

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PAMUK/POLYESTER KARIŞIMI DOKUMA KUMAŞLARDA GÜÇ
TUTUŞURLUĞUN SAĞLANMASINA YÖNELİK APRE KİMYASALININ
GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Azize BİCAL

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Tekstil Mühendisliği Programı

MAYIS 2014

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PAMUK/POLYESTER KARIŞIMI DOKUMA KUMAŞLARDA GÜÇ
TUTUŞURLUĞUN SAĞLANMASINA YÖNELİK APRE KİMYASALININ
GELİŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Azize BİCAL
(503101808)**

Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı

Tekstil Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Gülay ÖZCAN

MAYIS 2014

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 503101808 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi **Azize BİCAL** ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı **“PAMUK/POLYESTER KARIŞIMI DOKUMA KUMAŞLARDA GÜÇ TUTUŞURLUĞUN SAĞLANMASINA YÖNELİK APRE KİMYASALININ GELİŞTİRİLMESİ”** başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Doç. Dr. Gülay ÖZCAN**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. A. Sezai SARAÇ**
İstanbul Teknik Üniversitesi

.....
Prof. Dr. Nevin Çiğdem GÜRSOY
İstanbul Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : **5 Mayıs 2014**
Savunma Tarihi : **29 Mayıs 2014**

Aileme,

ÖNSÖZ

Bu çalışmam süresince her türlü yardım ve fedakârlığı esirgemeyen, bilgi, deneyim ve güler yüzü ile çalışmamda bana yön veren, ayrıca bana bu çalışmayı vererek kendimi geliştirmeye yönelik bana bu fırsatı sunan, çalışmamın yöneticisi Sayın Hocam Doç. Dr. Gülay Özcan'a teşekkür eder, saygılarımı sunarım.

Çalışmamı 0080.STZ.2013-1 numaralı santez projesi kapsamında destekleyen Bilim Sanayi ve Teknoloji Bakanlığına ve çalışma sürecinde beraber çalıştığımız ve desteğini eksik etmeyen proje ortağı firma Eksoy Kimya Sanayi ve Ticaret A.Ş.'ne teşekkür ederim.

Tezin laboratuvar çalışmaları aşamasında yardımcı olan ve imkan sağlayan İstanbul Teknik Üniversitesi Tekstil Mühendisliği Bölümü ve Ekoteks Laboratuvar Ve Gözetim Hizmetleri A.Ş.'den Sevim Atmaca ve Ebru İnay'a teşekkür ederim.

Eğitim hayatımın tüm dönemlerinde, her zaman maddi manevi destekleriyle yanımda olan ve moral veren aileme teşekkür ederim.

Mayıs 2014

Azize Bical
(Tekstil Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER.....	ix
KISALTMALAR.....	xi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİL LİSTESİ.....	xv
ÖZET.....	xvii
SUMMARY.....	xix
1. GİRİŞ	1
1.1 Tezin Amacı.....	3
1.2 Literatür Araştırması	4
1.2.1 Tekstil malzemelerinde yanma	6
1.2.2 Güç tutuşur kimyasalların etki mekanizması	11
1.2.3 Kullanılan güç tutuşur kimyasallar.....	14
1.2.3.1 Halojenli güç tutuşur kimyasallar	16
1.2.3.2 Fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar.....	17
1.2.3.3 Intumescent güç tutuşur kimyasallar	19
1.2.3.4 İnorganik güç tutuşur kimyasallar	20
1.2.3.5 Polimer nanokompozitler	21
1.2.4 Güç tutuşur kumaşların eldesi	22
1.2.4.1 Kumaşın güç tutuşurluk sağlayan kimyasallarla işlem görmesi	22
1.2.5 Doğal liflerde güç tutuşurluk	24
1.2.5.1 Pamuk	24
1.2.5.2 Yün.....	30
1.2.5.3 Viskon	30
1.2.6 Sentetik liflerde güç tutuşurluk	31
1.2.6.1 Polyester.....	31
1.2.6.2 Naylon.....	33
1.2.6.3 Polipropilen	34
1.2.6.4 Aramidler	34
1.2.7 Pamuk/Polyester karışımı kumaşlar için güç tutuşurluk kimyasalları	35
1.2.8 Güç tutuşur kimyasalların çevresel sağlık üzerindeki etkisi.....	37
1.2.9 Yanma testleri.	40
1.2.9.1 Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI).....	40
1.2.9.2 Termogravimetrik analiz (TGA)	41
1.2.9.3 Konik kalorimetre.....	41
1.2.9.4 Yanma testleri.....	41
2. DENEYSEL.....	43
2.1 Malzeme.....	43
2.1.1 Kullanılan tekstil malzemeleri	43
2.1.2 Kimyasal malzemeler	44
2.2 Yöntem	44

2.2.1 Fireoff'un geliştirilmesi.....	44
2.2.1.1 Polimerizasyon reaksiyonu	45
2.2.2 Fireoff uygulaması	47
2.2.3 Dikey yanma testleri	49
2.2.4 Formaldehit tespiti	51
2.2.5 Fireoff'un beyazlık indeksine etkisi.....	52
2.2.6 Yıkama dayanımı	52
3. DENEYSEL SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME	53
3.1 Dikey Yanma Testleri Sonuçları.....	53
3.1.1 Apreli kumaşların dikey yanma testi sonuçları	53
3.1.2 Apre işlemi görmemiş kumaşların yanma testi sonuçları	56
3.2 Formaldehit Testi Sonuçları	59
3.3 Fireoff'un Beyazlık İndeksi Sonuçları	59
3.4 Fireoff'un Yıkama Dayanımı	60
3.5 Fireoff Uygulanmış Kumaşların FTIR Analizleri	60
3.6 Termogravimetrik Analizler	62
3.7 SEM Görüntüleri.....	66
4. SONUÇ ve ÖNERİLER	67
KAYNAKLAR.....	69
EKLER	73
ÖZGEÇMİŞ.....	83

KISALTMALAR

PVA	: Polivinil alkol
DCDA	: Disiyandiamid
PR	: Polyester Reçinesi
Tp	: Piroliz Sıcaklığı
Tc	: Tutuşma Sıcaklığı
THPC	: Tetrakis (hidroksi metil)
THPX	: Tetrakis (hidroksi metil) fosfonyum
LOI	: Sınırlayıcı oksijen indeksi (Limiting Oxygen Index)
WHO	: Dünya Sağlık Örgütü
EPA	: Amerika Çevre Koruma Ajansı
TGA	: Termogravimetrik Analiz
AFM	: Atomic Force Microscope
SEM	: Scanning Electron Microscopy

