. Reaktif gazlar hava, oksijen veya hidrojenin argonla seyreltilerek (%96 argon-%4 hidrojen) patlama olasiligi engellenmis olur. Genel olarak reaktif ve saf gazlar için akiskan hizi 30ml/dk kullanilir.
- ✓ **Basınç Azaltımının Etkisi:** Buharlasma yada yogunlasma boyunca kütle kayiplari bozunma sirasinda sik sik olusur ve bu nedenle kütle kayiplarini birbirinden ayirmakta güçlük çekilebilir. Ayrimin etkisini arttirabilmek için ölçüm alaninin basinci düsürülerek yapilabilir. Ölçüm 1.5 KPa basincin altina düsürüldügünde ölçümde bir gelisme olusur. Ayristirma iki adimda ve cok daha yükselmis olur.

3.1.4 FT- IR (Fourier Transform Infrared Spektrometresi) CİHAZI

Perkin Elmer Precisely Spectrum One FTIR Spektrum Cihazı organik bileşiklerin tanımlanmasında kullanılır. Optik izomerler dışında bütün bileşiklerin IR spektrumu birbirinden farklıdır. IR bölgesi elektromanyetik spektrumun görünür bölgesi ile mikro dalga bölgesi arasında yer alır. Bu bölge 4000-450 cm-1 dalga boyu arasıdır. IR spektrumu organik maddenin strüktürü ile ilgili direkt bilgiler sağlar. Ancak bir maddenin saf olup olmadığı hakkında bizi bilgilendirmez.

Cam infraredi kuvvetli olarak absorpladığından deneyler için KBr, AgCl, NaCl veya CaF2'den yapılmış kaplar veya prizmalar kullanılır. Katı maddeler KBr ile toz haline getirilerek ve belli bir ölçüde preslenerek IR spektrumu alınır veyahut nujol veya çözeltide incelenir. Bu amaç için çözücü olarak sadece CCl4 veya CS2 gibi çok az absorpsiyon bandları gösteren çözücüler kullanılır.

Şekil 3.4. FT-IR spektrometreı

3.1.4.1. Kullanım alanları:

IR spektrumlarının kullanım alanları çok yönlüdür;

- ✓ Bir reaksiyonun yürümesi veya bir kramatografi ayrılım gidişi belirli zaman aralıklarında yapılan deneylerle ve IR spektrumu alınmasıyla takip edilebilir.
- ✓ Preperatif çalışma yapan kimyacılar için IR spektrumu kullanımı bağların ispatı için önem taşır. Çünkü, bir reaksiyonda istenen maddenin oluşup oluşmadığına, yan ürünlerin çıkıp çıkmadığına ve oluşan ürünlerin neler olduğuna yanıt verir.
- ✓ Çözücü etkileri ve asosiyasyon dengeleri hakkında yararlı bilgiler verir.

IR Spektrometresi başlıca üç kısımdan oluşmuştur:

1.Işın kaynağı

2. Monokromatör

3. Alıcı

Kaynaktan çıkan ışının yarısı örnekten, diğer yarısı referanstan geçer. Monokromatörden geçen ışın, dalga boylarına ayrılıp dedektör üzerine düşer. Böylece elektrik sinyaline çevrilir.

Çözelti hazırlamanın zor olduğu bileşikler için ATR (attenuated total reflectance) tekniği uygulanır. Bu spektrum, örneğin kalınlığından bağımsızdır. Dolayısıyla uygulanması kolay ve soğurganlığı çok fazla maddeler durumunda çok yararlıdır. ATR tekniği, polimer, köpük, dokuma maddesi, boya veya sır gibi kaplama maddesi ve baskı mürekkebi, v.b. gibi maddelerin analizinde çok yararlıdır.

3.1.5. Diğer Cihazlar

Çıkrık, Ph Metre, Etüv.

- **Çıkrık:** Yapılan ısıl işlemler sonrası iplik numarası ölçümlerinde kullanıldı.
- **Ph Metre:** Hazırlanan çözeltilerin sıcaklık ve Ph değişimlerini gözlemlemek için kullanılmıştır.
- **Etüv:** Yaş işlem sonrası numunelerin kurutulması ve ısıl işlemler için kullanılmıştır.

4. BÖLÜM

BULGULAR

4.1. Deneysel Çalışmalar

Bu çalışmada poliamit 6 (naylon 6) liflerinin aleve, ısıya ve yanmaya karşı direnç gibi fonksiyonel özelliklerin kazandırılması amaçlanmıştır. Kimyasal işlemler numunelerin ön-yıkama ve kurutma işlemlerinden sonra emdirilme ve daha sonra ısıl sabitleme aşamalarından geçirilmesi ile yapılmıştır. Bu çalışmalarda farklı kimyasal ön işlemler ve bu ön işlemlerin etkileri araştırılmıştır. Kimyasal ön işlemlerde sıcaklık, konsantrasyon, yaş işlem süresi ön plana çıkan parametreler olarak dikkate alınmıştır.

Kullanmış olduğumuz kimyasallar ve setler şunlardır:

- ✓ %2,5 $CuCl_2$ (Susuz) (90ºC)
- ✓ %3 $CuCl_2$ (Susuz) (95ºC)
- ✓ %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) (95 ºC) (90 Dakika)
- ✓ %3,5 $(NH_4)_2 S_2O_8$ (90ºC)
- ✓ %3,5 $(NH_4)_2 S_2O_8$ (60ºC)
- ✓ %3,5 $(NH_4)_2 S_2O_8$ (25ºC)
- ✓ %3,5 $CuSO_4$ +%3,5 $Na_2S_2O_3$
- ✓ %3,8 I_2 + %6,3 KI (5ºC)
- ✓ %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) + %0,5 KI (95ºC)
- ✓ %4,2 $CuCl_2$ (Susuz) + %0,6 KI (95ºC)
- ✓ %3,5 $CuCl_2$ (110ºC)
- ✓ %5,1 I_2 +8,3 KI (5ºC)
- ✓ %3,5 $CuSO_4$ + %0,5 NH_2 OH HCL (95ºC)
- ✓ %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) (95 ºC) (120 Dakika)

Poliamid 6 liflerinin asitlere karşı dayanıklılığı özellikle yüksek sıcaklıklarda kısıtlıdır. Bu yüzden yapılan yaş işlemler esnasında ortamın asitlik düzeyinin çok fazla artmamasına

dikkat edilmiştir. Çünkü asitliğin arttığı durumlarda poliamit 6 liflerinde parçalanma gözlemlenmiştir. Yapılan yaş işlemler sonucunda numuneye ısıl kararlılık sağlamak amacıyla ısıl işlemler gerçekleştirilmiştir. Isıl işlemlerin etkisiyle malzemede mukavemet kaybı nedeniyle kopmalar gözlemlenmiştir. %5,1 I_2 +8,3 KI (5ºC) ve %3,8 I_2 + %6,3 KI (5ºC) setleri 5ºC sıcaklıkta buzdolabında 48 saat süre ile bekletilmiştir. Sıcaklığın düşmesinin iyot emilimini arttırdığından yola çıkılarak bu tür bir işlem gerçekleştirilmiştir. Ama emilim belli bir düzeyde kalarak konsantrasyon artışının etkisinin olmadığı gözlemlenmiştir.

Yapılan $CuCl_2$ setlerinde konsantrasyonun artırılması ve sıcaklığın yükseltilmesiyle emilim artmış ve ısıl işlem sonunda numunenin ısıl kararlığı sağlanmıştır. Yapılan %3,5 $(NH_4)_2$ S_2O_8 ve %3,5 $CuSO_4$ + %3,5 $Na_2S_2O_3$ setlerinde çözelti pH değeri düşerek asitliği artırmış ve lif mukavemetini düşürmüştür ve naylon 6 liflerinin parçalanmasına sebebiyet vermiştir. **En iyi sonuç %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) (95ºC) (120 Dakika) setinde elde edilmiştir.** Bundan dolayı çalışmalar bu yönde yoğunlaşmıştır.

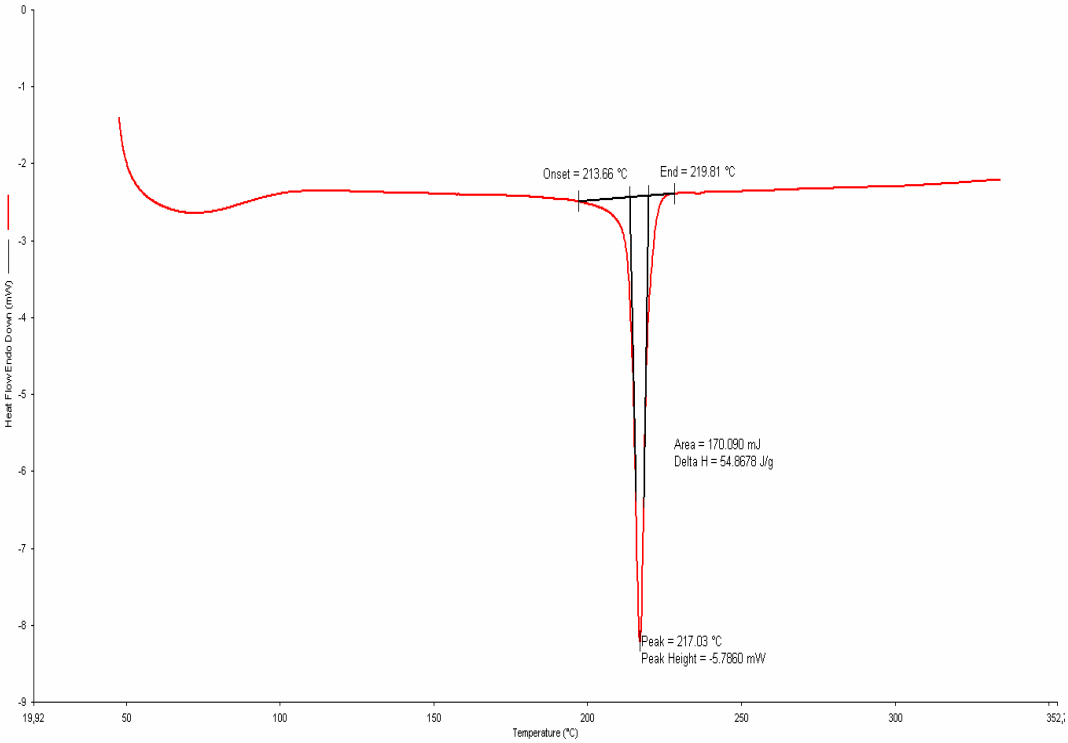
DSC diyagramlarında 12 saatlik ısıl işlem sonucu elde edilen numune erime entalpisi değeri sıfırlamaya yakın davranış göstermiştir.

4.1.1 Kullanılan Ham Numune Verileri ve Bunlara Ait Test Sonuçları

- ✓ %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) (95 ºC) (120 Dakika) setlerinde 70 denye 68 filament 1,03 dpf olan naylon 6 kullanılmıştır. İplik numarası ölçümler sonucunda 7.85 tex olarak bulunmuştur.

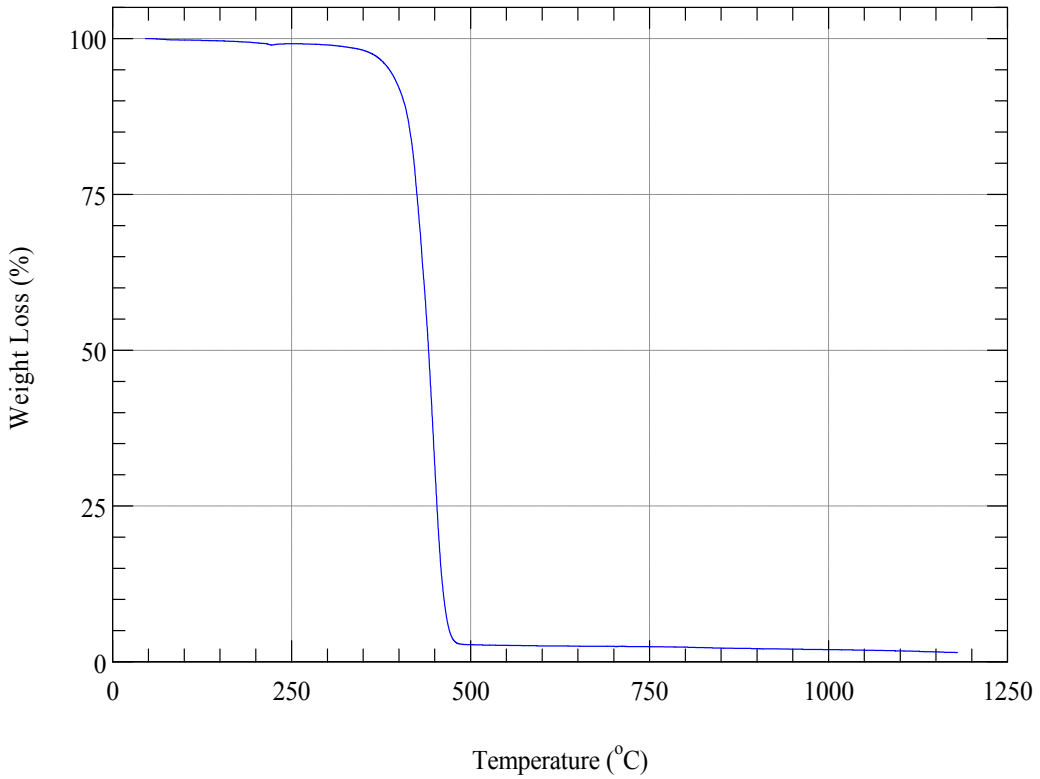
Numune inceliği mikroskopta bakılarak ölçülmüştür. Numune inceliği örnek üzerinde mikroskop altında 20 farklı noktanın değerlerinin ortalamasının alınmasıyla elde edilmiştir. Şekil 4.1. deki DSC diyagramında 7,85 tex iplik numarasına sahip naylon lifinin yaklaşık 217.03 ºC de bozunduğu görülmektedir. Şekil 4.3 de mikroskop görüntüleri ve Tablo 4.1 de de lif inceliği ölçümünde test edilen 20 ölçüm değerinin tabloda yerleşim düzeni görülmektedir. Ham numuneye ait Şekil 4.2 de TGA diyagramında yaklaşık %2 karbon verimine sahiptir. Şekil 4.4 de ise XRD diyaframında ham naylonun sahip olduğu kristal yapı görünmektedir.

4.1.1. Ham Numunenin DSC Diyagramı



Şekil 4.1. Ham Numune DSC Diyagramı

Grafikte ham naylon 6 yaklaşık olarak 217.03ºC' de erime göstermektedir. 50ºC ile 100ºC arasında meydana gelmiş olan pik ise, numune üzerindeki fazla nemi göstermektedir. 100ºC' den sonra numuneden nemin uzaklaşması ile beraber endotermde değişiklik gözlenmemiştir. Bu durum ise numunenin üzerinde bulunan fazla nemin sıcaklık artışıyla azaldığını göstermektedir. DSC ölçümlerinden önce DSC cihazında indiyum taraması yapılıp sıcaklık ver erime entalpisi kalibrasyonu yapılmıştır. Tarama sonucunda; ΔH: 27.89 J/g ve erime noktası: 156.08˚C olarak belirlenmiştir. Indiyumun teorik değerleri ΔH: 28.45 J/g ve 156.6˚C olarak verilmektedir. Ölçümler daha sonra bu kalibrasyona göre yapılmıştır.

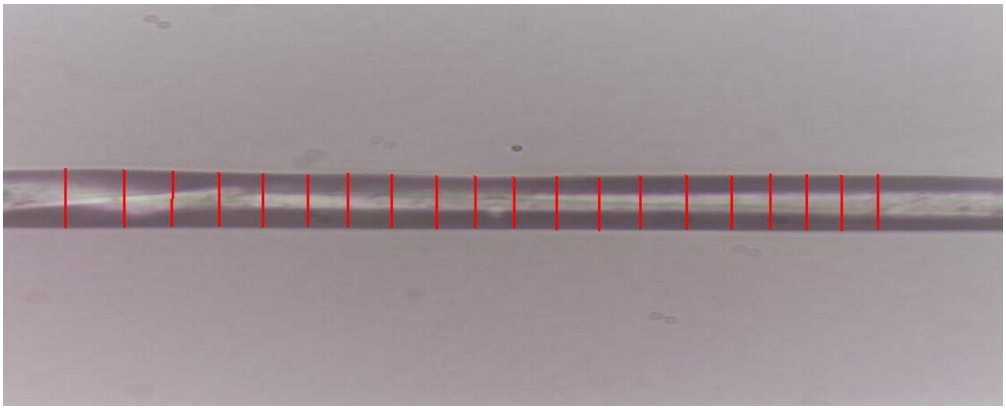


Şekil 4.2. TGA Termogram of Original Nylon 6 Fibre, Carbon Yield @ 1000ºC is %2

Ham numunenin TGA termogramı Şekil 4.2'de gösterilmiştir. TGA termogramı 200ºC'ye kadar fazla ağırlık kaybını göstermemekte olup 250ºC'den sonra hızlı bir ağırlık kaybı göstermektedir. Ağırlık kaybı 500ºC'ye kadar hızla artmakta ve 1000ºC'de minimun seviyede seyretmektedir. Yapılan piroliz işlemi azot ortamında yapıldığı için ağırlık kaybı kimyasal yapıya bağlı olarak ağırlık kaybının en üst düzeyde olduğunu göstermiştir. Ağırlık kaybının 1000ºC civarında %98 ve kalıntının ise %2 olduğu gözlemlenmiştir.

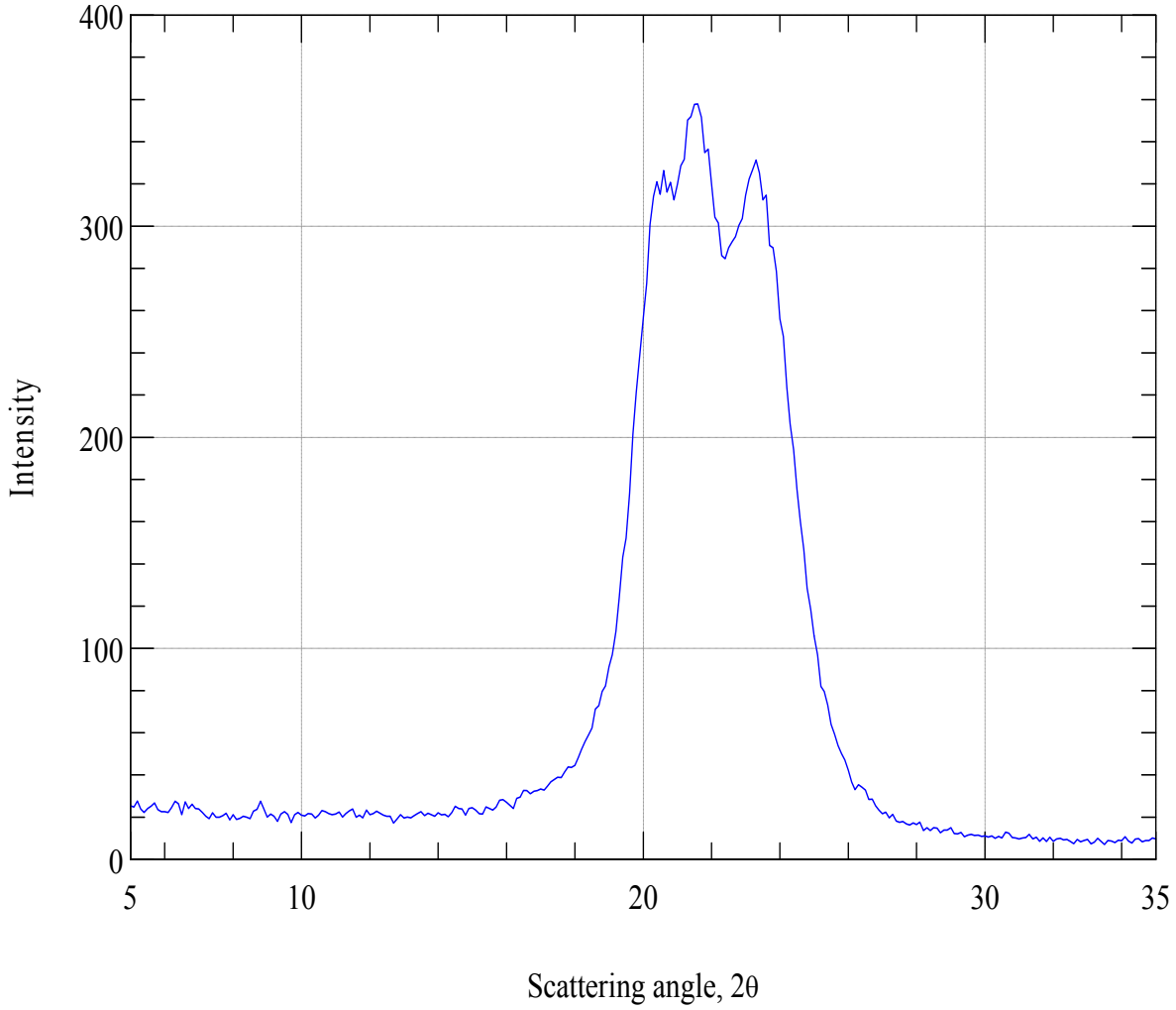
Tablo 4.1. Ham Numuneye Ait Lif Çapı Ölçüm Tablosu
(70 denye 68 filament 1,03 dpf)

Ölçüm	İncelik
1	13.28
2	12.84
3	12.39
4	12.09
5	11.94
6	11.49
7	12.09
8	11.94
9	11.79
10	11.64
11	11.34
12	11.94
13	11.79
14	11.94
15	12.09
16	11.94
17	12.45
18	12.39
19	12.39
20	12.24
X	12,1µ



Şekil 4.3. Ham Numuneye Ait Lif Çapı Mikroskop Görünümü

4.1.3 Ham Numuneye Ait XRD Difraktogramı



Şekil 4.4. Ham Numuneye Ait XRD Difraktogramı

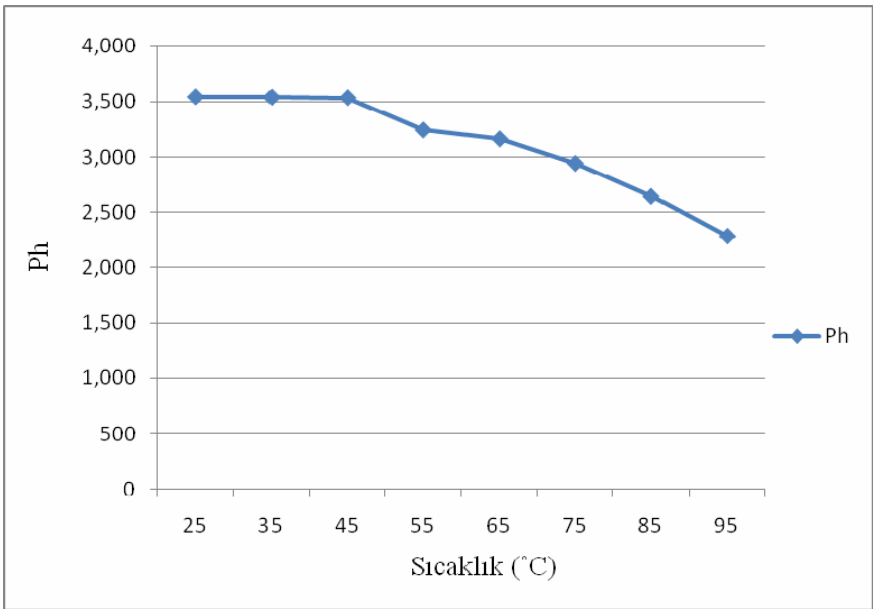
4.12. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) (90 ºC' de 2 saat Yaş İşlem) Setine Ait Deneysel Çalışmalar

Bu setin numunesinin hazırlanmasında %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) kullanılmıştır. %5 etil alkol çözelti hazırlanarak yıkanan numuneler cam plakalara sarılarak hazırlanmış olan %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) çözeltisinde 95ºC' de 120 dakika yaş işleme maruz bırakılmıştır. Daha önce yapılan aynı konsantrasyonda olan ama yaş işlem süresi 90 dakika olan setlerden farklı olarak yaş işlem süresi uzatılarak çözeltinin lif üzerindeki olan emiliminin artması sağlanmıştır. Mukavemet kaybı dezavantaj olarak kendini göstermiştir ama kullanılan yağ banyosundaki yöntemle sıcaklık homojen olarak artırıldığından istenilen aplikasyon daha iyi sağlanmıştır. Yaş işlemden sonra numunelerin bir gün süreyle dinlendirilmesinin ardından 120ºC' de 2 saat süreyle kurutma işlemi gerçekleştirildikten sonra numuneler 5dk, 15dk, 30dk, 1 saat, 2 saat, 4 saat, 6 saat, 8 saat, 10 saat, 12 saat ve 24 saat süreyle ısıl işleme maruz bırakılarak DSC cihazında erime sıcaklıkları tespit edilmiştir ve ısıl kararlılık 24 saatlik numunede sağlanmıştır. Liflere uygulanan ısıl işlem yaş işlemle lif üzerine alınan kimyasalın aplikasyonunu gerçekleştirerek ısıl işlemin süresiyle doğru orantılı olarak lifin ısıl kararlılığını artırmıştır. Isıl kararlılığın sağlanmasıyla liflerdeki kristallik derecesi azalarak aromatikleşme artmıştır. Isıl işlem görmüş numunelerin lif çapı ölçüm sonuçlarından yola çıkılarak lif inceliğinin arttığını giderek ince bir lif yapısına kavuştuğunu görülmüştür. İplik numarası ölçüm sonuçları da buna ışık tutarak ısıl işlem süresi en kısa olan numuneden en uzun numuneye doğru azalan iplik numarası sonuçları elde edilmiştir. Bu işlemlerin ardından ısıl işlem görmüş numuneler üzerlerindeki nemin gitmesi açısından ekstra kurutma yapılarak TGA, XRD, FT-IR spektroskopik testleri yapılmış ve aynı testler ham numuneye de uygulanarak sonuçlar karşılaştırılmıştır.

4.12.1. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz)(95 ºC' de 120 Dakika) Setine Ait Sıcaklık - Ph ve Lif İnceliği Ölçüm Verileri

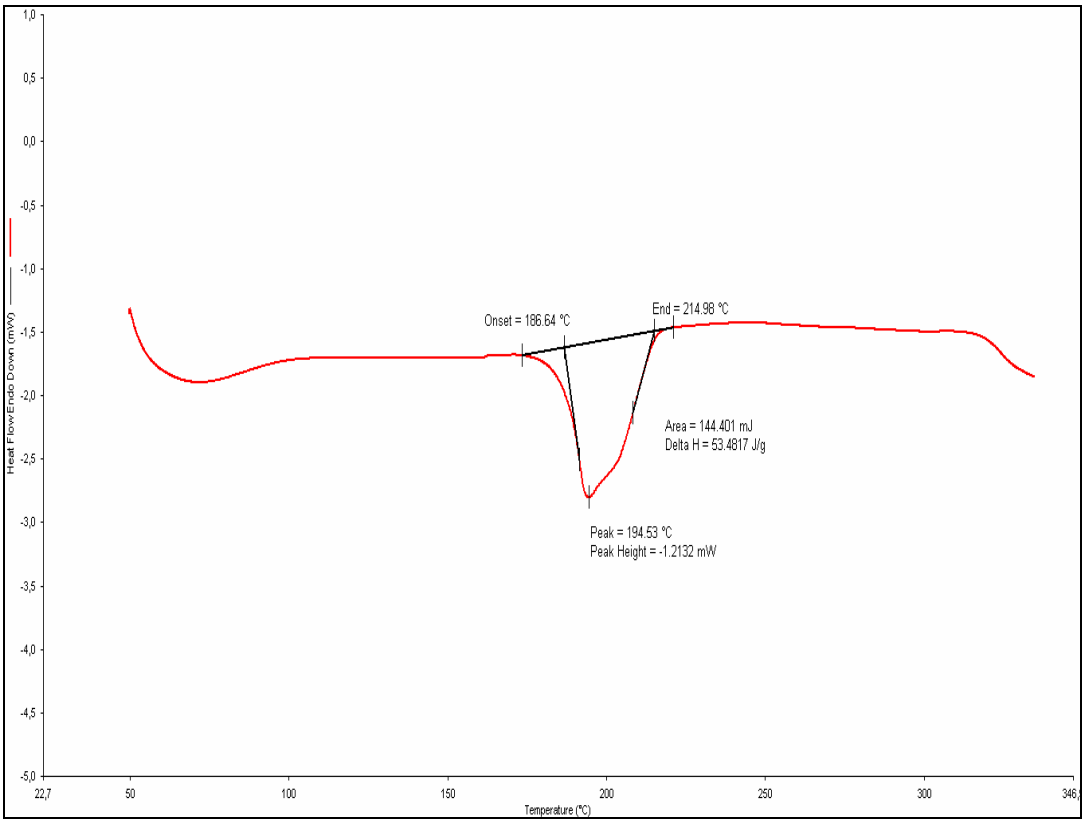
Tablo 4.22. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) çözeltisine Ait Sıcaklık - Ph Verileri

SICAKLIK	Ph
25	3,541
35	3,538
45	3,534
55	3,240
65	3,160
75	2,940
85	2,641
95	2,284

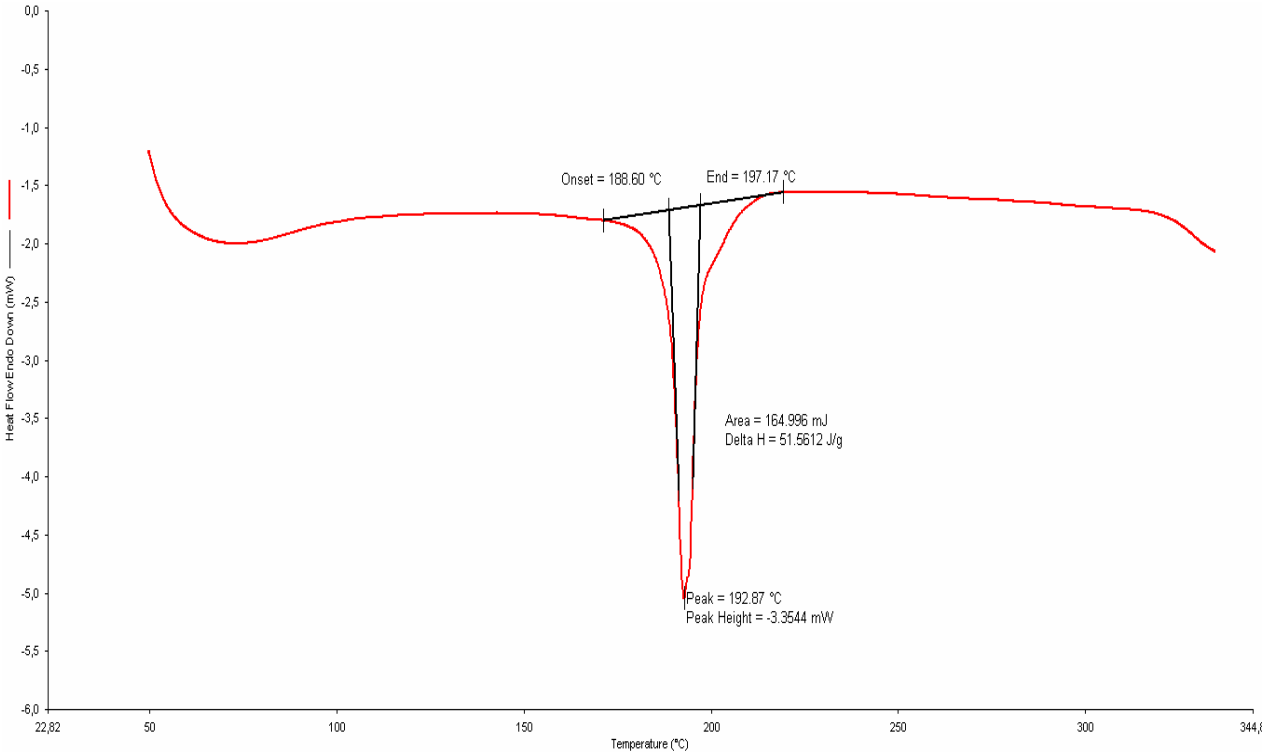


Şekil 4.5. %3,5 $CuCl_2$ (Susuz) Çözeltisinin Sıcaklıkla Ph Değişimi

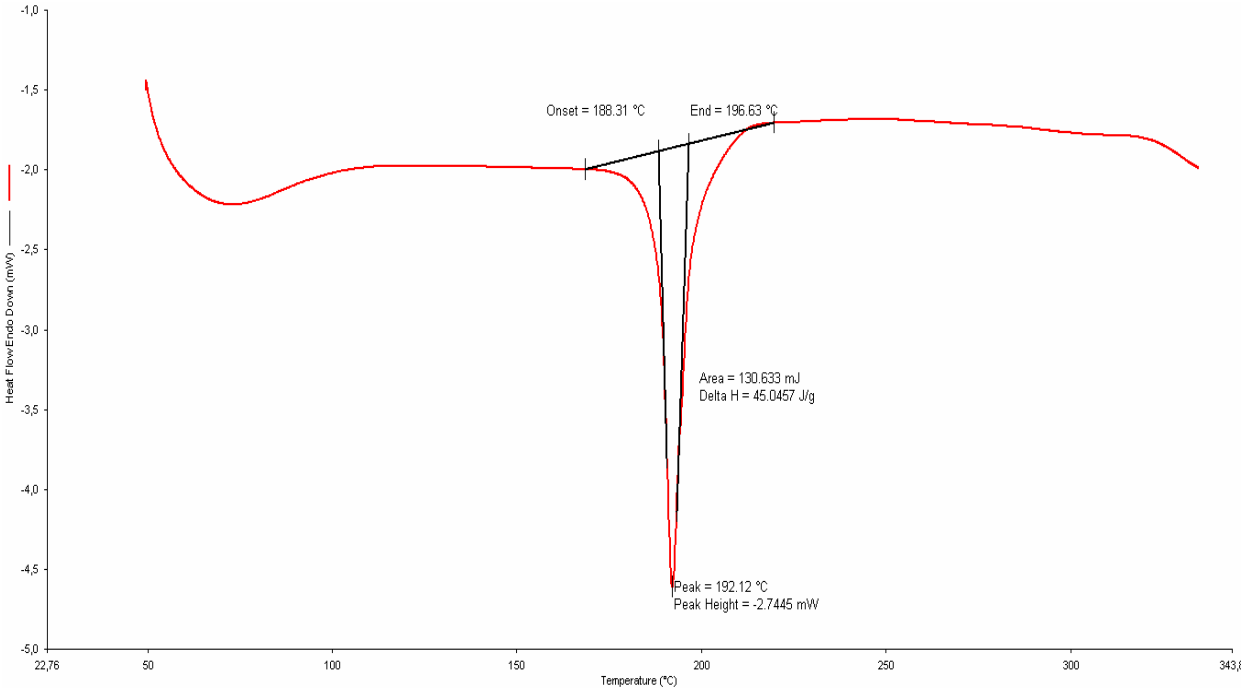
4.12.1. Isıl İşlem Görmüş Numunelerin DSC Diyagramları



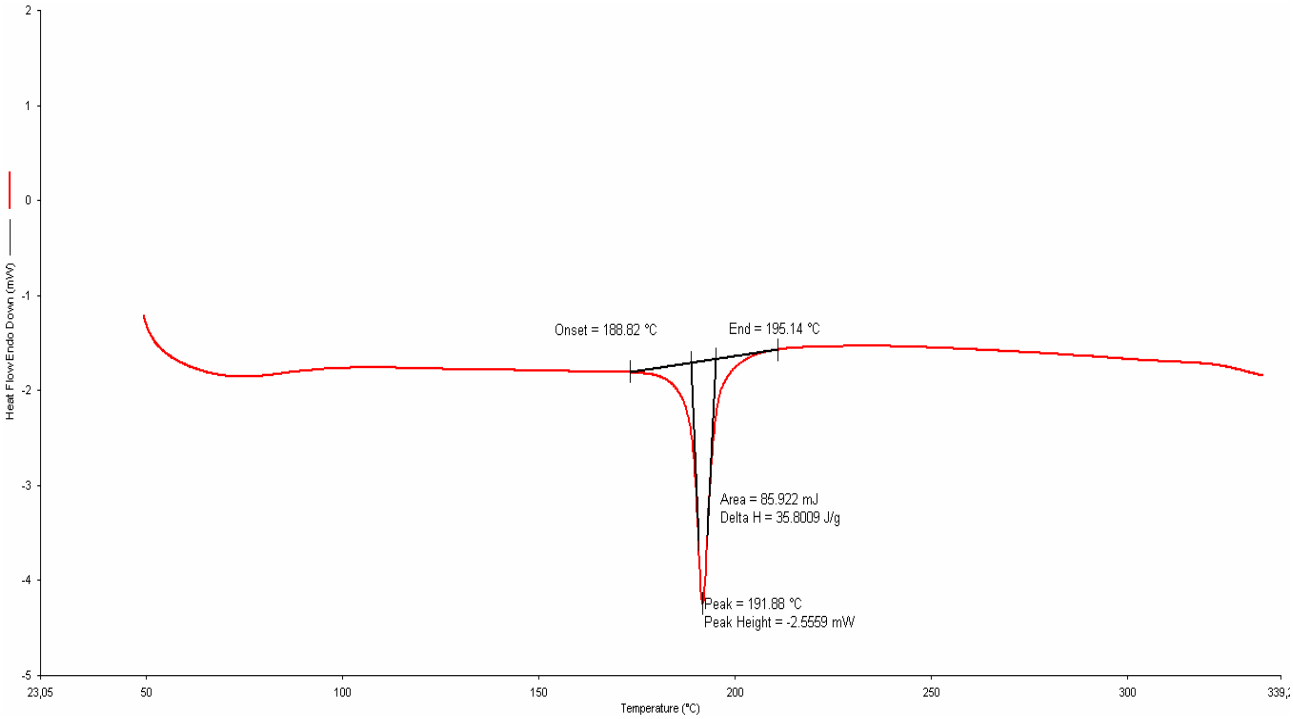
Şekil 4.6. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