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 1.3: Bazı liflerin yanma mekanizması .	8
Çizelge 1.4: Genel olarak kullanılan liflerin termal özellikleri	25
Çizelge 1.5: Aramid Lifleri	35
Çizelge 1.6: LOI değerlerine göre güç tutuşturucularının sınıflandırılması.	41
Çizelge 1.7: Avrupa’da kullanılan bazı yanma testi standartları.	42
Çizelge 2.1: Kumaş özellikleri.	43
Çizelge 2.2: Fireoff için uygun konsantrasyon ve termofiksaj şartları için denenen ilk reçeteler.	47
Çizelge 2.3: Fireoff ve Pyrovatex CP için uygulanan reçeteler.	48
Çizelge 3.1: 100%Polyester için dikey yanma testi sonuçları.	56
Çizelge 3.2: 100%Cotton(170g/m2) için dikey yanma testi sonuçları.	57
Çizelge 3.3: %100 Pamuk (280g/m2) için dikey yanma testi sonuçları.	58
Çizelge 3.4: %50/50 Pamuk/Polyester için dikey yanma testi sonuçları.	58
Çizelge 3.5: Apreli kumaşların formaldehit miktarı (ppm).	59
Çizelge 3.6: Beyazlık İndeksi Verileri.	59
Çizelge A.1: % 100 Pamuk 200g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	74
Çizelge A.2: %100 Pamuk 300g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	75
Çizelge A.3: %100 Pamuk 400g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	76
Çizelge A.4: %100 Pamuk 450g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	77
Çizelge A.5 : %50/50 CO/PES 200g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	78
Çizelge A.6: %50/50 CO/PES 300g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	79
Çizelge A.7: %50/50 CO/PES 400g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	80
Çizelge A.8: %50/50 CO/PES 450g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.	81

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Yanma üçgeni	2
Şekil 1.2: Tekstil Lifleri İçin Yanma Döngüsü	9
Şekil 1.3: Polimerlerin yanma döngüsü; a-d muhtemel güç tutuşturucuların etki yöntemleri.....	11
Şekil 1.4: Serbest radikal yanma reaksiyonu	12
Şekil 1.5: Kül yapısı: a- İdeal kül yapısı, b- İdeal olmayan kül yapısı.....	13
Şekil 1.6: Avrupa’da 2006’da tüketilen güç tutuşur kimyasallar.....	15
Şekil 1.7: Intumescent malzemelerin ısıya maruz kalarak köpük oluşturmaları	19
Şekil 1.8: Kumaşlar için sık kullanılan güç tutuşurluk işlemleri	23
Şekil 1.9: Selülozun pirolizi.....	26
Şekil 1.10: Proban’ın polimerle oluşturduğu yapı	28
Şekil 1.11: Pyrovatex CP formülü	29
Şekil 1.12: Noflan formülü	29
Şekil 2.1: PVP(PR)-P-DCA (Fireoff)’in sentezlenme reaksiyonu.....	45
Şekil 2.2: PVP(PR)-P-DCA(Fireoff)’nın FTIR analizi	47
Şekil 2.3: ISO 6941 Dikey yanma testi için numunelerin yerleşimi	51
Şekil 3.1: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %100 Pamuk (170gr/m ²) kumaşlarda yanma sonrası kütle kayıplarının karşılaştırılması	53
Şekil 3.2: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %50/50 Pamuk/Polyester karışım kumaşların yanma sonrası kütle kayıplarının karşılaştırılması	54
Şekil 3.3: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %100 Pamuk (170gr/m ²) kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması	55
Şekil 3.4: Apreli %50/50 Pamuk/Polyester karışım kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması	55
Şekil 3.5: Apreli %100 Polyester kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması	56
Şekil 3.6: %50/50 Pamuk/Polyester 400g/L apreli - %50/50 Pamuk/Polyester apresiz kumaşların üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları	61
Şekil 3.7: %100 Pamuk 400g/L apreli - %100 Pamuk apresiz kumaşların üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları	61
Şekil 3.8: %100 Polyester 400g/L Apreli - %100 Polyester apresiz kumaşların üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları	62
Şekil 3.9: Apresiz %100 Polyester kumaşın TGA grafiği	63
Şekil 3.10: %100 Polyester 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği	63
Şekil 3.11: Apresiz %100 Pamuk’un TGA grafiği	64
Şekil 3.12: %100 Pamuk 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği	64
Şekil 3.13: Apresiz %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın TGA grafiği	65
Şekil 3.14: %50/50 Pamuk/Polyester 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği	65
Şekil 3.15: Apresiz %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın SEM görüntüsü	66
Şekil 3.16: 400g/L Apreli %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın SEM görüntüsü	66

PAMUK/POLYESTER KARIŞIMI DOKUMA KUMAŞLARDA GÜÇ TUTUŞURLUĞUN SAĞLANMASINA YÖNELİK APRE KİMYASALININ GELİŞTİRİLMESİ

ÖZET

Günümüzde tekstil endüstrisinde gün geçtikçe müşteri ihtiyaçları artmakta bunun sonucunda da günlük kullanım ürünleri dahil ürünlere çeşitli fonksiyonel özellik kazandırılması beklenmektedir. Güç tutuşurluk tekstilde gelişmekte olan dinamik bir alanı kaplamaktadır. Modernleşmenin bir gerekliliği olarak malzemelerin yanmasını engelleyerek yangınlardan korunma geçmişten günümüze kadar süregelen bir gerekliliktir. Kullanılan güç tutuşur kimyasallar için getirilen yasalar araştırmacıları ve üreticileri çevre dostu ve insan sağlığına zarar vermeyen ürünler geliştirmeye zorlamaktadır.

Polyester ve pamuk en çok kullanılan konvansiyonel lifler olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu liflerin günlük kullanımda performans özelliklerini değiştirmeden, çevreye ve insan sağlığına duyarlı ve kalıcı bir güç tutuşturucu aprenin piyasaya kazandırılması bu çalışmanın başlangıç noktası olmuştur.

Halojenli güç tutuşur kimyasallar bu iki lif ve karışımı için uygun sonuçlar vermesine rağmen yanma esnasında duman oluşumunu arttırması, ve zehirli ürünler oluşturması gibi sorunlardan dolayı alternatif bir güç tutuşur apre geliştirilmesini zorunlu kılmaktadır. Çeşitli araştırmalarla yanma esnasında kül oluşumunu arttırarak güç tutuşurluk sağlayan ve halojenli güç tutuşur kimyasallar gibi toksikolojik problemler yaratmayan fosfor esaslı bir apre ile güç tutuşurluk elde edilmesi hedeflenmiştir. Bunun yanında fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar azot ile sinerjik etki sağlamak için beraber kullanılabilir. Azot esaslı güç tutuşur kimyasallar da diğer bileşiklere göre daha az toksik etki göstererek çevre dostu özellik göstermektedirler.

Çalışmamızda polimer bazlı ve fosfor:azot grupları sinerjisi içeren yeni yaklaşımli bir güç tutuşur kimyasalı, polyvinil alkol (PVA), geliştirilen kimyasalın polimere bağlanarak kalıcılığın sağlanması amacıyla hidrofil polyester reçinesi (PR), fosforik asit ve disiyandiamid (DCDA) kullanılarak sentezlenmiştir. PVA(PR)-P-DCDA (Fireoff) apresi pamuk, polyester ve karışımı kumaşlara emdirme-kurutma-termofiksaj işlemi ile uygulanmıştır. Geliştirilen polimerin yapısı FTIR yöntemiyle ile karakterize edilmiştir.

Çalışmamızın ilk denemelerinde uygun termofiksaj sıcaklığının ve süresinin belirlenemebilmesi üzere 200, 300, 350 ve 400 g/L'lik Fireoff çözeltileri hazırlanmış ve emdirme yöntemiyle %100 pamuk ve %50/50 pamuk/polyester karışımı kumaşlara uygulanmıştır. 100°C'da 3dk kurutma ve sonrasında ayrı ayrı 180°C'da 2dk, 180°C'da 3dk ve 190°C'da 2dk termofiksaj işlemi uygulanmıştır. Giysilerin kullanımına en yakın duruş dikey yanma testi (ISO 6940) olduğundan, apre uygulanmış numunelerin yanma davranışı bu test ile değerlendirilmiştir. Testler

sonucunda sonraki denemeler için termofiksaj sıvıklığı ve süresi 180°C’da 3dk olarak belirlenmiştir.

Yanma testleri sonrasında optimum reçetenin belirlenebilmesi için 300, 350, 400 ve 450g/L konsantrasyonlarında hazırlanan Fireoff çözeltileri pamuk, polyester ve karışımı kumaşlara uygulanmıştır. Ticari olarak pamuk ve pamuk/pamuk polyester karışımı (%20’ye kadar polyester) kumaşlarda kullanılan Pyrovatex CP ile karşılaştırılması amacıyla Pyrovatex CP için tavsiye edilen iki farklı reçeteye uygun olarak pamuk ve pamuk/polyester kumaşlara uygulanmış ve bütün numuneler dikey yanma testine tabi tutulmuştur. Testler sonucunda Fireoff ve Pyrovatex CP için benzer yanma davranışı gözlemlenmiştir. Her dört konsantrasyonda Fireoff ile işlem görmüş numunelere 20sn alev uygulanmasına rağmen, alev kaynağı uzaklaştırıldıktan sonra alevli yanma gözlenmemiş ve standartın belirttiği şekilde uygun güç tutuşurluk özelliği elde edilmiştir.

Yanma testi sonrasında yüzde kütle kayıplarının hesaplanması için test öncesi ve sonrası numuneler tartılmış ve kütle kayıpları hesaplanmıştır. Fireoff uygulanmış kumaşların beyazlık indeksine etkisi datacolor spektrofotometrede değerlendirilmiştir. Alınan veriler çerçevesinde pamuk ve pamuk/polyester kumaşlarda hafif ama kabul edilebilir sararmalar gözlemlenmişken, polyesterde beyazlık indeksine etki tespit edilmemiştir. Beyazlık indeksi ve dikey yanma testi sonuçları incelendikten sonra 350 ve 400g/L çözelti konsantrasyonu ve 180°C’da 3dk termofiksaj sıcaklığı ve süresi optimum reçete olarak belirlenmiştir.

Fireoff ve Pyrovatex CP uygulanan kumaşların içerdiği formaldehit miktarının belirlenmesi için ISO 14184-1standartına göre numuneler test edilmiştir. Test sonucunda Pyrovatex CP’de Dünya Sağlık Örgütü(WHO) tarafından kanserojen madde olarak belirlenen formaldehit maddesinden yüksek oranda tespit edilirken, Fireoff’da tespit edilmemiştir.

Fireoff ile işlem görmüş kumaşların termal özelliklerin belirlenmesi için termogravimetrik analiz (TGA) ve kaplama yüzeylerinin karakterizasyonu taramalı elektron mikroskobu (SEM)’de incelenmiştir. Geliştirilen apre ile işlem görmüş ve ham kumaşların FTIR analizleri yapılarak karşılaştırılmıştır.

Geliştirilen aprenin kalıcılığının tespit edilmesi için ISO 6330 standartına uygun olarak 350 ve 400g/L konsantrasyonlarında aprenlenmiş kumaşlar yıkanmıştır. Apreli kumaşlar 40° C’da standarta uygun olarak 50 dk. 5’er kez yıkanmış ve makinede kurutulmuştur. Yıkanmış kumaşlar ISO 6940 dikey yanma standartına uygun olarak teste tabi tutulmuş ve aprenin kalıcılığı değerlendirilmiştir. Dikey yanma testi kapsamında 20sn alev uygulanmış ve alev kaynağı uzaklaştırıldıktan sonra %100 polyester kumaşlarda yanma gözlenmemiştir. Pamuk ve pamuk/polyester karışımı kumaşlarda aynı sonuçlar elde edilememiştir. Bu kumaşlarda kalıcılığın iyileştirilmesine yönelik olarak geliştirilen aprede pamuğa bağlanan grup sayısının artırılması çalışmaları devam etmektedir.

%100 Polyester kumaşların 5 yıkama sonrasında dikey yanma testinde uygun sonuçların elde edilmesi sonrasında 10 ve 20 yıkamaları yapılmış ve numuneler tekrar ISO 6940’a göre test edilmiştir. Aynı şekilde 20s alev tatbikinden sonra alevli yanma gözlenmemiştir. %100 Polyester kumaşlar için çevre dostu ve kalıcı bir güç tutuşurluk elde edilmiştir.

IMPROVEMENT OF A NEW FLAME RETARDANT FINISHING CHEMICAL FOR COTTON/POLYESTER WOVEN FABRICS

SUMMARY

Fire takes a steady threat for human life and property. The results are generally tragic. Fire, which is a very fast proceeding process, feeds itself with the high heat and the toxic smoke and proceeds with a loop. The heat that evolves with fire starts the ignition of the neighbouring materials which results to burning and decomposition of the whole and leads to the growth of the fire.

Synthetic and natural polymeric materials bring many advantages but most of them are burned easily in the presence of oxygen and a heat source. The combustion of polymers is driven by the decomposition or pyrolysis of solid polymer into smaller substances in the presence of heat. Then these substances volatilize, mix with oxygen and combust. More heat is released with this combustion. This heat will effect unburned polymer and thus unburned polymer will pyrolysis and combust. This cycle will continue untill the lack of heat, fuel or oxygen. This is a simple explanation but it is basically true for all polymeric materials.

The first material to ignite and burn among the textile materials is clothing textiles (90,6%), and is followed by bedlinings (6%), upholstery (1,7%) and other decorative fabrics. Many researches are carried for the easy flammability of the clothing textiles and the risk they hold for the health of man in USA and Europe but unfortunately very little research is done about the subject in our country.