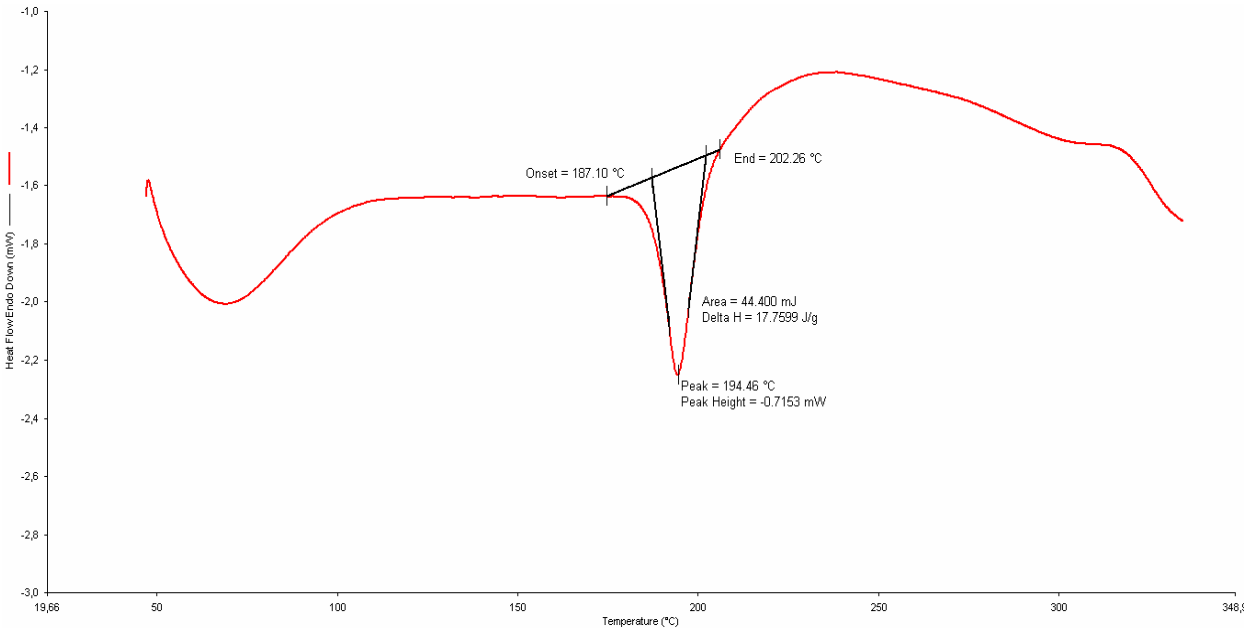
Şekil 4. 7. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



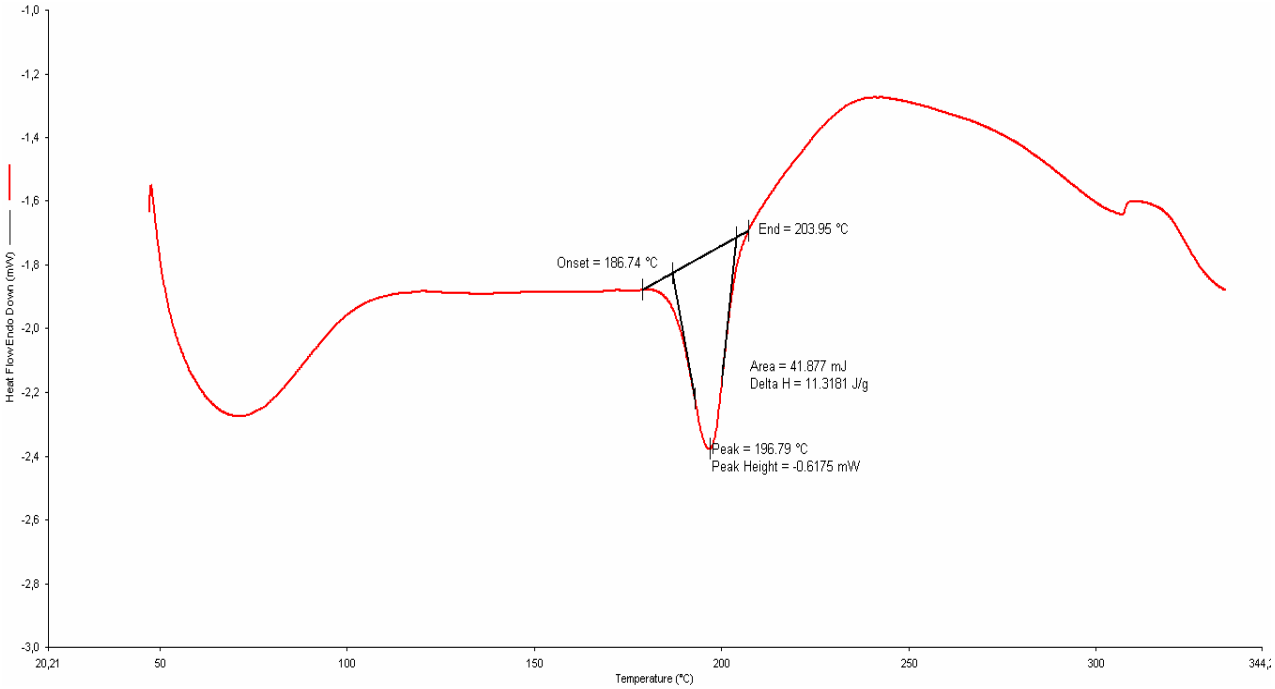
Şekil 4.8. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 30 Dakika Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



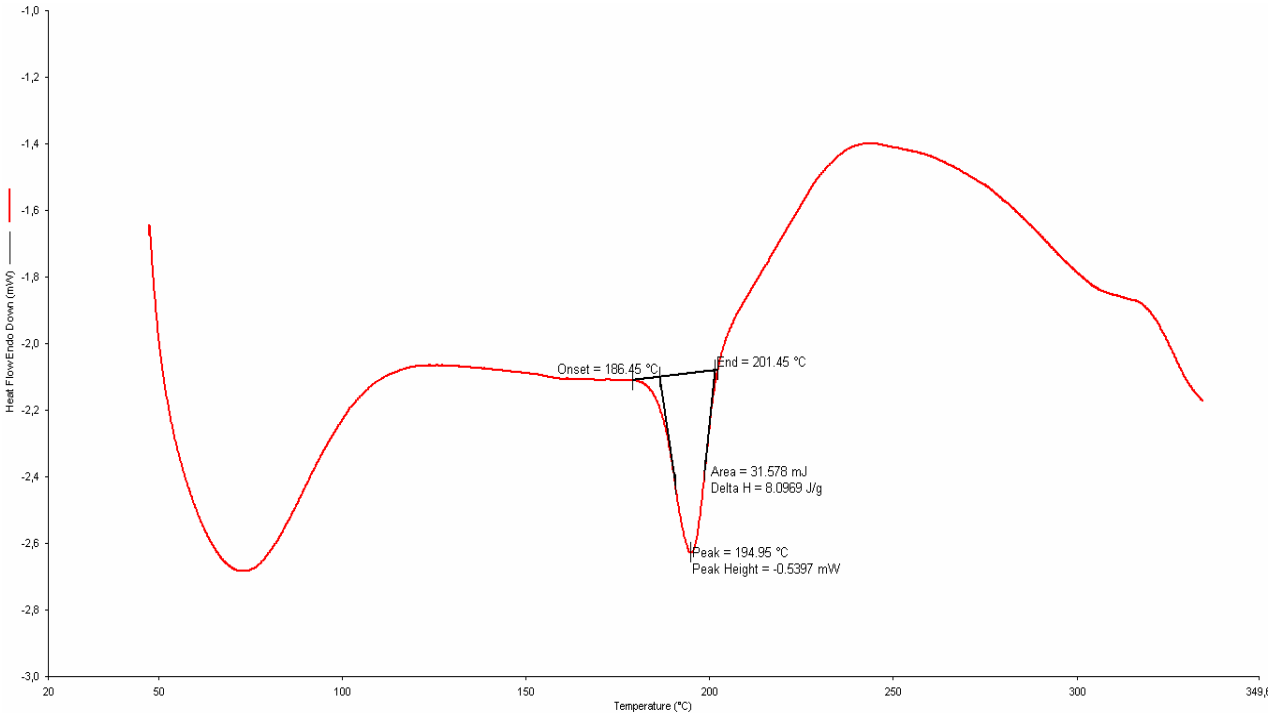
Şekil 4.9. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



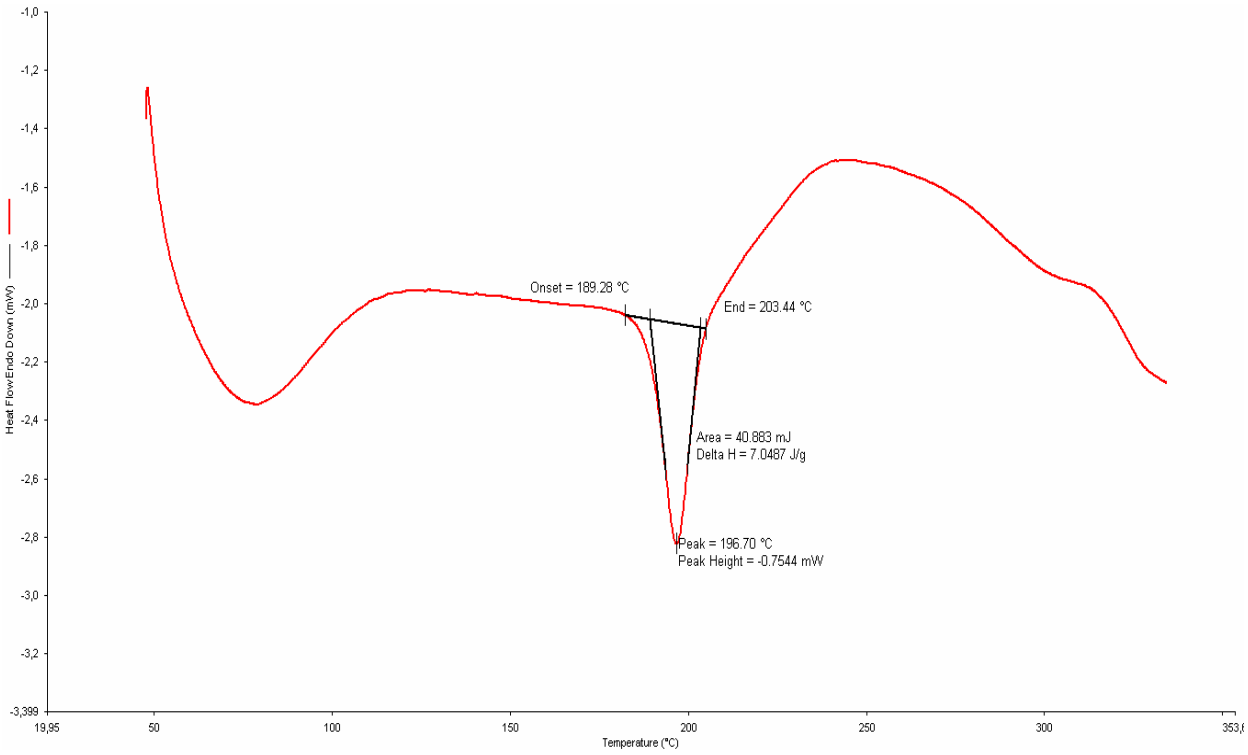
Şekil 4.10. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



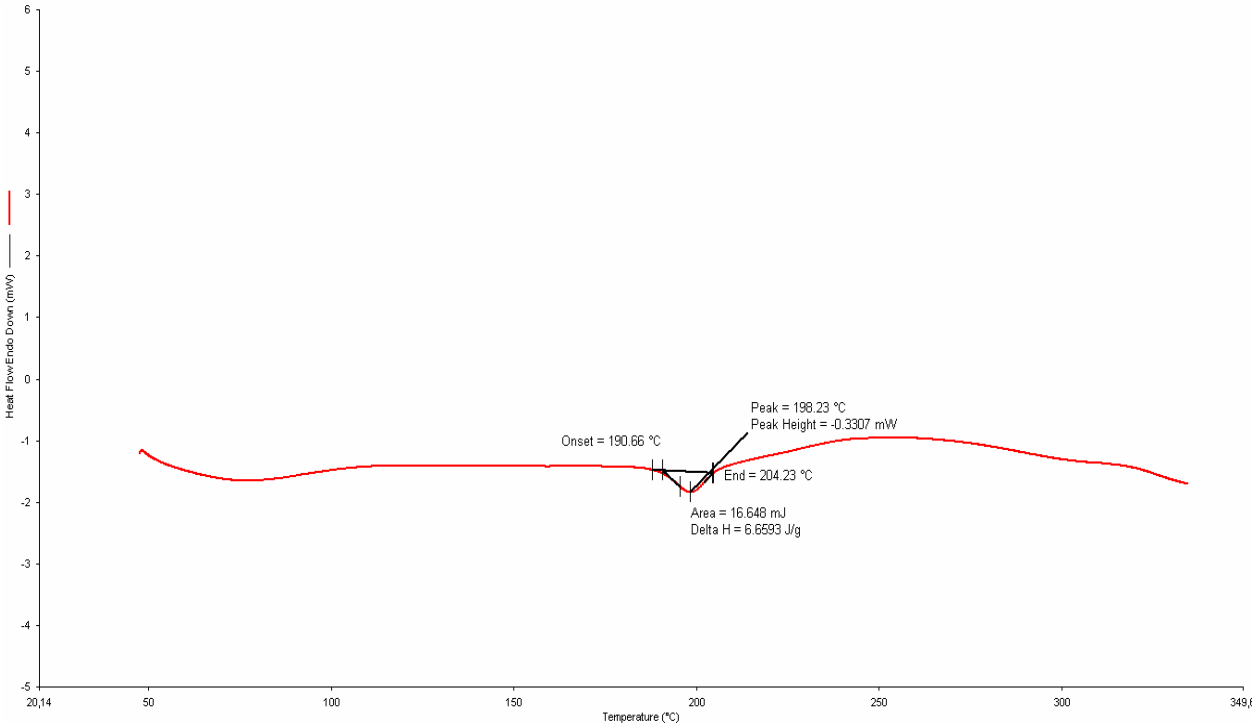
Şekil 4.11. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 4 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



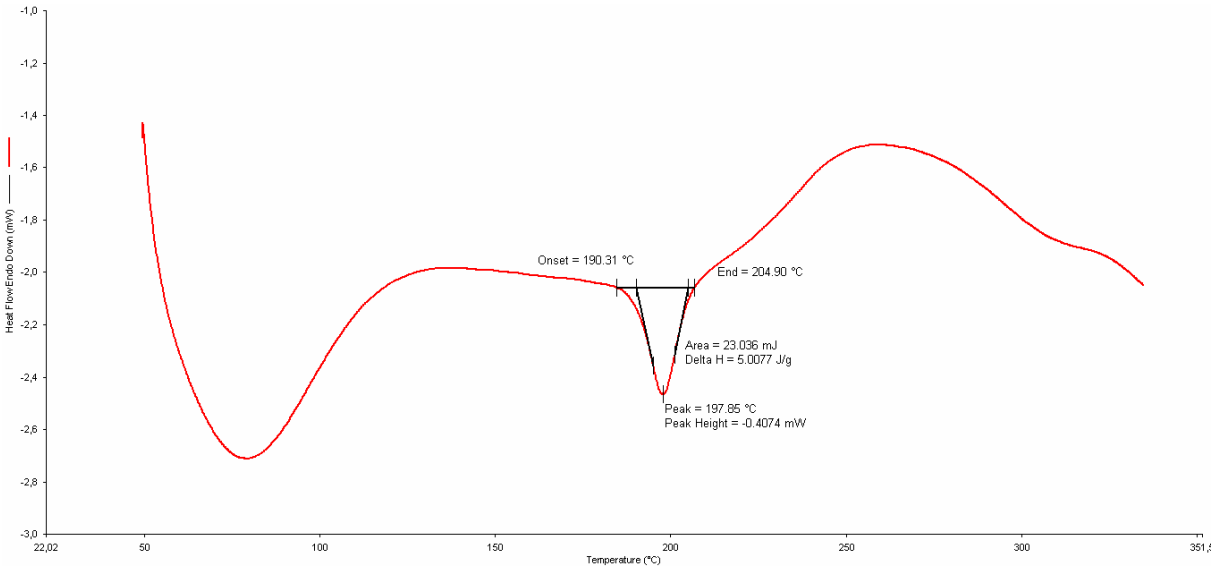
Şekil 4.12. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 6 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



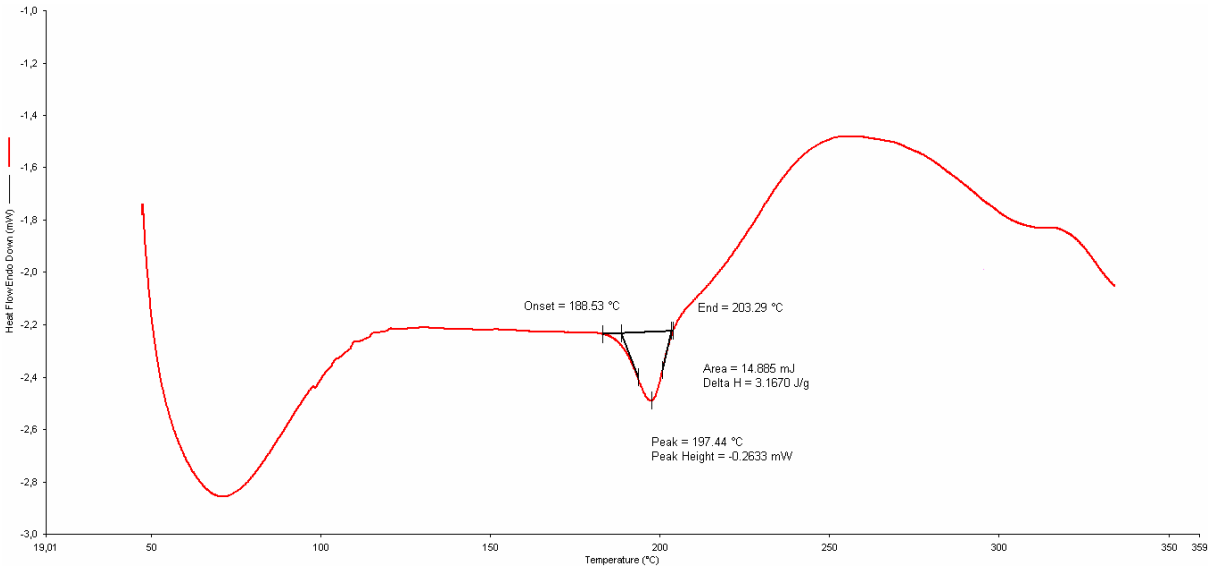
Şekil 4.13. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 8 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