Many regulations are determined for the flammability of clothing and upholstery and these regulations played a big role on determining the risks of the textile materials. The solutions that are brought for the flammability of these materials were sufficient but due to the aesthetic concerns, the lack of comfort and the high pricing; they couldn't find the applicability they deserve. In addition to that; the toxicity of the chemicals commonly used for the applications such as Tris-2,3- dibromopropyl phosphate creates a health concern for the users.

Cotton-polyester blends have a high usage in home textiles, clothing and knitwear. However, due to their high flammability, fire retardancy is one of the essential properties for these blends. Cotton-polyester blends materials have a special flammability problem because the thermal and mechanical properties of the fibers are so different from each other. When a blend of these two fibers is burned, the molten polyester tends to wick on cotton char and provides a scaffold for the molten polyester. Polyester shrinks away when exposed to a flame. However, this scaffolding effect prevent its escape from the flaming zone.

The chemicals for the flame retardancy of cotton-polyester blends are not sufficient to comply with European standards. Additionally they have some difficulties in application such as requirement of additional equipment for binding. Therefore there is a need of a fire retardant chemical which will be durable, easy applicable and environmental friendly.

Using of durable and environmentally friendly flame retardants is one of the growing industry. In our project, a novel polymeric flame retardant with phosphorous-nitrogen synergism was synthesized by polyvinyl alcohol(PVA), hydrophilic polyester resin (PR), phosphoric acid and dicyandiamide (DCDA). The polymer's structure was characterized by FTIR. %100 Polyester, %100 Cotton and % 50/50 Polyester/Cotton blends were treated via pad-dry-cure process with PVA(PR)-P-DCDA (Fireoff).

In our project firstly four Fireoff solutions were prepared in different concentrations (200g/L, 300g/L, 400g/L and 450g/L) to decide proper concentration and curing temperature and time. Cotton and cotton/polyester (50/50) fabrics were impregnated via padding through the solutions. Padding carried out at room temperature. Fabrics were padded by 3 dip 3 nip method The padded samples were dried at 100°C for 3min. For each concentration group, three curing temperatures and curing times were applied. These were 180°C for 2 min, 180°C for 3 min and 190°C for 2 min. After that fabrics were tested according to ISO 6940 Vertical Flammability Test. For each group 6 specimens were tested. From the test results 180°C for 3 min was found acceptable to decide the proper recipe.

After curing time and temperature were decided, again four Fireoff solutions were prepared in different concentrations: 300, 350, 400 and 450g/L. Cotton, polyester and their blend (50/50) fabrics were impregnated via padding through the solutions. The padded samples were dried at 100°C for 3min and subsequently cured at 180°C for 3 min. To compare the effect of Fireoff, fabrics were treated with Pyrovatex CP according to two different recipes which were advised by its producer. Pyrovatex CP is a flame retardant which is used for cotton and cotton polyester (until 20% polyester) fabrics.

Fabrics' flammability was tested according to ISO 6940 Vertical Flammability Standard. For each fabric type, twelve fabric specimens, 200mm x 80mm length and width, were prepared and conditioned at 20±2°C and 65±2% relative humidity for 24 hours before testing. The conditioned specimens were mounted in a suitable clamp and placed in a standard cabinet that allows 2mm/second airflow, and the bottom surface of fabric was exposed to a standard flame (40mm length) for 5 second. Due to the fabrics weren't continued to flame after ignition source removed, the flame applied for 10 second to next specimen. Fabric weren't flame for 10 second, 15 second and 20 second as well. According to ISO 6940; the fabric which doesn't continue to flame after ignition source has been applied for 20 second and removed is accepted non ignite fabric. This test normally measure damaged length. However to have more realistic approach, each fabric was weighed before and after burning. Percentage weight loss was evaluated. Same test was applied to fabrics which treated with Pyrovatex CP. Test results showed similar results for Fireoff and Pyrovatex CP. The performed fire behaviour of cotton, polyester and their blend showed that the Fireoff was successful for these three kind of fabrics.

Grey fabrics flammability was tested according to ISO 6941 standard. For each fabric type, six specimens (three lengthwise direction, three widthwise direction), 560mm x 170mm length and width were prepared and conditioned at 20±2°C and 65±2% relative humidity for 24 hours before testing. The conditioned specimens were mounted in a suitable clamp and placed in a standard cabinet that allows 2mm/second airflow. Three mercerized bleached 50 tex cotton threads were strung at 220, 370 and 520 mm over the surface of sample. The bottom surface of fabric was

exposed to a standard flame (40mm length) for 10 second. The time of any thread damaged was automatically recorded from sensors. All untreated fabrics were completely burned, as expected.

The whiteness index for fabrics which treated with Fireoff were tested in datacolor spectrophotometer. It showed that Fireoff tends to yellow cotton and cotton/polyester fabrics. However, the results were acceptable. A big difference wasn't observed for %100 polyester fabrics which treated with Fireoff. From whiteness index and vertical flammability test results 350g and 400g/L Fireoff concentrations were selected for the optimum recipe.

According to ISO 14184-1 (Water Extraction Method) formaldehyde test was performed. Test was applied to both fabrics which finished with PVA (PR)-P-DCDA (450g/L) and Pyrovatex CP (280g/L-350g/L). Formaldehyde has been classified as a carcinogen by World Health Organization (WHO). Oeko-Tex Standard 100 established a limit for textiles for babies which should release less than 20 mg/kg of formaldehyde. This value is 75 mg/kg for the textiles in direct contact with the skin. It is important to use a formaldehyde free flame retardant chemical to keep European standards. According to test result; fabrics which treated with Pyrovatex CP were included high amount of formaldehyde. Formaldehyde was not detected for the fabrics which treated with Fireoff.

The FTIR analysis of fabrics treated with Fireoff and untreated fabrics were compared. P and NH₂ compounds were detected as expected for P-N synergistic effect. SEM is used for evaluation and comparison of surface morphology of treated and untreated fabrics.

Thermal decomposition of polymers were evaluated via thermogravimetric analysis (TGA). It was observed that Fireoff tends to increase char formation as expected.

ISO 6330 test standard was used to evaluate durability of treated fabrics against domestic washing. Cotton, polyester and their blend fabrics which were treated with 350 and 400g/L were subjected to 5 laundering cycles. Fabrics were washed at 40°C for 50 min for each washing cycle. Drying was performed in tumble dry. After washing treatments, fabrics flammability was tested according to ISO 6940 and 12 specimen were tested for each group. The performed fire behaviour of fabrics are showed that the applied chemical was successful for flame retardancy of %100 Polyester fabrics. However, test results were showed that washing durability of cotton and cotton/polyester blends fabrics was needed to be improved. New approaches is tried to increase durability of the finishing chemical for cotton and cotton/polyester blend fabrics. 10 and 20 laundering cycles were performed for %100 Polyester fabrics and again their flammability were tested. After 20 laundering cycles, %100 polyester fabrics' flammability was tested and still proper results were achieved. Test results showed that a durable flame retardancy achieved for 100% Polyester fabrics and a neglectable weight loss (0.01%) is observed.

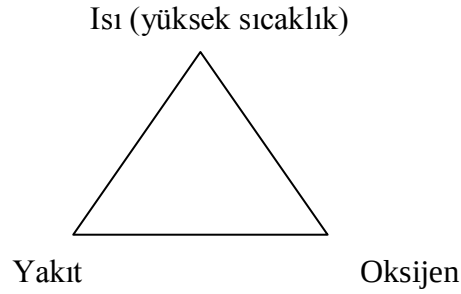
1. GİRİŞ

Tekstiller giyimin yanında binalar, evler, ofisler, oteller, arabalar, uçaklar, gemiler gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Bu anlamda tekstil malzemelerinin üç ana amacı vardır: dekorasyon, konfor ve güvenlik. Bu üç özellik sağlanırken de maliyet açısından uygun, çevreye dost ve üretimi kolay olması istenmektedir. Tekstil ürünlerine bakıldığında teknik tekstillerin diğer bütün alanlardan daha hızlı büyüdüğü görülmektedir. Bununla birlikte güç tutuşurluğun gerektiği tekstil alanları önemli bir yer kaplamaktadır. Tekstil malzemelerinin çoğunluğu oldukça yanıcıdır ve sıklıkla çıkan yangınların büyümesinin ana sebebi olabilmektedir ki bu da insan hayatını tehlikeye sokan durumların oluşmasında doğrudan etkilidir. Güç tutuşur tekstillerin kullanım alanları ev (giysiler, pijamalar, nevresimler, battaniyeler, döşeme kumaşları, halı ve perdeler), ofisler, kamu binaları, ulaşım (pilot kıyafetleri, çadır bezleri, paraşütler, uçak, araba, tren gibi vasıtalarda koltuk döşemeleri vb.) ve iş (endüstride çalışan teknisyen ve itfaiyeci kıyafetleri) gibi birçok alanda çeşitlilik göstermektedir. Alev geciktirici ve aleve dayanımlı terimleri çoğu zaman birbirleri ile karıştırılabilmektedir. Alev geciktirici ya da güç tutuşturucu terimi tutuşmayı zorlaştırıp alevin yayılmasını önlemeyi amaçlayan ürünler için kullanılırken, aleve dayanımlı terimi malzemeye ısı ve alevin geçişini engelleyen ürünler için kullanılmaktadır [1].

Ekzotermik bir kimyasal reaksiyon olan yangın, yüksek ölçüde ısı, boğucu ve zehirleyici duman ve artıkları ile kendi kendini besleyerek hızla ilerleyen bir olaydır. Yanma için 3 bileşen gereklidir. Bunlar: ısı, oksijen ve uygun bir yakıttır [2,3]. Yanma esnasında üretilen yüksek ısı, bitişikteki maddeleri tutuşma sıcaklığına ulaştırarak yanmaya başlamalarına ve yangının büyümesine sebep olmaktadır [4].

Yukarda değinildiği gibi yanma olayı yakıtın, oksijenin ve ısıнын girdilerini oluşturduğu bir kimyasal reaksiyondur. Buna kısaca yangın üçgeni adı verilmektedir. (Şekil 1.1). Yangının başlaması için yakıt ve oksijenin birlikte olduğu bir ortamda yakıtın tutuşma sıcaklığına ulaşmasına yol açabilecek bir ısı kaynağının olması yeterlidir. Bu ısı kaynağı; başka bir yangından veya elektrikli bir aletten sıçrayan bir

kıvılcım, iki sert yüzeyin sürtünmesi sonucu bu malzemelerin yüzeyinde oluşan yüksek sıcaklık veya yakıtın tutuşma sıcaklığına ulaşmasını sağlayabilecek bir ısı kaynağı olabilir.



Şekil 1.1: Yanma üçgeni [5].

Doğal ve sentetik polimerler yeterli ısıya maruz kaldığında bozunmaya ya da pirolize uğrayacak ve yanıcı gazların oluşmasına sebep olacaktır. Bu gazların havayla karışması sonucunda sıcaklık yeterince yüksekse tutuşma gerçekleşecektir. Benzer birçok tekstil lifinde olduğu gibi pamuk, polyester ve bu iki lifin karışımları yanmaya karşı düşük bir direnç göstermektedirler. Yangın esnasında döşemelik kumaşlar ve diğer tekstil malzemeleri kolayca tutuşup yangının büyümesine neden olmaktadır. Bu malzemeler yangın riski için ana risk olarak görülmektedir bu yüzden de ilk tutuşan malzemeler olarak adlandırılmaktadır. Modern zamanda can ve mal güvenliğini sağlama çabası, güç tutuşturucu kimyasalların kullanımını zorunlu hale getirmiştir. Devletler ve tekstil endüstrisi yangınları önlenmek, yangın riski ve etkilerini azaltmak için yeni metotlar geliştirmek için araştırmalar yapmaktadırlar [6].

Güç tutuşur kimyasalların geçmişi, İngiltere’de 1735 yılında boraks ve diğer bazı kimyasalların kanvas ve keten kumaşları için kullanılmasına dayanmaktadır. Daha sonra pamuk borik asit ile işlem görerek güç tutuşur hale getirilmeye çalışılmıştır. 1821 yılında keten ve kenevir için amonyum fosfat kullanılmıştır [7].

Birçok güç tutuşur kimyasal 1950 ile 1980 yılları arasında geliştirilmiştir. Bu tarihten itibaren birçok yeni ürün ve yöntem geliştirilerek tekstil endüstrisinin gelişmesine katkı sağlanmıştır. Tekstil ürünlerinde güç tutuşurluk özellikle iş kıyafetleri, koruyucu giysiler, çocuk pijamaları, halı, askeri kıyafetler, döşemelik kumaşlar ve nevresimlerde gereklidir. Tekstilde güç tutuşur kimyasalların gelişiminde karşılaşılan en büyük engel birçok güç tutuşur kimyasalın çevreye ve sağlığa olan olumsuz etkisidir [8].

2000'den beri güç tutuşurluk alanındaki gelişmelere bakıldığında

-maliyet yönünden daha düşük ve çevresel yönden bakıldığında sürdürülebilir ürünler için çalışma

-brom içeren güç tutuşur kimyasalların çevresel riskleri konusunda yoğunlaşma

-geleneksel olarak kullanılan sentetik lifler için kömür oluşumunu destekleyen ürünler geliştirilmesi

-nanoteknoloji ile ilgili olarak fırsatlar ve zorluklar konularında araştırmalar yapılması gibi çalışmalar mevcuttur [9].