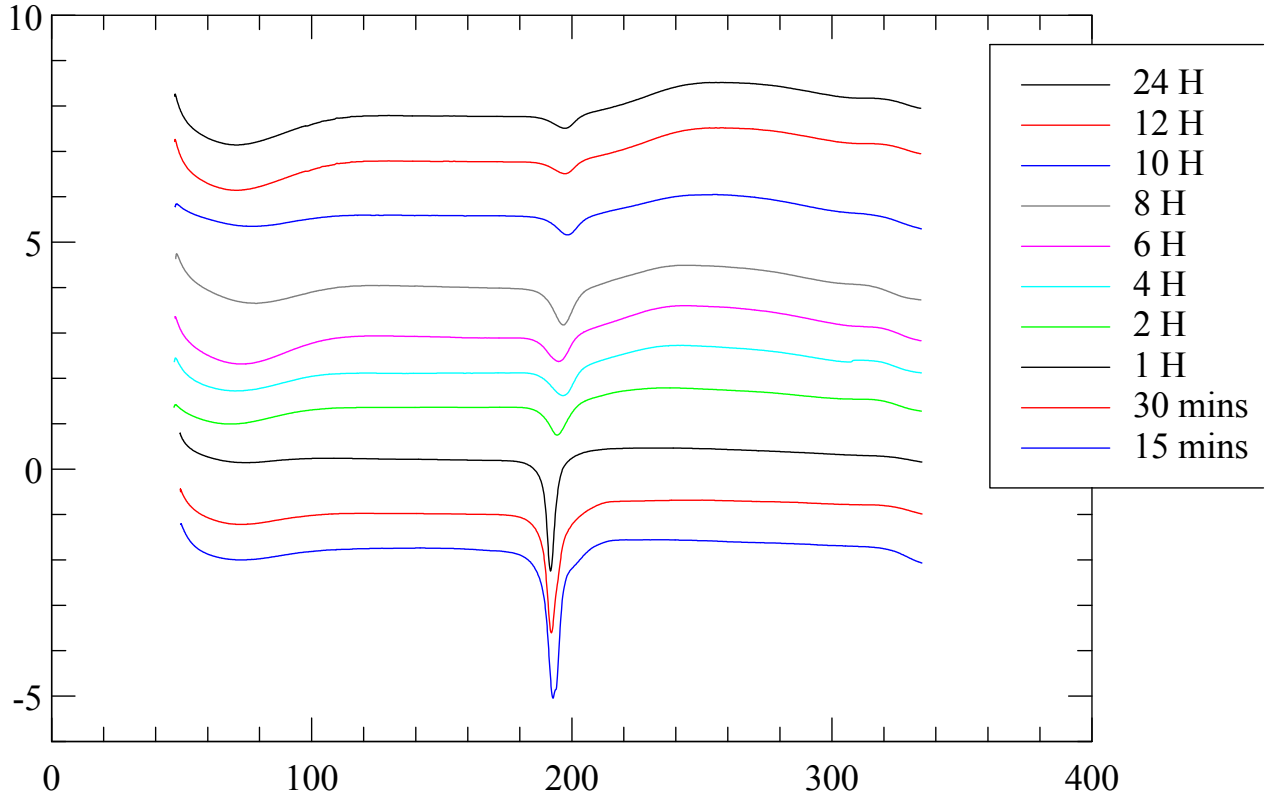
Şekil 4.14. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C ' de 10 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



Şekil 4.15. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 12 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı



Şekil 4.16. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC de 120 Dakika Yaş İşlem Görmüş, 120 ºC' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C ' de 24 Saat Isıl İşlem Görmüş Numunenin DSC Termogramı


10
5
0
-5
0
100
200
300
400
24 H
12 H
10 H
8 H
6 H
4 H
2 H
1 H
30 mins
15 mins

Lif inceliği ölçüm sonuçlarında da görüldüğü gibi ısıl işlem süresi fazla olan numunelerde işlem süresine bağlı olarak lif çapı azalmaktadır ve dolayısıyla iplik numarası azalmaktadır. Isıl işlem süresine bağlı olarak kristal bölgeler azalarak amorf bölgeler artmakta yoğunluk artmakta ve amaca uygun yapı elde edilmektedir.

Tablo 4.33. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış 120ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180ºC 'de Isıl İşlem Görmüş Numunelerin DSC Grafiklerinden Elde Edilen Veriler

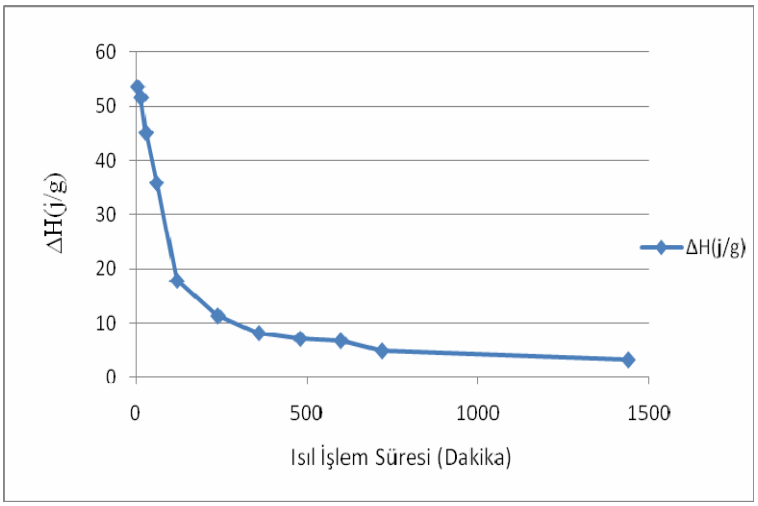
Not: Aromatization Index:

Süre (Dakika)	**Endoterm Onset (˚C)**	**Endoterm Peak (˚C)**	**ΔH (J/g)**	**Aromatization Index (%)**
0	213.66	219.81	54.76	0
5	186.64	197.53	53.48	2
15	188.60	192.87	51.56	6
30	188.31	192.12	45.05	2
60	188.82	191.88	35.80	52
120	187.10	194.46	17.76	67
240	186.74	196.79	11.32	79
360	186.45	194.95	8.09	85
480	189.28	196.70	7.049	87
600	190.66	198.23	6.66	88
720	190.31	204.90	5.01	90
1440	188.53	203.29	3.17	94

$(\Delta H_{HAM\ NUMUNE} - \Delta H_{ISIL\ İŞLEM\ GÖRMÜŞ\ NUMUNE}) / \Delta H_{HAM\ NUMUNE}$

Tablo 4.34. Isıl İşlem Süresine Göre Numunelerin erime entalpisi verileri

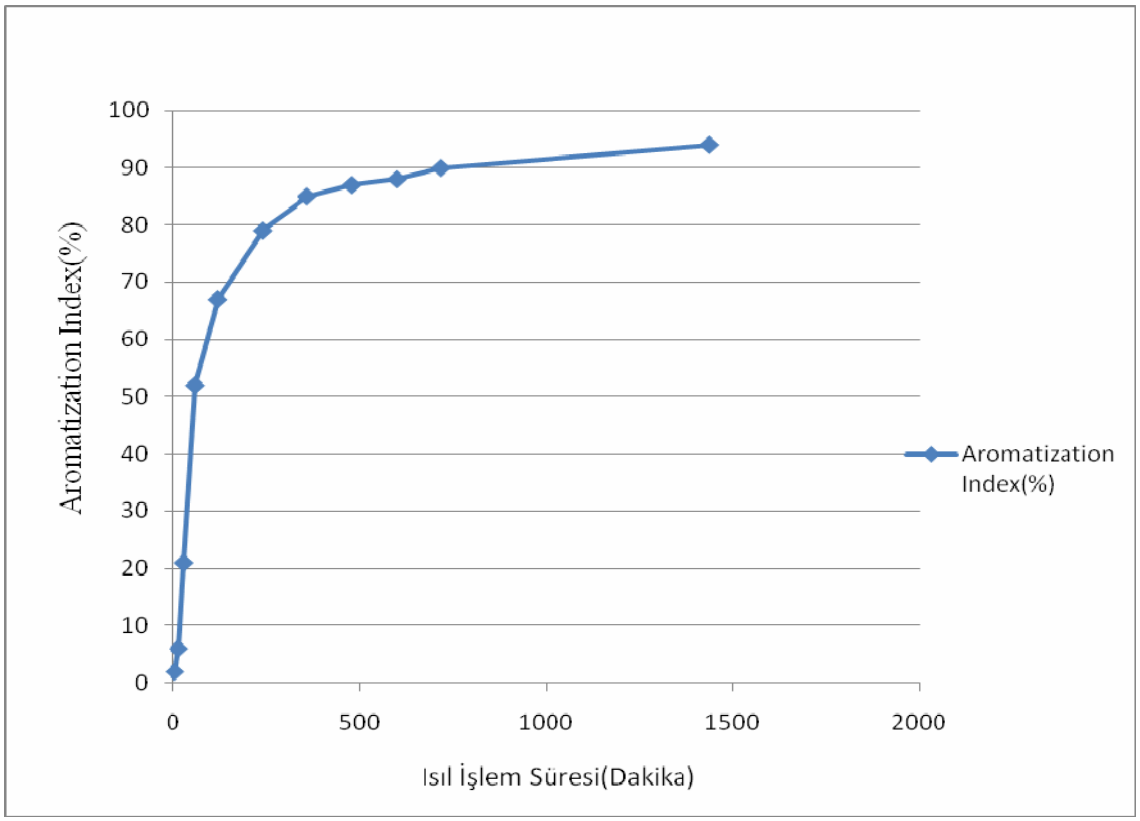
Isıl İşlem süresi (Dakika)	ΔH (J/g)
5	53.4817
15	51.5612
30	45.0457
60	35.8009
120	17.7599
240	11.3181
360	8.0959
480	7.0487
600	6.6593
720	5.0077
1440	3.1670



Şekil 4.17. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de Isıl İşlem Yapılmış Numunelerin DSC Diyagramından Elde Edilen ΔH Verileri

Tablo 4.35. Isıl İşlem Süresine Göre Numunelerin ΔH Verileri

Isıl İşlem Süresi(Dakika)	Aromatization Index(%)
0	0
5	2
15	6
30	21
60	52
120	67
240	79
360	85
480	87
600	88
720	90
1440	94



Şekil 4.18. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C' de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de Isıl İşlem Yapılmış Numunelerin DSC Diyagramından Elde Edilen Aromatization Index Verileri

Tablo 4.36. Isıl İşlem Süresine Bağlı Olarak Numunelerde Meydana Gelen Fiziksel Değişimler

Süre (Dakika)	Renk	Yanma	İplik Numarası (TEX)	İplik Numarası Kaybı (%)	Lif İnceliği (µm)	Lif İnceliği Kaybı(%)
0	Beyaz	Yanıyor	7.852	0	12.007	0
5	Açık Sarı	Yanıyor	9.89	14 Artış	12.3718	3Artış Var
15	Sarı	Yanıyor	9.41	9 Artış	11.8156	1.5
30	Koyu Sarı	Yanıyor	9.29	7.6 Artış	11.4365	4.7
60	Açık Kahverengi	Yanıyor	9.25	7 Artış	11.2747	6
120	Kahverengi	Yanıyor	9.03	4 Artış	11.4956	4.2
240	Koyu Kahverengi	Yanma Hızı yavaşlıyor	8.75	1 Artış	11.3803	5
360	Siyaha Yakın Kahverengi	Yanma Hızı Yavaşlıyor.	8.4	2 Kayıp	10.7345	10
480	Siyah	Yanma yok Ama Parçalanma Var	8.13	5 Kayıp	10.819	9.8
600	Siyah	Parçalanma Devam Ediyor	8.11	6 Kayıp	10.617	11
720	Siyah		8	7 Kayıp	10.4425	13
1440	Siyah	Parçalanma daha az	7.28	15 Kayıp	10.546	12

Tablo 4.37. Ham naylon 6' nın İplik NumarasıVerileri

Ham Naylon 6	**Uzunluk (m)**	**Ağırlık (g)**	**İplik Numarası (Tex)**
1.Ölçüm	100m	0.7852	7.852
2.Ölçüm	100m	0.7854	7.854
3.Ölçüm	100m	0.7856	7.856
4.Ölçüm	100m	0.7848	7.848
5.Ölçüm	100m	0.785	7.85
Ortalama(Tex)	100m	0.7858	7.852

Tablo 4.38. Isıl İşlem Görmüş Numunelerin İplik Numaraları Verileri

Isıl İşlem Süresi	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık(g)	İplik Numarası(tex)
0	10.27	0.1963	10.27
5	13.65	0.1351	9.89
15	15.925	0.15	9.41
30	21.84	0.2031	9.29
60	17.29	0.1601	9.25
120	19.11	0.148	9.03
240	8.645	0.0757	8.75
360	13.65	0.117	8.57
480	16.38	0.1333	8.13
600	17.29	0.1403	8.11
720	17.29	0.1384	8
1440	9.1	0.0663	7.28

4.12.4. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış, 120ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180 ºC'de Ham numunenin ve Isıl İşlem Görmüş Numunelerin Lif incelikleri ve Standart Sapmalarının Sonuçları

Tablo 4.39 Ham Naylon 6 ' nın Lif İnceliği ve Standart Sapma Sonuçları

Ölçüm Sayısı (Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.35	12.99	11.64	13.28	12.24
2	11.49	12.69	11.64	12.84	12.39
3	11.35	12.84	11.79	12.39	12.09
4	11.65	12.99	11.64	12.09	12.24
5	12.54	12.84	11.64	11.94	12.84
6	11.64	12.99	11.49	11.49	12.69
7	11.64	13.29	11.19	12.09	12.84
8	12.09	12.84	11.34	11.94	12.54
9	12.09	12.69	11.49	11.79	12.39
10	12.09	12	11.19	11.64	12.24
11	12.24	12.99	11.34	11.34	11.94
12	12.39	13.13	11.19	11.94	11.64
13	12.09	12.54	12.24	11.79	11.2
14	11.79	12.54	11.34	11.94	10.9
15	11.79	12	11.34	12.09	11.04
16	11.64	12.54	11.34	11.94	11.19
17	11.34	12.24	11.79	12.45	11.05
18	11.64	12.39	11.79	12.39	11.05
19	11.94	12.24	12.24	12.39	11.2
20	11.64	12.09	12.24	12.24	11.35
Ortalama(µm)	11.82	12,67	11,595	12.1	11.85
Standart Sapma	0.347	0.221	0.341	0.448	0.675

Tablo 4.40.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Ölçüm sayısı(tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	12.54	12.39	12.24	11.49	12.39
2	12.69	13.58	12.54	11.79	13.14
3	12.39	12.69	12.39	11.64	12.84
4	12.24	11.64	12.99	11.79	11.94
5	12.84	11.94	12.69	12.39	11.49
6	12.54	13.43	12.54	11.64	11.49
7	12.99	11.64	12.84	12.54	11.49
8	13.28	11.79	12.69	12.69	11.04
9	12.99	11.94	12.84	12.09	12.24
10	12.99	12.09	12.69	11.79	12.69
11	12.69	11.79	12.99	11.49	12.39
12	13.13	11.94	12.69	11.34	12.39
13	12.84	11.94	12.84	11.94	12.09
14	13.28	11.34	12.54	11.79	13.28
15	13.28	12.24	12.24	11.49	12.84
16	12.54	11.94	12.69	11.34	13.43
17	12.84	11.79	12.99	11.79	12.39
18	13.29	11.64	12.99	11.94	12.69
19	12.69	11.79	13.43	11.79	12.69
20	12.99	11.34	12.84	11.79	13.14
Ortalama(µm)	12.85	12,044	12,734	11,827	12,404
Standart Sapma	0.313	0.592	0.283	0.345	0.868

Tablo 4.41.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.2	11.49	11.34	11.64	12.09
2	11.79	10.75	11.34	11.19	11.94
3	12.09	11.49	11.64	11.64	11.49
4	11.79	11.34	11.64	11.79	11.94
5	11.94	11.79	11.49	12.09	11.94
6	11.34	11.94	11.2	11.94	12.09
7	12.24	11.64	11.34	11.49	11.49
8	11.64	11.34	11.64	11.94	11.04
9	11.64	11.64	11.64	11.49	13.14
10	11.64	11.49	11.64	11.79	11.94
11	11.94	11.04	11.49	11.34	11.94
12	11.64	10.75	11.79	11.94	11.94
13	12.09	11.64	12.09	11.79	11.94
14	12.69	11.64	11.64	11.79	11.19
15	11.79	11.79	11.94	11.79	11.79
16	12.39	11.64	12.09	12.09	11.79
17	12.24	11.94	12.69	12.39	12.39
18	12.24	11.49	12.24	12.54	12.39
19	12.39	11.49	12.54	12.24	12.24
20	12.39	12.09	12.54	11.94	12.54
Ortalama(µm)	11.955	11,521	11,798	11,842	11,962
Standart Sapma	0.385	0,354	0.436	0,335	0.467

Tablo 4.42.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Ölçüm sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.49	11.34	12.54	11.34	11.64
2	10.9	11.34	12.84	11.04	11.14
3	10.75	11.04	12.39	11.2	11.2
4	11.2	11.64	13.43	11.34	11.44
5	11.79	11.49	13.28	10.9	10.9
6	11.19	11.49	12.69	11.34	11.34
7	11.64	11.2	13.14	11.2	11.2
8	11.19	11.05	12.99	11.65	11.75
9	11.64	11.19	12.24	10.75	10.75
10	11.8	11.64	12.69	10.6	10.6
11	11.64	11.04	11.79	11.05	11.05
12	12.24	11.2	12.09	11.49	11.49
13	11.79	11.2	11.94	10.75	10.75
14	12.09	11.49	11.94	10.9	10.8
15	11.64	10.6	12.24	10.9	10.8
16	12.39	11.94	12.39	11.04	11.14
17	11.64	10.75	12.54	11.49	11.59
18	12.54	10.75	11.79	11.2	11.12
19	12.69	10.75	11.2	11.49	11.99
20	12.84	11.2	11.49	11.49	11.49
Ortalama(µm)	11.7545	11,217	12,382	11,158	10,671
Standart Sapma	0.573	0.345	0.594	0.296	0.669

Tablo 4.43.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart sapma sonuçları