1.1 Tezin Amacı

Güç tutuşur tekstil malzemelerin kullanımı ve kolay tutuşan giysilik kumaşlar ve ev tekstil ürünleri ile ilgili olarak getirilen düzenlemeler, tekstil ürünlerinin yanma riskleri üzerinde oldukça etkin olmuştur. Yine de getirilen çözümler, vücut hareketlerini sınırladığı, estetik özellikten yoksun olduğu ya da maliyeti önemli ölçüde arttırdığı gibi gerekçelerle geniş kitlelerde pek kabul görmemiştir [8,10,11]. Ayrıca, güç tutuşma terbiyesinde kullanılan bazı kimyasal maddelerin (Tris-2,3 dibromopropil fosfat gibi) halen yasaklı olması ve kullanımda olan birçok maddenin ekotoksolojik risklerinin tam olarak bilinmemesi, bu kimyasalların kullanım rahatlığını engellemektedir [12,13].

Piyasada kullanılan kimyasalların Pamuk/PES karışımları için Avrupa standartlarını sağlamak konusunda yetersiz kalmaları, bunun yanında uygulanabilirlik konusunda da sorun taşımaları dolayısıyla piyasada hem pamuk hem de poliestere tutunabilecek, polimer bazlı, kalıcı ve sağlık açısından risk taşımayan bir kimyasal ihtiyacı doğmuştur [2-4].

Çalışmamızın hazırlık aşamasında yapılan literatür incelemeleri, denenen farklı polimerik yapılar arasında polivinilalkol'un (PVA) düşük maliyeti, yüksek reaktivitesi ve en çok da kömürleşme yeteneği dolayısıyla faydalı olduğunu göstermiştir. PVA kullanılarak yapılan farklı denemelerde; PVA fosfat esterinin sentezlenmesiyle karışım kumaşlarda kullanılabilecek bir yapı elde edilebilmiş ancak kumaş üzerinde kalıcılığı sağlanamamıştır. Buradan hareketle Projemizde, PVA fosfat esterinin disiyandiamidli (DCDA) ortamda polimerleşmesi gerçekleştirilerek

kariřımlar iin fosfor/azot sinerjisinden faydalanılırken, aynı zamanda formölasyona sentetik reine dahil edilerek kimyasalın yıkamaya karřı dayanımlı olması hedeflenmiřtir.

alıřmamızda; polimer bazlı ve fosfor:azot grupları sinerjisi ieren yeni yaklařımlı bir g tutuřur kimyasalı, polyvinil alkol (PVA), hidrofil polyester reinesi (PR), fosforik asit ve disiyandiamid (DCDA) kullanılarak sentezlenmiřtir. PVA(PR)-P-DCDA polimeri pamuk, polyester ve kariřımlarının zerine apre olarak fular-kurutma-fikseleme prosesi ile uygulanmıřtır.

1.2 Literatr Arařtırması

Sentetik ya da doęal polimerik malzemeler gnlk yařamı kolaylařtırmada birok fayda saęlamaktadır ama bu malzemelerin biroęu oksijen ve bir ısı kaynaęı karřısında kolayca ve hızlıca yanabilmektedir. Bu da beraberinde malzemenin iřlevini kaybetmesi, yanma esnasında duman ve zehirli gaz oluřurması gibi problemler yaratmakta ve insan saęlıęına zarar vermekte ya da can ve mal kaybına neden olmaktadır. G tutuřur kimyasalların ana amacı can ve mal kaybını nlemektir. Polimerik malzemelerin kullanılmasından kaynaklanan yangın tehlikelerinden dolayı devlet organları, reticiler ve tketiciler buna zellikle dikkat etmektedirler. Bu da beraberinde malzemelerin yanıcılıęı ile ilgili olarak gvenlik standartlarını ve sıkı yasaları beraberinde getirmektedir. Son yıllarda g tutuřur tekstillerin kullanımında fayda-zarar analizleri gstermiřtir ki g tutuřturucu kimyasallar, yangınların sebep olduęu lm ve yaralanma vakalarını azaltmıřtır [14].

Tekstilde g tutuřur kimyasalların gemiři en az 1735 yılında boraks, bir eřit metal slfat olan vitreol ve dięer birak mineral esaslı maddenin İngiltere’de kanvas ve keten kumařlarda g tutuřurluk iin patent alınmasına kadar gitmektedir. Boraks gnmzde de hala bazı kalıcı olmayan g tutuřurluk iřlemlerinde kullanılmaktadır.

İlk dzenli alıřma ise 1821 yılında Gay-Lussac tarafından etkili bir g tutuřurluk kazandırdıęı tespit edilen amonyum fosfatın Fransız Hkmeti tarafından perdelerde kullanılmasının emredilmesidir. Amonyum fosfat da aynı řekilde tekstilde g tutuřurluk saęlamak iin hala kullanılmaktadır [7].

Günümüzde kullanılan birçok güç tutuştur kimyasal ve yöntemi temelini 1950 ve 1980 yılları arasındaki kimyasal çalışmalardan almaktadır. Bu tarihten günümüze kadar artan çevresel ve toksikolojik endişeler bu alanda yapılan çalışmalara engel teşkil etmiştir. Bu şekilde son yıllarda yapılan çalışmalar etkili bir güç tutuşurluk sağlaması ve uygun maliyetin yanında bu endişeleri de göz önünde bulundurmaktadırlar [8].

1975-1980 yılları arasında arka yüzey kaplama, kumaşın ön yüzünün görüntüsünü çok etkilemediğinden ve düşük maliyetlerinden dolayı, döşemelik kumaşlar da dahil bir çok üründe kullanılmıştır [15].

Güç tutuştur tekstillerin kullanıcıları güvenli olmayan giysilerden koruması güç tutuşurluğun kullanılması gereken bir alandır. Bunun yanında itfaiyecilerin ve acil durum personellerinin işleri gereği alevden korunması gerekmektedir [3].

2003-2006 yılları arasında Amerika’da gerçekleşen yangınlar incelendiğinde ilk tutuşan malzemeler Çizelge-1 ‘de gösterilmiştir. İlk tutuşan malzeme hemen hemen bütün yangınlarda polimerik malzemelerdir. Bu sonuçlar bu ürünlerde güç tutuşurluğun sağlanmasının önemini göstermektedir [16] .

Çizelge 1.1: 2003-2006 Amerikada Yangın İstatistikleri.

Yanma Esnasında İlk Tutuşan Materyal	Yangın	Ölüm	Yaralanmalar	Maddi Hasar (\$-Milyar)
Döşemelik Kumaşlar	7400	590	900	0,4
Nevresim Kumaşları	11.200	380	1390	0,4
Termoplastikler	29.400	280	1160	0,7
Yapı malzemeleri, yalıtım malzemeleri	32.500	240	620	1,3
Diğer mobilya ya da malzemeler	6000	170	500	0,2
Yemek Pişirme Malzemeleri	134.900	130	3670	0,3
İç Duvar Kaplaması	8.200	120	340	0,3
Yukarda sayılan malzemelerin toplamı	229.600	1910	8560	3,6
	378.600	2850	13.090	6,1
Genel Toplam*				

*Burda yer almayan diğer sebeplerden oluşan yangınları da içermektedir.

Türkiye’de yangınlarla ilgili yeterli istatistik verileri bulunmamaktadır. İstanbul Büyükşehir Belediye’sinin yangın ile ilgili verileri genel olarak ülkemizde çıkan yangınlarla ilgili bir fikir vermektedir. Çizelge 1. 2’de 2008-2012 beş yıllık dönemin ortalaması göz önüne alındığında ilk üç sırada yangınların yaklaşık %51’nin sigara, %18’inin elektrik kontağı ve %5’inin çocukların ateşle oynamasından kaynaklandığı gözlemlenmiştir[17].

1.2.1 Tekstil malzemelerinde yanma

Yanma reaksiyonları yakıt moleküllerinin kimyasal bağlarındaki depolanmış enerjinin serbest kalmasını sağlar. Yanma reaksiyonlarında yakıt, başlangıcında bir alev kaynağı ile birlikte oksijen ile tepkimeye girerek enerji açığa çıkmasına neden olan herhangi bir madde olabilir. Genel olarak odun, hidrokarbonlar, kömür ve hayvansal yağlar yakıt kaynağı olabilir. Çoğunlukla yakıt kaynağını birçok sentetik polimerin oluşturduğu gibi organik malzemeler oluşturmaktadır. Polimerlerin yanması üç ana adımda gerçekleşmektedir. Yanmanın başlaması için gerekli olan bu adımlar; ısınma, bozunma ya da piroliz ve tutuşma olarak sıralanmaktadır. Tutuşma normalde dış bir alev kaynağının varlığında ya da sıcaklık yeterince yüksekse kendi kendine tutuşma olarak gerçekleşebilir. Termoplastik lifler düz bir polimer zincir yapısına sahiptirler ve ısıya maruz kaldıklarında başlangıçta yumuşar ya da erir ve akışkan hale gelirler. Termoset lifler ise ısıya maruz kaldıklarında üç boyutlu dallanmış zincir yapılarından dolayı yumuşamaz ya da erimezler. Her iki polimer tipi daha fazla ısıya maruz kaldığında pirolize uğrar ve uçucu gazların oluşmasına sebep olurlar. Dallanmış molekül zincir yapılarından dolayı termoset liflerde bunun oluşması için gerekli ısı miktarı termoplastik liflerden daha fazladır. Birçok plastik organik yapıda olduğundan, oluşacak ürünler de hem organik hem de yanıcı olacaktır. Bu şekilde oluşan yanıcı ürünler yakıt görevi görerek yanmanın devamını sağlamaktadır[4].

Yukarda değinildiği gibi polimerler yeterli ısı kaynağına maruz kaldığında bozunmaya uğrar, diğer bir ifadeyle pirolize uğrar ve yanıcı gazların oluşmasına sebep olurlar. Polimerlerin yanma davranışını anlayabilmek için piroliz mekanizması daha detaylı incelemekte fayda vardır. Piroliz moleküller arası bağların kopuşu için yeterli miktarda ısının gerektiği endotermik bir reaksiyondur. Polimerlerin karakteristik yapısına bağlı olarak bu sıcaklık değişmektedir. Piroliz sıcaklığında

Çizelge 1.2: İstanbul'daki yangın kaynakları (2008-2013).

Kaynak	Yıl											
	2008		2009		2010		2011		2012		2013 Ocak-Kasım	
	Sayı	Yüzde	Sayı	Yüzde	Sayı	Yüzde	Sayı	Yüzde	Sayı	Yüzde	Sayı	Yüzde
Sigara	1396	54.2%	17.396	57,8%	8.546	42,6%	13.032	49,3%	12.399	48,7%	12.329	50,5%
Elektrik kontağı	4.244	17.1%	4.253	14,1%	4.567	22,8%	4.771	18,0%	5.012	19,7%	4.514	18,3%
Baca	1.176	4.7%	1.142	3,8%	1.244	6,2%	1.422	5,4%	1.389	5,5%	1.133	4,2%
Ütü, ocak (gazlı dahil) elektrikli ev aletleri	894	3.6%	1.026	3,4%	1.090	5,4%	1.130	4,3%	1.144	4,5%	1.109	5,7%
Çocukların ateşle oynaması	1.367	5,5%	2.013	6,7%	1.171	5,8%	1.543	5,8%	1.242	4,9%	2.028	5,1%
Kasıt (sebebi meçhul)	571	2,3%	987	3,3%	622	3,1%	985	3,7%	932	3,7%	1.373	3,6%
Kıvılcım sıçraması	1.110	4,5%	894	3,0%	750	3,7%	860	3,3%	865	3,4%	871	3,2%
Kızışma (yüksek ısı ile)	425	1,7%	627	2,1%	561	2,8%	726	2,7%	714	2,8%	633	2,4%
Tespit edilemedi	294	1,2%	409	1,4%	235	1,2%	564	2,1%	542	2,1%	704	1,9%
Parlama (yanıcı sıvı, yemek par. vb)	525	2,1%	545	1,8%	492	2,5%	440	1,7%	395	1,6%	396	1,6%
Trafo	280	1,1%	266	0,9%	245	1,2%	240	0,9%	251	1,0%	169	1,0%
Diğer	507	2,0%	531	1,8%	523	2,6%	731	2,8%	584	2,3%	438	2,3%
Toplam	24.899	100%	30.089	100%	20.046	100%	26.444	100%	25.469	100%	25.667	100%