Ölçüm sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.34	12.09	10.3	10.9	11.2
2	11.2	12.09	10.3	10.75	10.75
3	11.05	12.39	10.45	10.9	11.34
4	11.19	12.54	10.6	11.34	10.9
5	11.34	11.94	10.75	10.75	10.75
6	11.49	12.39	10.6	10.75	11.19
7	11.05	12.09	10.6	11.04	10.9
8	11.79	11.94	10.45	11.2	10.6
9	11.49	12.39	10.6	10.6	10.6
10	11.2	12.09	10.75	10.3	9.85
11	11.79	11.94	10.45	10.3	10.3
12	11.94	12.09	10.15	10.45	10
13	11.79	12.69	10.3	10.75	10.3
14	12.39	12.99	10	10.6	10.75
15	11.94	12.69	10.3	10.9	10.75
16	12.24	12.39	11.2	10.75	11.04
17	12.24	13.28	11.05	11.34	10.9
18	12.39	12.69	11.2	10.9	10.6
19	12.54	12.69	11.05	10.9	11.34
20	12.09	12.99	11.49	11.34	11.2
Ortalama(µm)	11.7245	12,419	10,629	10,838	10,763
Standart Sapma	0.485	0.393	0.629	0.31	0.416

Tablo 4.44.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.2	11.49	11.94	12.39	11.47
2	10.9	11.2	12.09	12.84	10.15
3	10.75	11.79	11.64	12.69	10.45
4	10.9	11.79	11.79	12.54	10.45
5	10.75	11.79	11.94	11.94	11.2
6	10.75	11.79	11.79	12.54	10.45
7	10.45	11.79	11.64	12.09	10.75
8	11.19	11.64	11.79	12.25	10.3
9	11.34	11.64	11.94	11.94	10.75
10	11.05	11.49	11.79	11.49	10.6
11	11.34	10.9	11.94	11.49	10.45
12	11.34	11.64	11.79	11.49	10.45
13	11.34	11.79	12.24	11.34	10.3
14	11.64	11.64	12.99	11.19	10.15
15	11.94	11.94	11.94	11.64	10.75
16	11.94	12.24	11.79	11.79	10.45
17	11.94	11.94	11.64	11.79	10.75
18	11.64	12.24	11.49	11.04	10.45
19	11.65	11.64	12.24	11.79	10.75
20	11.79	12.99	11.65	11.94	11.04
Ortalama(µm)	11.292	11,768	11,903	11,910	10,605
Standart Sapma	0.451	0.418	0.322	0.507	0.337

Tablo 4.45.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı (Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.2	11.64	11.49	11.79	11.2
2	11.64	11.49	11.79	11.94	11.64
3	11.49	11.04	11.64	12.09	11.49
4	11.05	11.05	11.34	12.24	10.9
5	11.64	11.19	11.2	12.09	10.15
6	10.9	11.05	11.2	11.79	11.05
7	11.04	10.9	10.75	12.69	10.6
8	11.2	10.9	10.9	12.39	11.04
9	11.49	10.75	10.75	12.39	11.05
10	11.05	10.75	10.75	12.09	10.9
11	11.05	11.49	10.9	11.94	10.6
12	11.34	10.6	10.75	12.24	11.2
13	10.75	11.34	11.34	12.84	11.35
14	10.75	11.05	10.75	11.34	11.64
15	11.49	11.34	11.05	11.94	11.2
16	11.49	11.64	10.3	11.49	11.94
17	11.64	11.49	11.2	12.69	11.64
18	11.94	11.2	10.3	12.39	11.79
19	10.9	11.49	11.2	12.39	11.79
20	10.9	11.79	10.6	12.84	11.94
Ortalama(µm)	11.2475	11,209	11.01	12.18	11,255
Standart Sapma	0.340	0.336	0.406	0.414	0.486

Tablo 4.46.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	10.9	10.75	10.9	10.6	10.75
2	10.9	10.6	11.2	11.2	10.15
3	11.79	10.3	10.6	10.3	10.45
4	12.39	10.3	10.6	10.3	10.9
5	11.64	10.45	10.45	10.45	11.49
6	10.9	9.85	10.3	10	11.04
7	11.49	10.15	10.45	9.85	11.49
8	11.2	10.45	10.75	10.45	11.64
9	11.2	10	10.6	10	10.3
10	11.34	10	10.45	10.15	11.34
11	11.04	10.15	10.3	10.15	11.34
12	10.75	10	10.6	10.6	11.64
13	10.9	9.7	10.9	9.85	11.79
14	10.45	10	10.75	10.15	11.2
15	11.2	10	10.9	10.45	11.04
16	10.75	10	10.45	10.45	11.34
17	11.19	10.3	10.9	10	11.19
18	11.2	10	10.6	10.9	11.34
19	11.49	10.75	10.45	11.04	11.34
20	11.19	10.75	11.49	11.41	11.34
Ortalama(µm)	11.1955	10,225	10,682	10,415	11,155
Standart Sapma	0.429	0.314	0.300	0.441	0.447

Tablo 4.47.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	10.15	10	11.2	10.15	10.6
2	10.9	10.15	11.04	10.45	11.64
3	10.6	10.15	11.34	10	11.2
4	11.2	10.6	11.34	10	10.75
5	11.34	10.45	10.75	10.3	11.49
6	11.34	10.45	11.2	9.7	11.64
7	11.64	10.75	10.9	9.4	11.94
8	11.19	11.05	11.05	8.96	11.64
9	11.2	10.9	10.75	9.7	10.6
10	11.34	10.9	10.6	9.85	11.49
11	11.19	10.75	10.6	10	11.94
12	11.34	10.45	10.75	9.7	11.64
13	10.75	10.3	10.45	10.15	11.79
14	10.45	10.45	10.45	9.85	11.49
15	11.49	10.9	10.9	10.45	11.34
16	11.64	11.04	10.45	9.86	11.2
17	11.19	10.45	10.9	10	11.2
18	11.05	11.34	10.6	10	11.64
19	12.54	11.19	11.64	10.45	10.75
20	11.2	10.15	11.94	10.47	11.49
Ortalama(µm)	11.187	10,621	10,942	9,972	11,373
Standart Sapma	0.496	0.382	0.407	0.379	0.416

Tablo 4.48.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.94	9.7	11.79	11.2	10
2	11.64	10	12.09	11.04	10
3	11.49	10	11.79	10.9	10.6
4	11.79	10.15	11.94	11.49	10.6
5	11.04	10.45	11.64	11.79	10.9
6	11.04	10.15	12.24	11.34	10.9
7	11.05	10.6	11.94	11.19	10.6
8	10.75	10.6	12.09	11.05	10.15
9	11.04	10.45	11.34	10.9	10.6
10	10.3	10.9	11.2	10.9	10.75
11	10.75	9.85	11.64	11.64	10
12	10.45	10.75	10.6	11.94	9.55
13	10.6	10.45	11.34	11.79	9.4
14	10.45	11.04	11.34	11.34	9.4
15	10.6	11.05	12.24	11.19	9.55
16	10.45	11.34	12.09	11.34	10
17	10.3	11.2	12.54	11.34	10.3
18	10.45	11.79	11.79	12.24	10.6
19	10.3	11.79	11.94	12.84	10.9
20	10.45	11.79	11.79	12.84	10.9
Ortalama(µm)	10.844	10,702	11,768	11,515	10,285
Standart Sapma	0.518	0.65	0.442	0.58	0.524

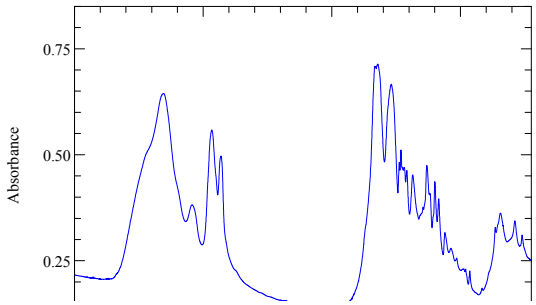
Tablo 4.49.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	9.25	10.9	10.3	10	11.79
2	10	10.45	9.1	9.55	11.49
3	10.15	10.6	10.15	9.4	12.24
4	10	10.6	9.7	10.3	11.49
5	9.7	11.19	9.7	9.55	11.05
6	10.15	11.05	9.4	9.1	11.05
7	10.15	10.6	10	9.85	11.05
8	10.45	10.75	10	9.25	10.75
9	10.6	10.45	9.85	9.85	10.9
10	10.9	10.6	9.7	9.7	11.49
11	11.05	10.9	10	9.85	11.34
12	10.75	10.45	9.85	9.7	11.79
13	11.05	10.9	9.85	10.75	11.04
14	10.9	10.9	10.45	10.6	11.34
15	10.75	10.75	9.85	10.45	11.2
16	10.45	10.75	10.15	10.6	11.49
17	10.75	10.75	10.45	10.15	11.19
18	10.45	10.3	10.3	9.4	11.64
19	10.15	10.6	10	8.81	11.64
20	11.04	10.9	10	8.81	10.75
Ortalama(µm)	10.4345	10,719	9.94	9,783	11,336
Standart Sapma	0.488	0.225	0.332	0.573	0.381

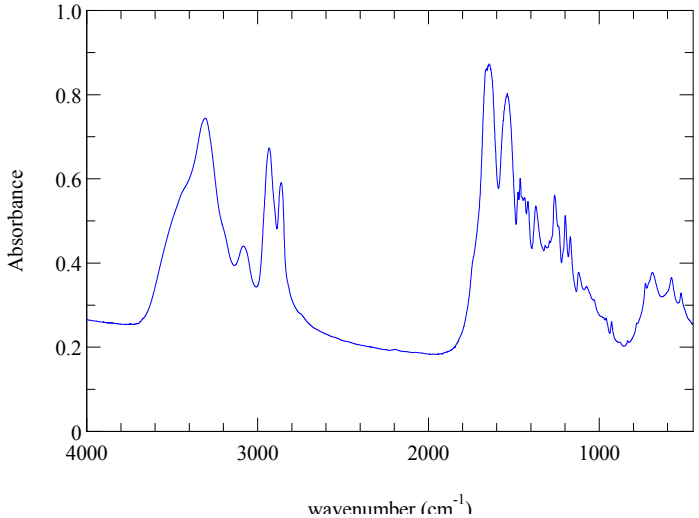
Tablo 4.50.%3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin Lif inceliği ve Standart Sapma sonuçları

Ölçüm Sayısı(Tane)	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**
1	11.34	10	11.04	10.9	10.6
2	11.79	10	11.19	10.45	9.4
3	12.24	10.15	12.09	11.05	9.55
4	10.75	10.15	12.09	10.6	9.25
5	10.3	10.15	11.34	10.3	10.3
6	10.6	10	11.19	10.9	10.3
7	10.9	10.3	11.34	10.45	10.15
8	10.6	10	11.79	10.75	10
9	10.6	10.3	11.94	11.2	9.85
10	10.45	10	11.05	11.04	11.34
11	10.15	10.3	11.05	10.75	10.15
12	10	10.3	11.49	10.9	10.45
13	9.4	9.85	10.75	10.6	10.9
14	9.7	10.15	9.55	11.19	10.9
15	9.7	9.55	11.04	10.75	10.75
16	9.25	9.55	10.45	10.81	10.6
17	10.15	10.3	10.3	10.9	10.75
18	9.85	10.15	10.3	11.05	10.3
19	10.45	10.15	10.6	10.6	11.49
20	10.15	10.3	10.45	10.75	10.6
Ortalama(µm)	10,418	10,082	11,052	10,797	10,381
Standart Sapma	0.749	0.226	0.661	0.247	0.589

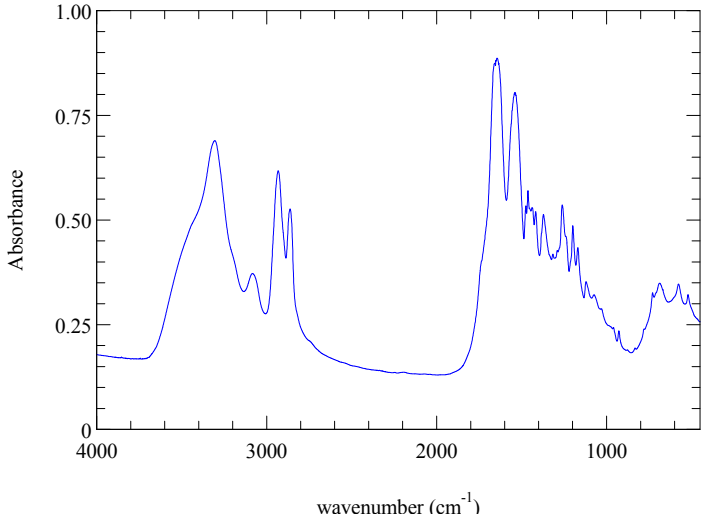
4.12.4. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış, 120 ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180ºC 'de Isıl İşlem Görmüş Numunelerin FT-IR Sonuçları



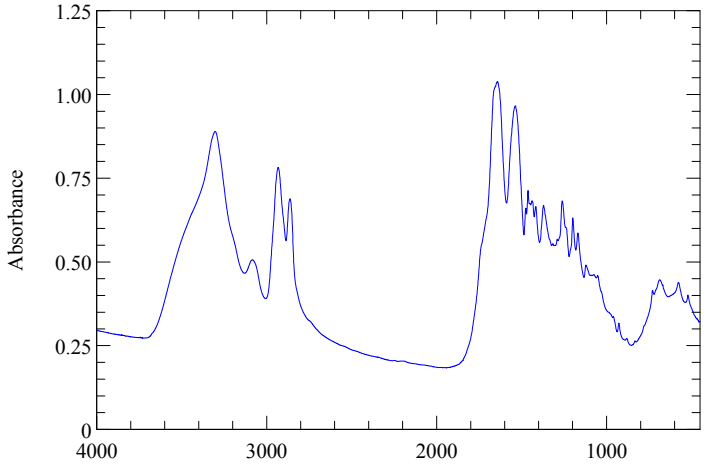
Şekil 4.19. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



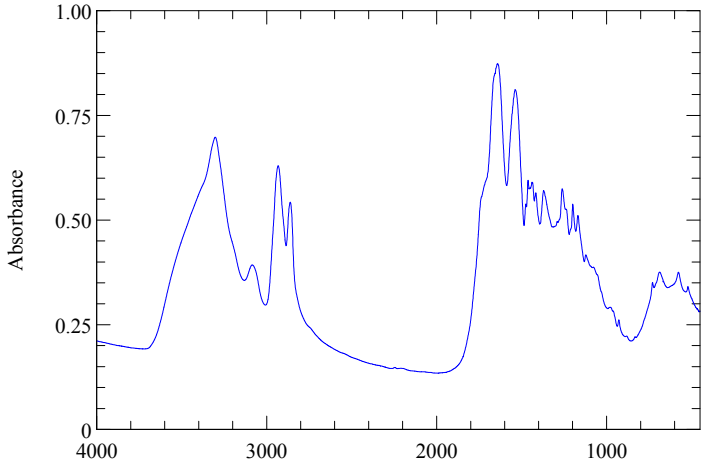
Şekil 4.20. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



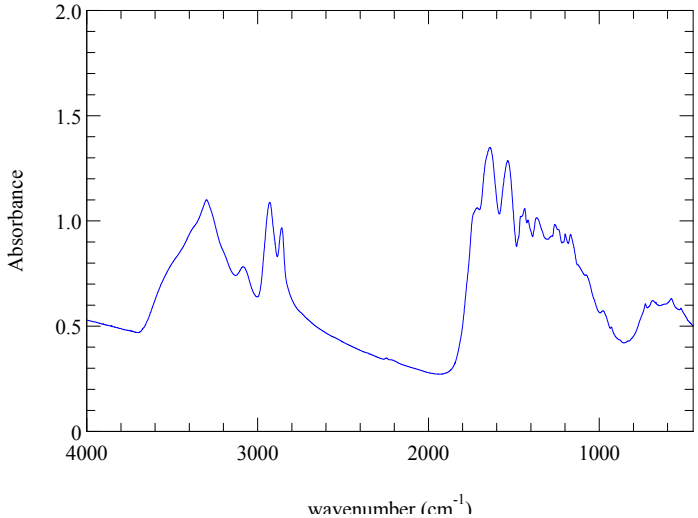
Şekil 4.21. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



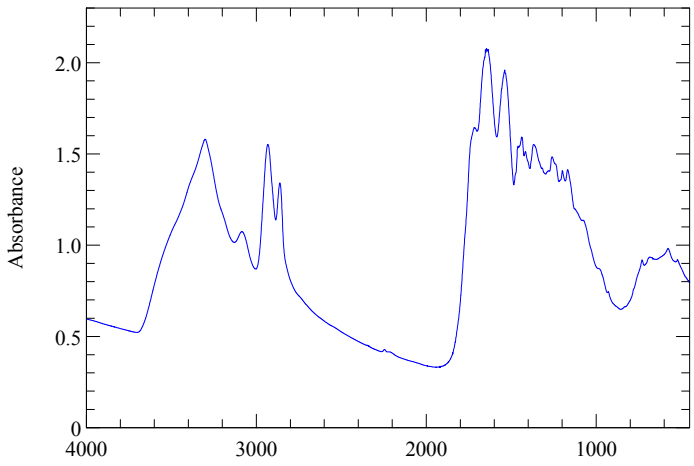
Şekil 4.22. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



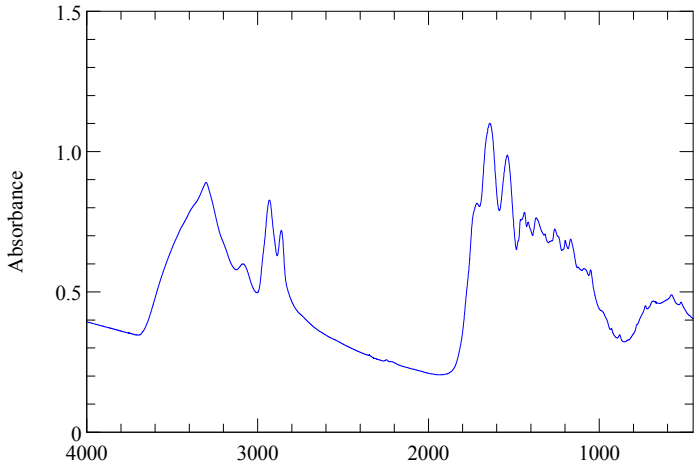
Şekil 4.23. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



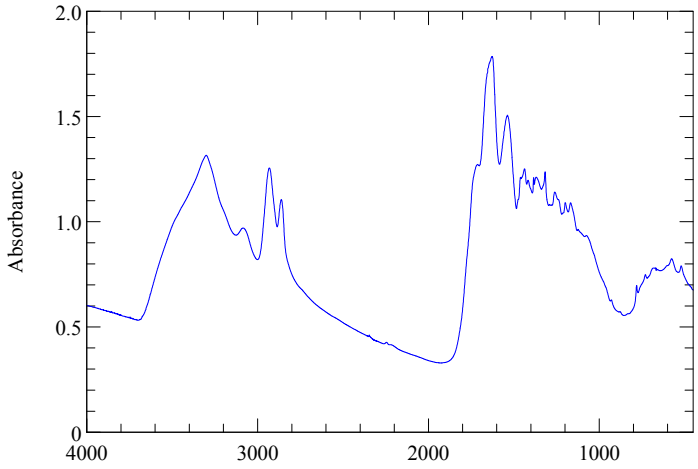
Şekil 4.24. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



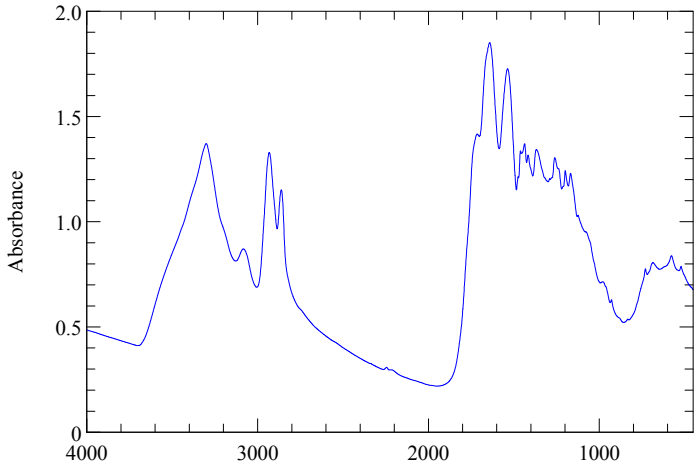
Şekil 4.25. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



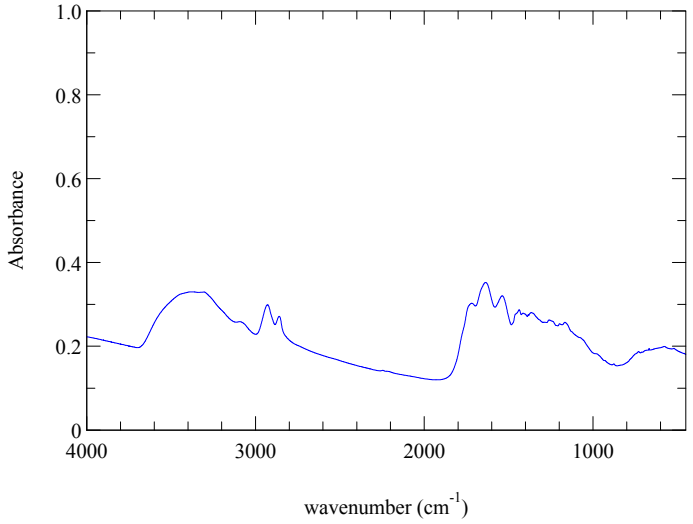
Şekil 4.26. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları



Şekil 4.27. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçları

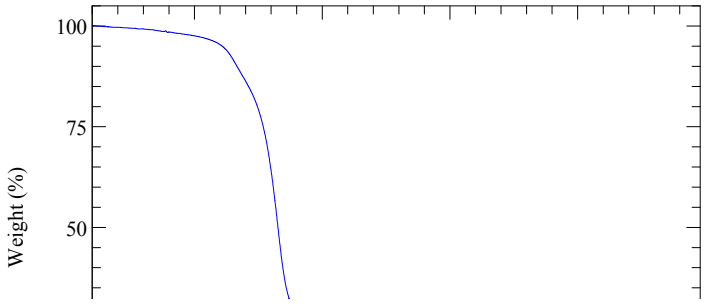


Şekil 4.28. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçlar

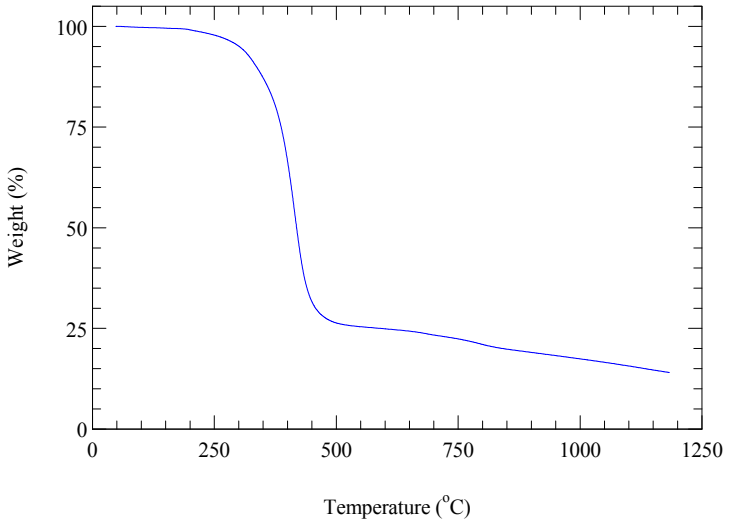


Şekil 4.29. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin FT-IR Test Sonuçlar

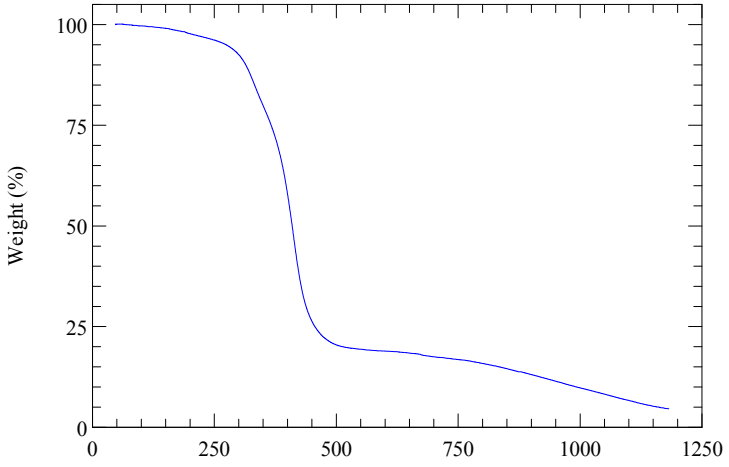
4.12.5. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış, 120ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180ºC 'de Isıl İşlem Görmüş Numunelerin TGA Test Sonuçları



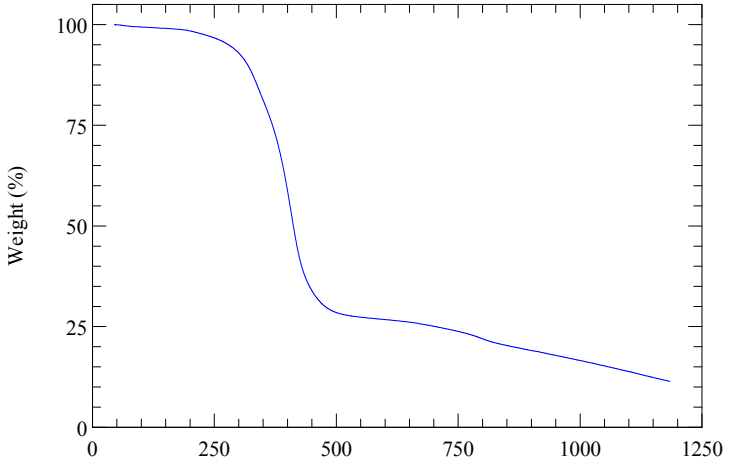
Şekil 4.30. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120ºC de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



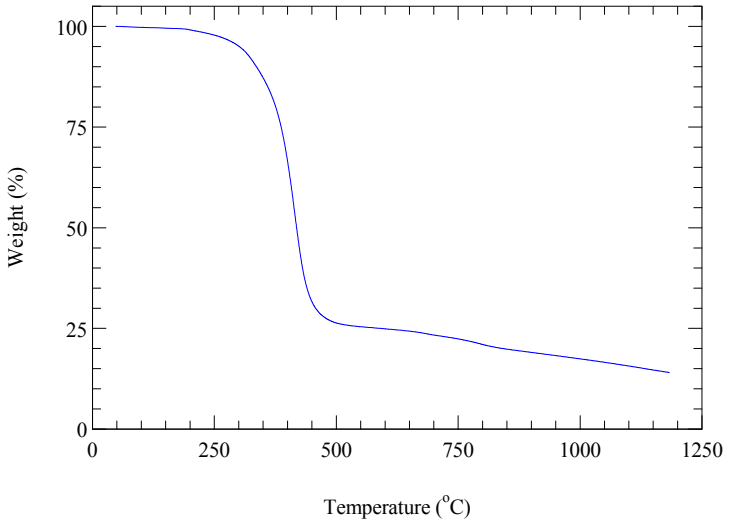
Şekil 4.31. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçlar



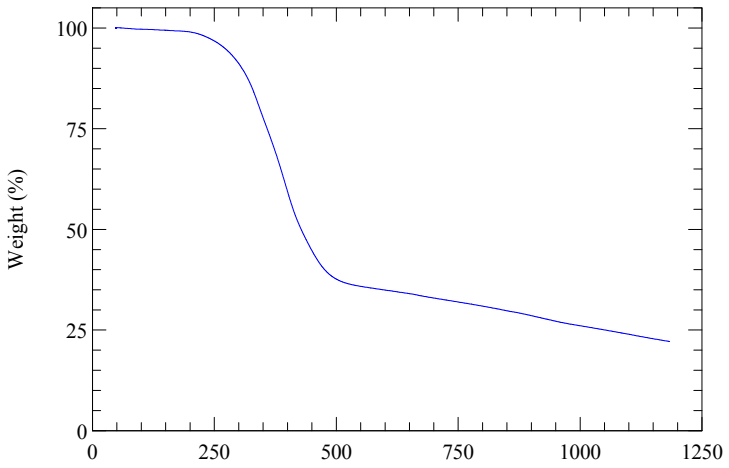
Şekil 4.32. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



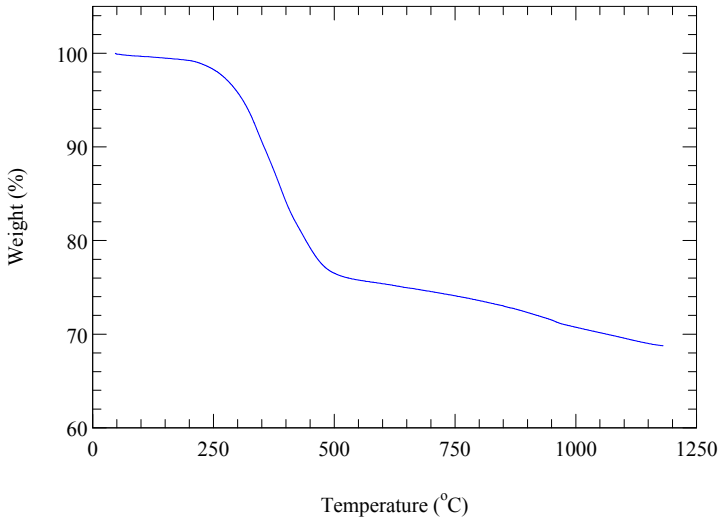
Şekil 4.33. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



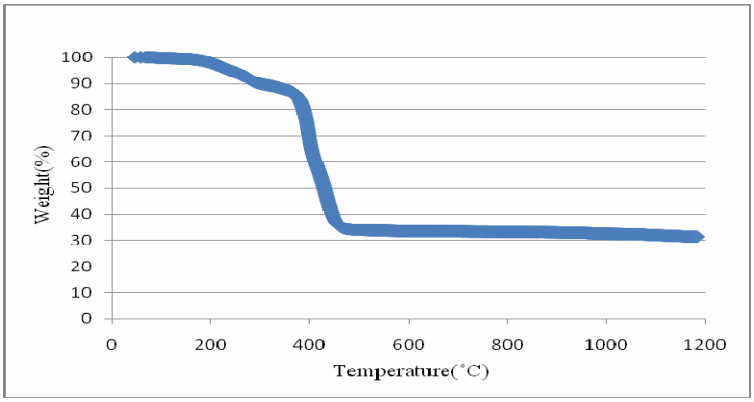
Şekil 4.34. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



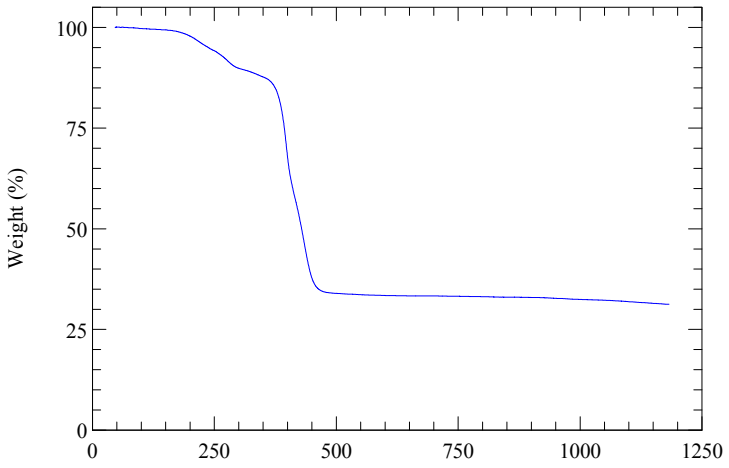
Şekil 4.35. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



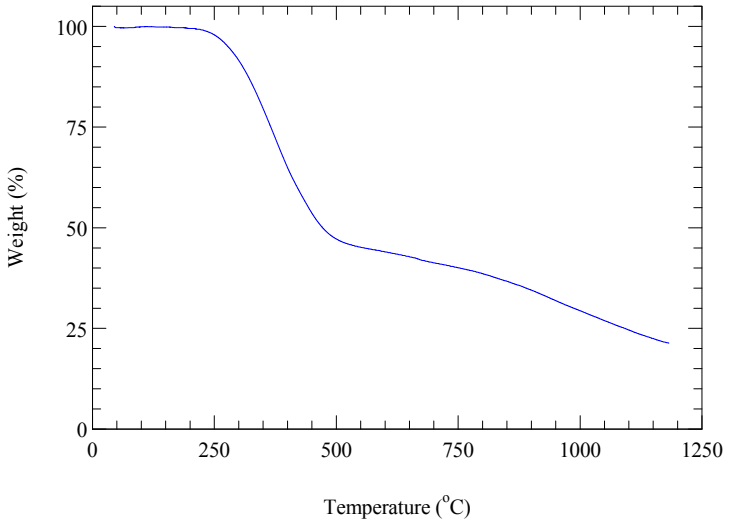
Şekil 4.36. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları



Şekil 4.37. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

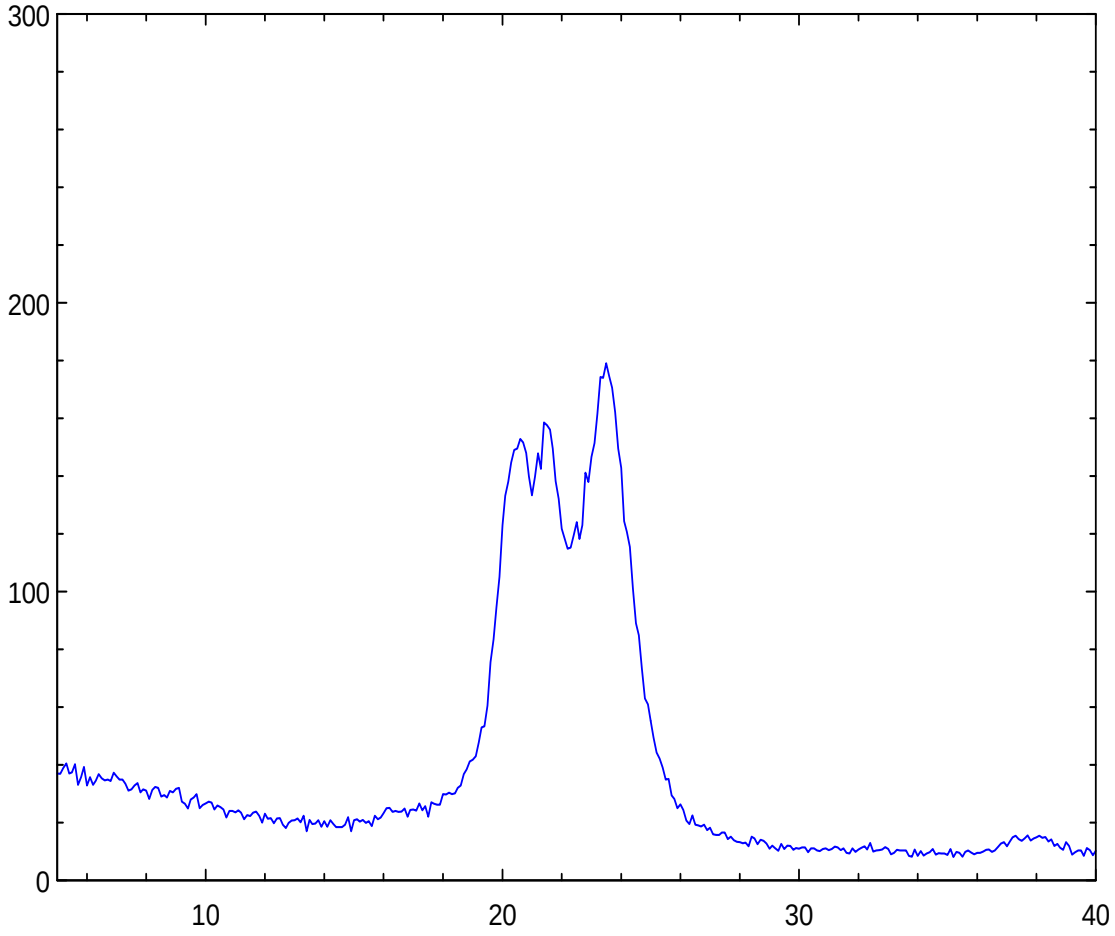


Şekil 4.38. %3,5 $CuCl_2$ ile 95ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120 C de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180 ˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

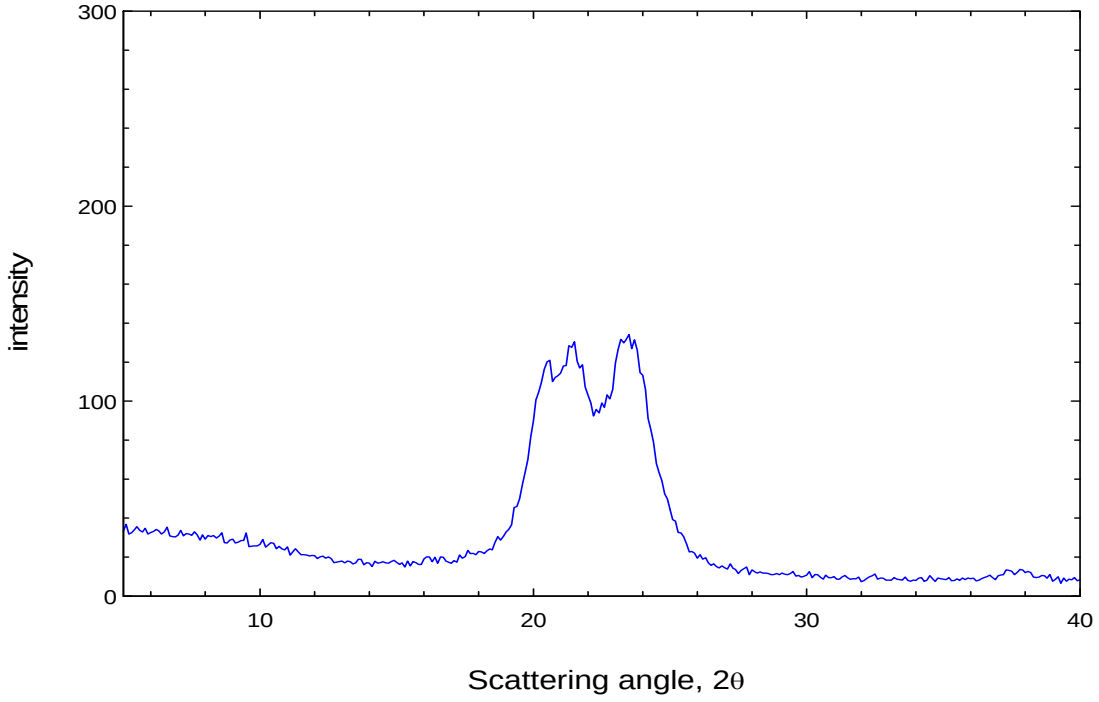


Şekil 4.39. %3,5 $CuCl_2$ ile 95 ºC' de 120 dk Yaş Görmüş 120ºC de 2 Saat Kurutma Yapılan ve 180˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin TGA Test Sonuçları

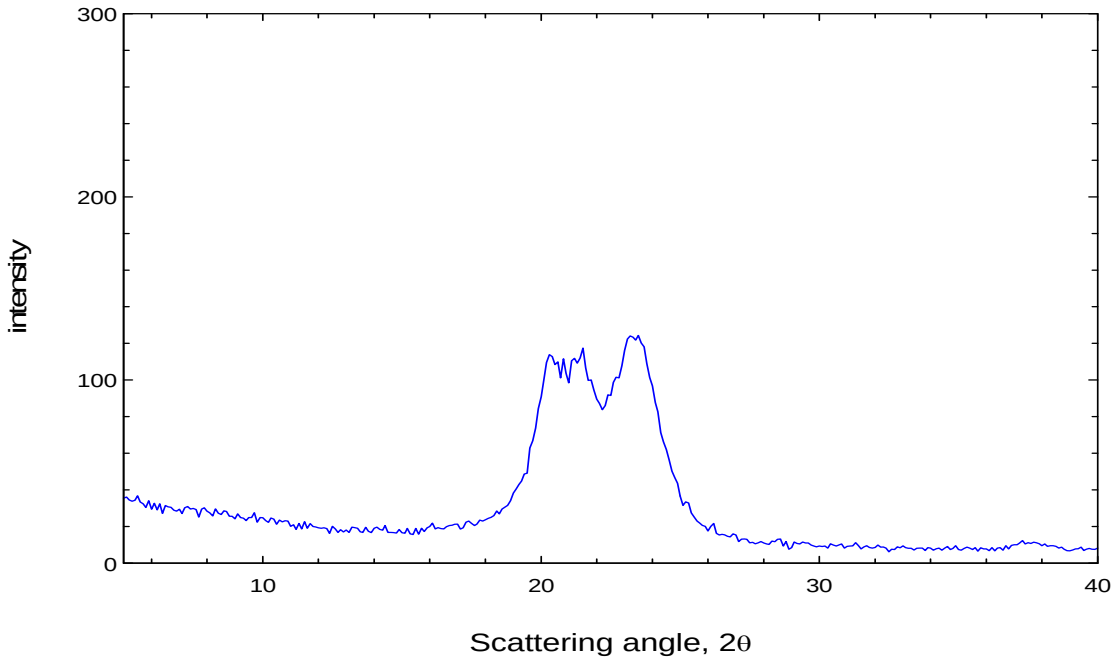
4.12.6. %3.5 $CuCl_2$ ile Yaş İşlem yapılmış, 120 ºC' de 2 Saat Kurutulmuş ve 180ºC 'de Isıl İşlem Görmüş Numunelerin XRD Test Sonuçları



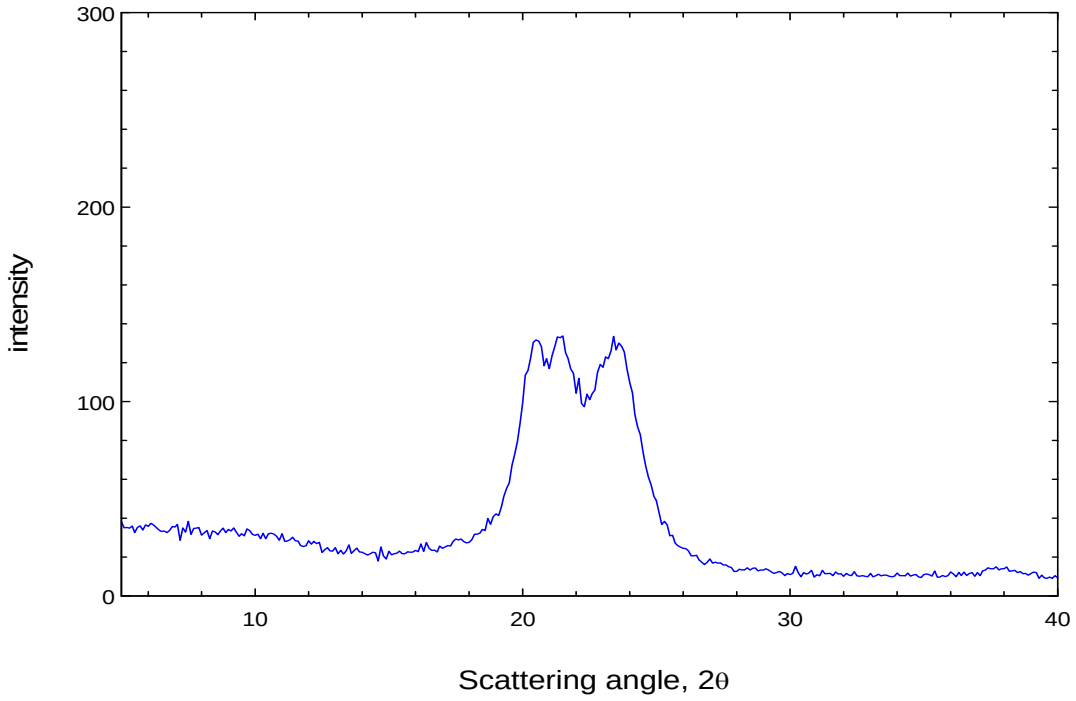
Şekil 4.40. 180˚C' de 5 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



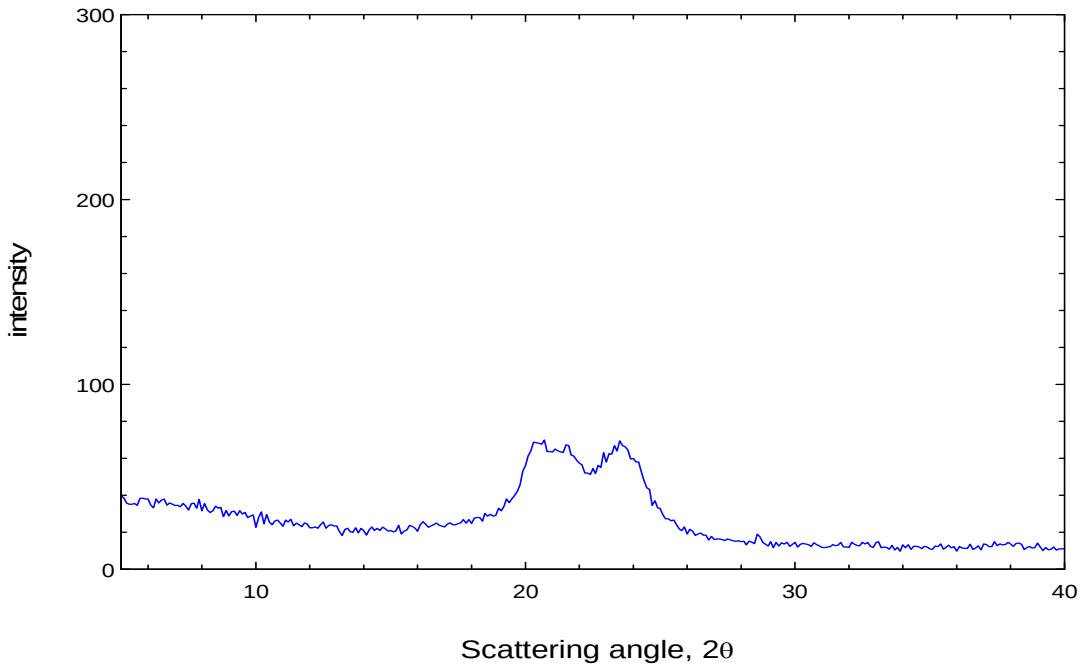
Şekil 4.41. 180 ˚C' de 15 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



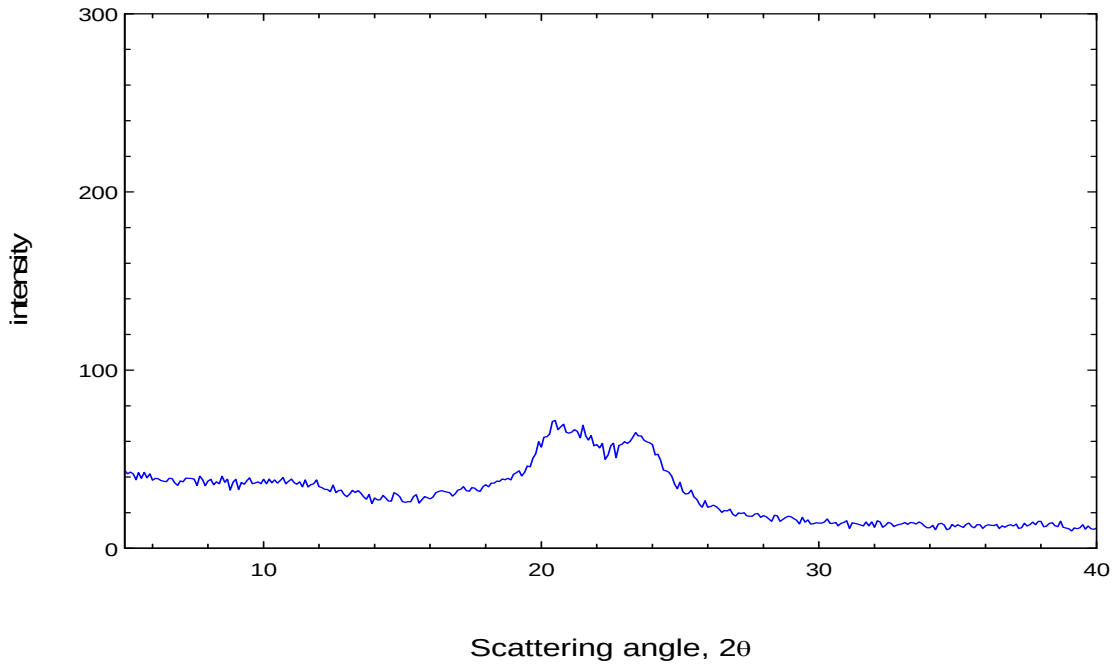
Şekil 4.42. 180˚C' de 30 Dakika Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



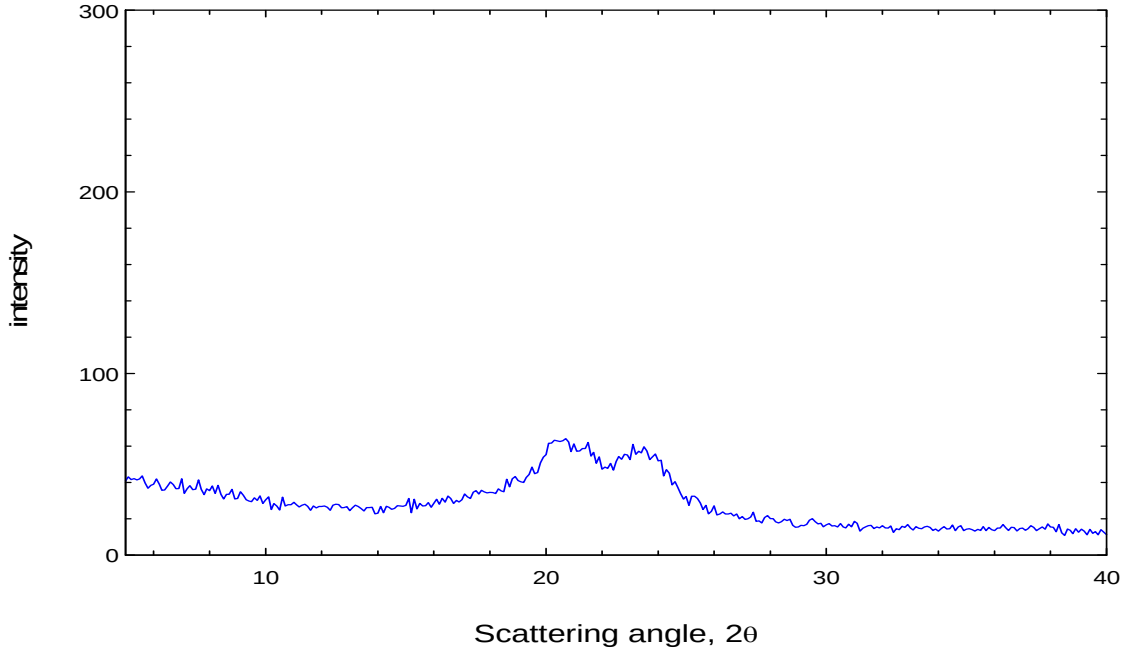
Şekil 4.43. 180 ˚C' de 1 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



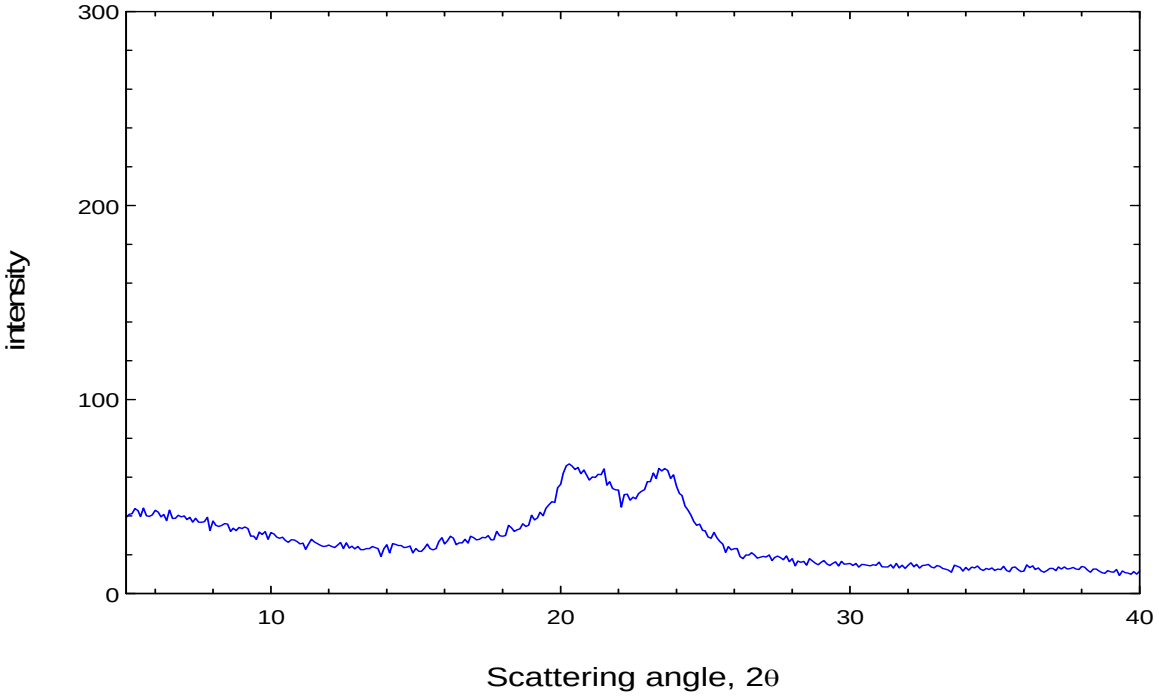
Şekil 4.44. 180 ˚C' de 2 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



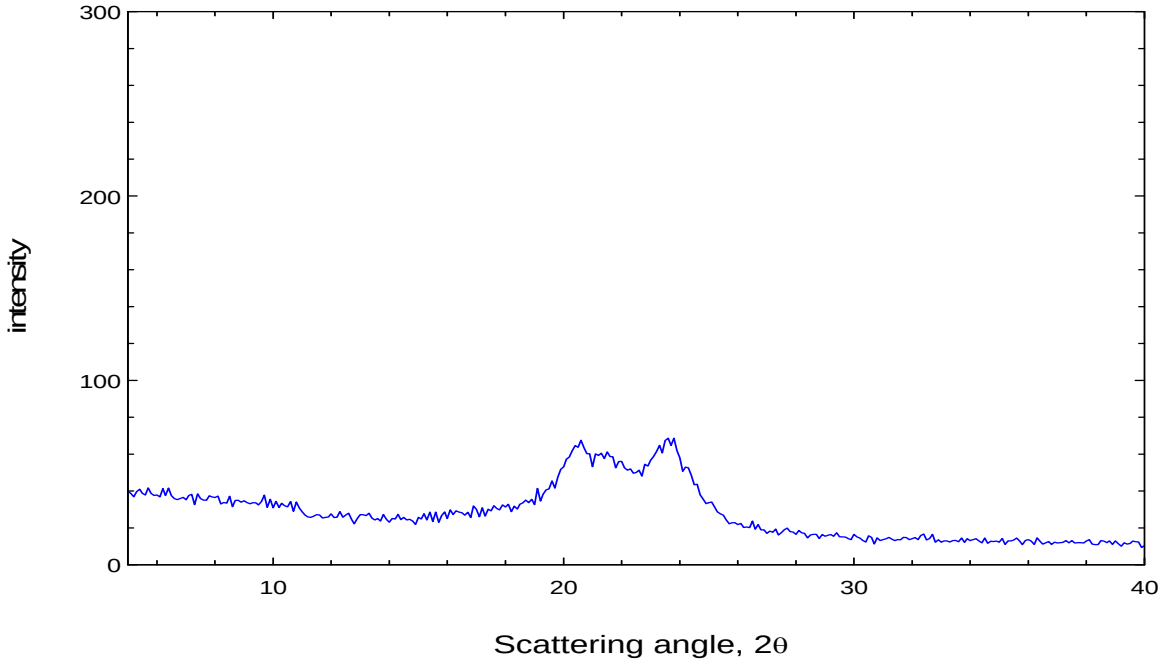
Şekil 4.45. 180 ˚C' de 4 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



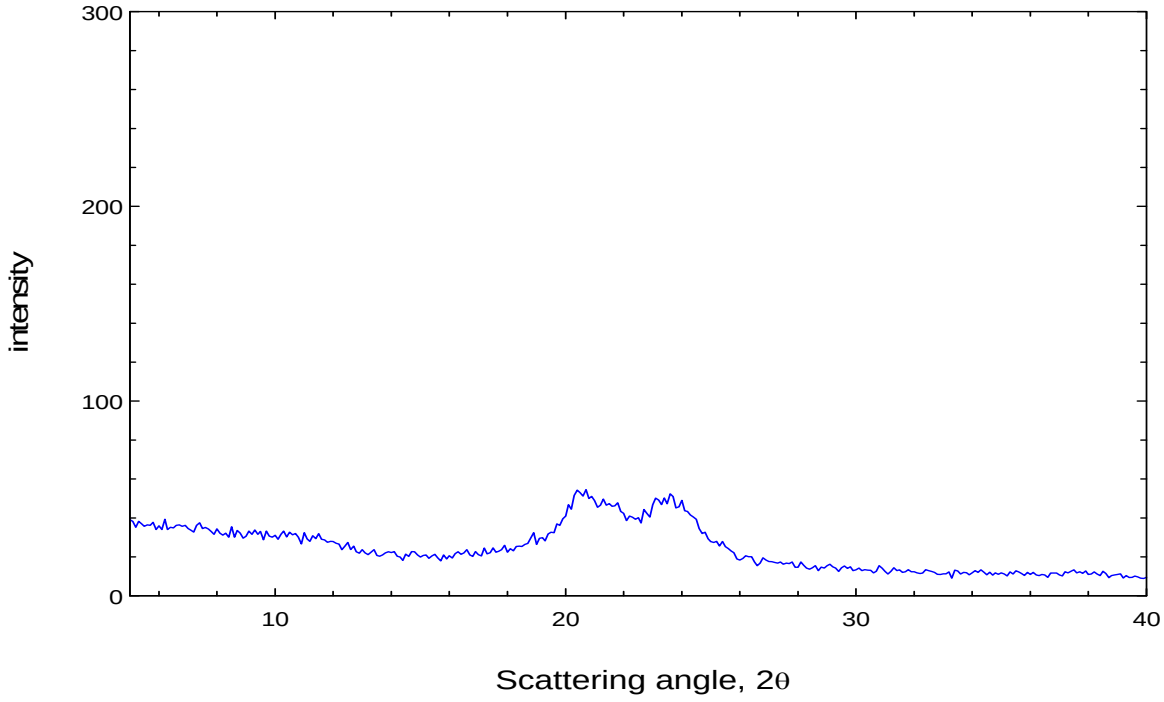
Şekil 4.46. 180 ˚C' de 6 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



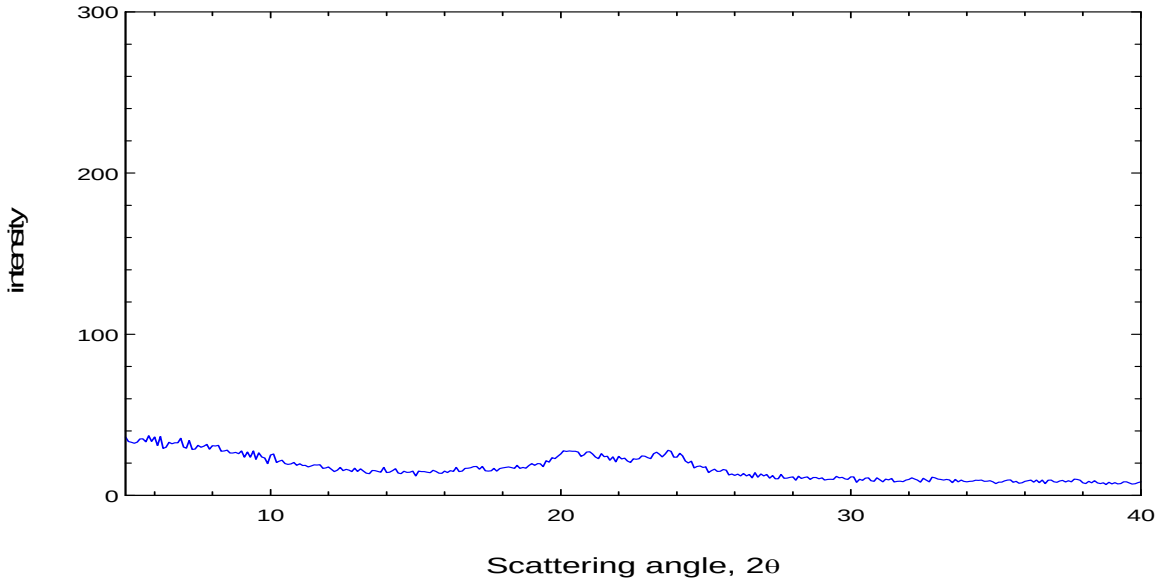
Şekil 4.47. 180 ˚C' de 8 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



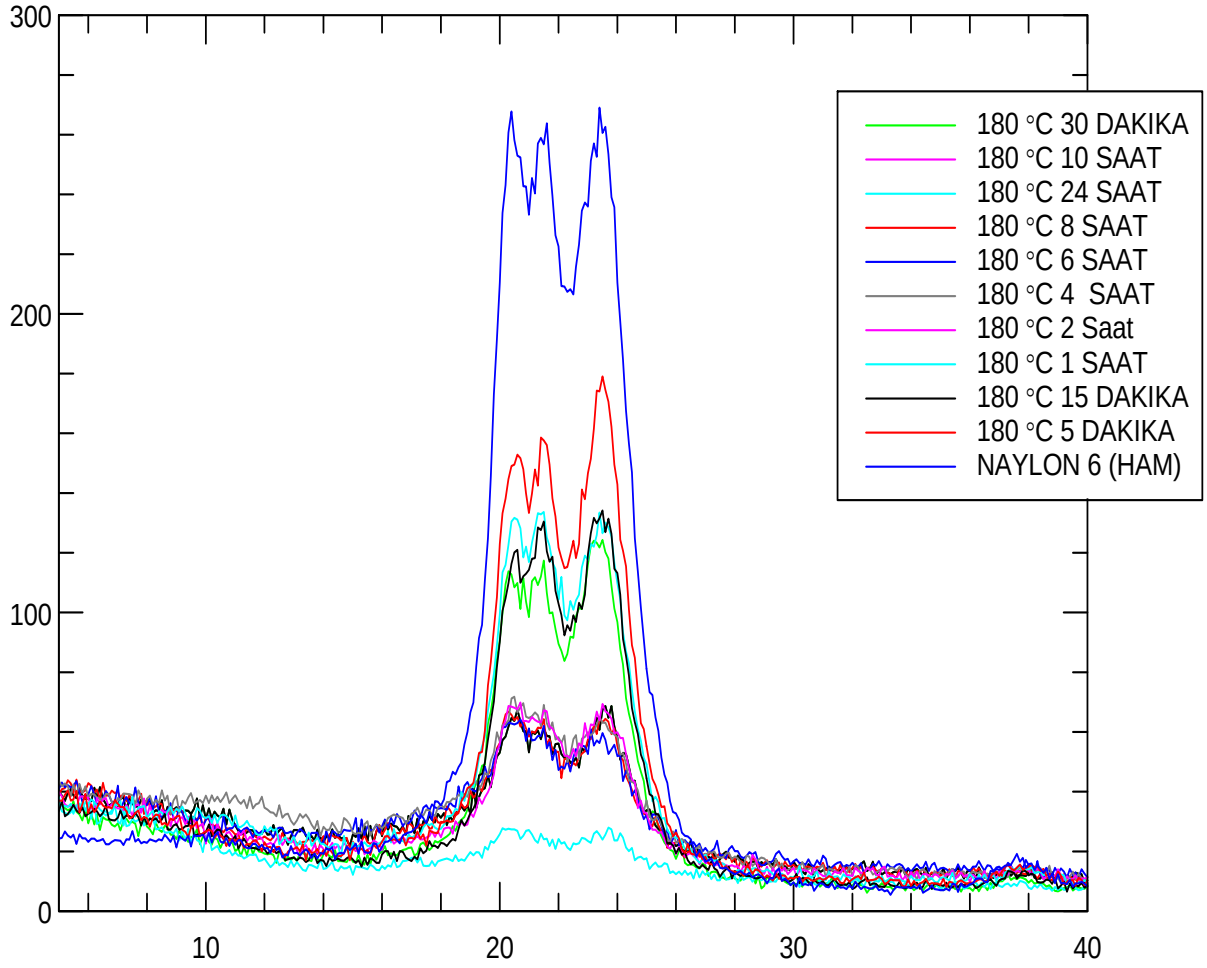
Şekil 4.48. 180˚C' de 10 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



Şekil 4.49. 180˚C' de 12 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



Şekil 4.50. 180˚C' de 24 Saat Isıl İşlem Yapılmış Numunenin XRD Difraktogramı



Şekil 4.51. 180 ˚C' de Isıl İşlem Görmüş numunelerin XRD Difraktogramlarının Gösterimi

X-ışını difraksiyonu çalışmalarında yapılan testler ile malzemelerin kristal yapısı, kimyasal kompozisyon ve fiziksel özellikler elde edilebilir. Yapmış olduğumuz testlerde %3,5 $CuCl_2$ ile 95˚C' de 120 dakika yaş işlem görmüş, 120˚C' de 12 saat kurutma yapılan ve 180˚C' de ısıl işlem süresi 5, 15 ve 30 dakikalık 1, 2, 4, 6, 8, 10, 12 ve 24 saatlik numuneler kullanılmıştır. Isıl işlem süresi en yüksek olan 24 saatlik numunede kristal yapı diğer numunelere göre daha az olduğu ve amorf yapının arttığı gözlenmektedir.

5. SONUÇLAR

Bu çalışmada Türkiye'de üretimi yapılan poliamit 6 liflerinin aleve, ısıya ve yanmaya karşı direnç özellikleri farklı kimyasal işlemler ile denemeler yapılmış olup en iyi sonuçlar %3,5 $CuCl_2$ çözeltisi ile 95˚C'de 2 saat yaş işlem uygulamasıyla elde edilmiştir. Bu set de yaş işlem sıcaklığı 95˚C ve bekleme süresi 2 saat olarak gerçekleştirilmiştir. Yapılan testlerde DSC analizleri malzemenin termal davranışı hakkında önemli bilgiler vermiştir. Bu kimyasal çözelti ile yaş işlem süresi 1,5 saat olan denemelerimizden sonra bekleme süresinin emilimi artıracağını düşünerek bekleme süresini 2 saat olarak gerçekleştirilmiştir. Bu işlem mukavemet değerlerinde az da olsa azaltıcı etki yapmasına rağmen termal kararlılığı üzerinde etkili olmuştur.

Yapılan denemelerde çözeltilerin pH seviyesi oda sıcaklığından itibaren aralıklarla ölçülerek kontrol edilmiş ve 95˚C' de 2,28 civarında kalmıştır. Çözelti pH değerlerinin 1 ve altında olduğu zaman numunelerde parçalanma görülmüştür. Bu bakımdan çözelti pH değerlerinin 2 ve üzerinde tutulması hedeflenmiştir. Poliamit numunelerinin asitlere karşı hassas olmaları pH hassasiyetine neden olmaktadır. Numunelerin kurutulması işlemi 80C'de ve bekleme süresi 12 saat olarak belirlenmiştir. Kurutma işlemlerinden sonra ısıl işlemleri poliamit 6'nın erime sıcaklığı da göz önüne alarak 180˚C civarında gerçekleştirilmiştir. Numunelerde 1 saatlik ısıl işlem süresinden itibaren renk değişimi gözlemlenmiştir. Isıl işlem süresinin artması ile renk değişimi önce sarı, daha sonra kahverengi, koyu kahve rengi ve nihayet uzun sürelerde (12 ve 24 saat) siyaha dönmüştür. Yapılan farklı ısıl işlem süreleri ile renk değişimi ve termal kararlılık arasında doğrudan bağlantı gözlenmiştir. Bunların neticesinde 180˚C'de 24 saat gerçekleştirdiğimiz ısıl işlemde DSC termogramında erime entalpisi minimum düzeye yakın bir davranış göstermiştir. Numunelerde ısıl işlem sonucunda meydana gelen karbonlaşma hakkında fikir vermesi açısından termogravimetrik analiz (TGA) yapılmış ve karbon veriminin %33.6' ya kadar yükseldiği görülmüştür. Ham numunedeki karbon veriminin yaklaşık %2 olduğu düşünülürse önemli bir aşama kaydedildiğini söylemek mümkündür. Isıl işlem süresini artırarak karbon verimini daha da artırmak mümkün gözükmüştür fakat mukavemet kaybının artacağı endişesi ile ısıl işlem süresi daha fazla

artırılmamıştır. Aynı şekilde X-ışını difraksiyonu ve FT-IR testlerinde ısıl işlem süresinin armasıyla beraber malzeme davranışlarda belirgin derecelerde farklılıklar gözlemlenmiştir. Özellikle, X-ışını difraksiyonu grafikleri ısıl işlem süresinin artması ile kristal yapının yerini amorf yapıya bıraktığı gözlenmiştir.

KAYNAKLAR

1. Çağla Günsal, 'Tekstil Malzemelerine Yanmazlık Özelliğinin Kazandırılması', Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007.

2. Akalın, Mehmet, Doç.Dr., Pamuklu (selüloz) Tekstil Materyallerinde Güç Tutuşurluk ve Güç Tutuşurluğun Duman Çıkışına Etkileri, Beşinci Yanma Sempozyumu (21-23 Temmuz 1997, Bursa), Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Yayın Birimi, 1998.

3. Raheel, Masture, Protective Clothing Systems and Materials, New York: Marcel Dekker, 1994, pp 173-174.

4. Cireli, A., Sarıışık, M. 2000. Koruyucu Giysilerde Termal, Biyolojik, Fiziksel, Kimyasal Test Yöntemleri. Tekstil & Teknik, Temmuz, Sayı:186 sh:120-128.

5. ÖZCAN, GÜLAY., 2002. Örme Kumaş Yapısının Güç Tutuşma Özelliklerine Etkisi. İstanbul Teknik Üniversitesi Doktora Tezi, İstanbul

6. BAŞER, İ. 1992. Elyaf Bilgisi. Marmara Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Yayınları. İstanbul

7. LEVCHIK, S.V. 2007. Introduction to Flame Retardancy and Polymer Flammability. Flame Retardant Polymer Nanocomposites. John Wiley & Sons, Inc.

8. KUTLU, B. 2002. Isıya Dayanıklı ve Isıdan Koruyucu Giysilerin Termal Analizi ve Performans Özellikleri. Dokuz Eylül Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, İzmir

9. BAYRAMOĞLU, EVREN .ÇAĞLIM. 2003. Lyocell ve Lyocell/Pamuk Karışımlarının Alev Etkeni Karşısındaki Davranışları. Marmara Üniversitesi Doktora Tezi, İstanbul

10. BAJAJ, P. 1998, Heat and Flame Protection. Handbook of Textiles

11. ILGAZ, S., MECİT, D., DURAN, D.,BAŞAL, G., GÜLÜMSER, T., TARAKÇIOĞLU, I.
2006. Koruyucu Tekstiller, www ttam ege edu tr

12. KUTLU, B., CİRELİ, A. 2005. Thermal Analysis and Performance Properties of Thermal Protective Clothing. Fibres & Textiles in Eastern Europe, July/September, Vol. 13, No. 3(51): 58.62.

13. ÇİMŞİT, MEMDUH. 1999. Makine Halılarının Alev Alma Özellikleri ve Yanmaya Karşı Gösterdikleri Direnç. İstanbul Teknik Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, İstanbul

14. JEDDI, A.A.A., GORJI, M., HEMMATİNEJAD, N. 2005. Flame and Burn Resistance Behavior of Woven Hybrid Fabrics. Amirkabir University of Technology, Tehran, Iran

15. BAYRAMOĞLU, EVREN .ÇAĞLIM. 2003. Lyocell ve Lyocell/Pamuk Karışımlarının Alev Etkeni Karşısındaki Davranışları. Marmara Üniversitesi Doktora Tezi, İstanbul

16. LYON, R.E. 2005. Flammabiltiy. Encyclopedia of Polymer Science and Technology. John Wiley & Sons Inc.

17. ÖZCAN, G., DAYIOĞLU, H., CANDAN, C. 2002. Yumuşatıcıların Örme Kumaşın Güç Tutuşurluk Özelliklerine Etkisi. İTÜ Mühendislik Dergisi Aralõk, Cilt:1, Sayõ:2 sh:99-106

18. Horrocks, A. ve Tunc, M., **(**1989**).** The Burning Behavior of Textiles and Its Assessment by Oxygen-Index Methods, *Textile Institute, TextileProgress,* Number 1/2/3, **18**, 18-49, 65, 159.

19. ERSOY, S. 2005. Lif Takviyeli Polimerik Kompozit Malzeme Tasarımı. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş

20. CİRELİ, A. 2000. Isıya ve Aleve Dayanıklı Koruyucu Giysiler. Tekstil & Teknik, Aralık, Sayı:191 sh:181-187.

21. SCOTT, R.A. 2000. Fibres, Textiles and Materials for Future Military Protective Clothing. Ergonomics of Protective Clothing. Proceedings of NOKOBETEF 6 and 1st European Conference on Protective Clothing. Stockholm, Sweden, May 7-10, pg: 108-113

22. SHISHOO, R. 2000. Innovations in Fibres and Textiles for Protective Clothing. Ergonomics of Protective Clothing. Proceedings of NOKOBETEF 6 and 1st European Conference on Protective Clothing. Stockholm, Sweden, May 7-10, pg: 79-87

23. http://www.nuveforum.net/1730-genel-kultur-n/68106-naylonun-bulunusu-tarihcesi/ (erişim Temmuz 2011)

ÖZGEÇMİŞ

Yazar 1957 yılının 30 Aralık günü Ankara'da doğmuştur. Lise öğrenimini Ankara Gülveren Lisesi'nde 1976 yılında tamamladıktan sonra aynı yıl girdiği üniversite sınavında başarılı olarak Sümerbank bursu ile Tekstil Mühendisliği eğitimi almak için İngiltere'ye gönderilmiştir. İngiltere'nin Cambridge şehrinde bir yıl ingilizce dil eğitimi ve bir yıl da ön lisans yaptıktan sonra Leeds Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümüne girmiştir. Haziran 1982 yılında B.Sc lisans derecesini Tekstil Mühendisi olarak alıp aynı üniversitede master eğitimine başlamış olup bir yıl sonra yapılan çalışmaların başarılı bulunmasından sonra doktora çalışmalarına devam edilmiştir. Eylül 1986 yılında Tekstil ve Polimer Bilimleri üzerine yaptığı tez çalışmalarını tamamladıktan sonra doktora derecesini almıştır. Doktora derecesini aldıktan sonra Leeds üniversitesinde 7.5 yıl süren post-doktora çalışmalarından sonra Manchester Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümünde 4.5 yıl öğretim üyesi olarak çalışmıştır. Ekim 1998 yılında Türkiye'ye dönmüş ve Bursa şehrinde tekstil şirketlerinde değişik kademelerde çalıştıktan sonra 2004 yılı Ekim ayında yardımcı doçent ünvanını alarak Erciyes Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü'ne katılmış ve Nisan 2006 yılında doçent ünvanını almıştır. Halen bu görevde çalışmaya devam etmektedir.