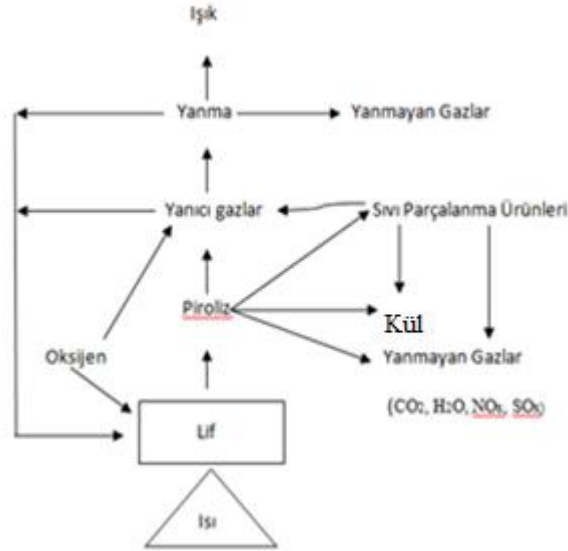
malzeme kimyasal olarak değişikliğe uğrar ve bu değişiklikler geri çevrilemez. Piroliz sıcaklığı (Tp) dediğimiz bu noktada lifin yapısına bağlı olarak yanıcı olmayan gazlar (karbon dioksit, su buharı, azot ve sülfür oksit), kömürleşme artıkları, katran(sıvı artıklar) ve yanıcı gazlar (karbon monoksit, hidrojen ve yanıcı organik moleküller) ortaya çıkmaktadır. Sıcaklık artmaya devam ettikçe, sıvı artıklar(katran) da pirolize uğrayacak ve daha fazla yanıcı olmayan gaz, kömür ve yanıcı gaz oluşmasına sebep olacaktır. Sıcaklık artmaya devam ettiğinde ise yanıcı gazlar oksijen ile reaksiyona girerek tutuşmanın gerçekleşmesini sağlamaktadır. Sonunda belli bir noktada tutuşma sıcaklığına ulaşılabacaktır (Tc). Bir dizi gaz fazında serbest radikallerin reaksiyonlarının olduğu bu noktada yanıcı gazların oksijenle birleşme işlemine tutuşma denmektedir. Bu reaksiyonlar ekzotermiktir ve yüksek miktarda ısı ve ışık oluşumuna sebep olur. Yanma ile oluşan ısı pirolizin devamı için gerekli ısıyı karşılamaktadır. Bu şekilde daha fazla yanıcı gaz oluşmakta ve yanma döngüsü devam etmektedir. Çizelge 1.3’de sıklıkla kullanılan bazı tekstil liflerinin yanma mekanizmaları gösterilmiştir [3,4].

Çizelge 1.1: Bazı liflerin yanma mekanizması [18].

Lif	Tutuşma Kolaylığı	Yanma Hızı	Kendi kendini söndürme	Erime	Duman yoğunluğu	Yanma esnasında 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	NO ₂
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	–	–	–

Güç tutuşurluğu anlayabilmek için, öncelikle alevin nasıl başladığını anlamak önemlidir. Şekil 1.2’de yanma döngüsü gösterilmiştir. İlk başta bir alev kaynağı gerekmesinin yanında iki tür tutuşma kaynağı mevcuttur: doğal olarak oluşan

kendiliğinden tutuşma ve dış bir alev kaynağının gerekli olduğu parlama tutuşması. Sıcaklık, ortamdaki oksijen miktarı, lifin kimyasal ve fiziksel yapısı tutuşmayı etkilemektedir. Doğal ya da sentetik olsun yeterli miktarda ısıya maruz kalan her lif bozunmaya ya da pirolize uğrayabilir. Piroliz oksitlenme olmaksızın ısıya bağlı olarak malzemenin bozunmasıdır. Başta endotermik olan bu reaksiyon daha sonra ekzotermik bir reaksiyona dönüşmekte ve yanma döngüsünün devam etmesi için gereken ısıyı kendisi oluşturmaktadır. Piroliz sonrasında yanıcı gazlar oluşabilir. Yeterli sıcaklıkta havayla birleşen bu gazlar tutuşabilir. Piroliz sonrasında yanma kendi kendini besleyen bir yapı almaktadır. Yanmadan dolayı açığa çıkan enerji polimerlerin piroliz olarak daha fazla yanıcı gaz oluşturmaya ve bu gazların havayla karışımının ısınmasından yanmanın devamlılığı sağlanmaktadır. Bu döngünün bozulması güç tutuşurluğun temel hareket noktasıdır [19].



Şekil 1.2: Tekstil Lifleri İçin Yanma Döngüsü [3].

Piroliz işlemi esnasında oluşan ürünler:

- 1)Yanıcı Gazlar: Tutuşarak yanmanın devamlılığını sağlar.
- 2)Yanmayan Gazlar: Alevin soğumasına, yanan yüzeyin etrafını sararak oksijen ile polimer yüzeyinin temasını zorlaştırır. (CO_2 , H_2O , NO_x , SO_x)
- 3)Yanmayan Sıvı Parçalanma Ürünleri: Sıcaklığın düşmesini sağlayarak yanmayı zorlaştırır.
- 4)Katı Kömürleşme Artıkları: Yanıcı gazların difüzyonunu zorlaştırır, yanmamış polimere ısı ve oksijen ulaşımını zorlaştırır [20].

Kumaşların yanıcılığı gramaj, lif cinsi, liflerin karışım oranı, kumaş yapısı(dokuma, örme ya da nonwoven, sık ya da gevşek dokuma vb.) bitim işlemleri, ürünün modeli, alevin değdiği nokta (kumaşın yüzü, kenarı, altı veya üstü) alevin şiddeti gibi birçok faktöre bağlıdır.

Örneğin açık/gevşek yapıdaki kumaşlarda boşluklar arasında hava geçirgenliği fazla olduğundan yanma daha kolay gerçekleşecektir. Bununla birlikte oksijen konsantrasyonu da alev yayılma hızına etki edebilmektedir. Bundan dolayı birçok araştırmacı kumaş yanıcılığını belirlemede LOI değerini kullanmışlardır.

Kumaşın duruş şekli (yatay ya da dikey olması)'ne bağlı olarak kumaşların tutuşurluğu da değişmektedir. Yapılan testler sonucunda serbest halde dikey pozisyonda duran kumaşların (perde, giysilik kumaş vb.) yanıcılığı en fazladır. Tekstillerin günlük kullanımına en yakın serbest halde dikey pozisyon olduğundan yanma testlerinde de dikey yanma testi en yakın sonucu almak açısından tercih edilmektedir. Bunun yanında çevre sıcaklığı, havanın akış hızı ve bağıl nem de yanmayı etkilemektedir [4].

Yapılan bir çalışmada %100 polyester kumaşlarda silikon kullanılması kumaşların yanıcılığını arttırabildiğini göstermiştir. Slikon yanarak slikaya dönüşmekte ve fitil görevi görmektedir. Ayrıca bazı pigment boyalarının da polyesterin yanmasında olumsuz etkiye sebep olmaktadır.

Güç tutuşur termoplastik bir lif ile güç tutuşur termoset bir lif karışımı dikiş ipliği ya da kumaş olarak kullanıldığında malzemenin yanıcılığı liflerin tek tek kullanılmasından daha fazla olabilmektedir [7].

Herhangi organik bir maddenin yanma sonucu yüksek derecede toksik ama tahriş edici olmayan CO gazı ve çeşitli başka toksik kimyasallar oluşturabilir. Güç tutuşurların pirolizi sonucu oluşabilecek bazı toksik kimyasallar şunlardır: CO, CO₂, HCl, PxOy, amonyak, bromofuranlar, HBr, HCN, NOX ve fosforik asit. Yanma sonrası ölümlerin birçoğu CO'nin yüksek oranda oluşup HCN ve diğer gazların daha az yayılmasından gerçekleşir.

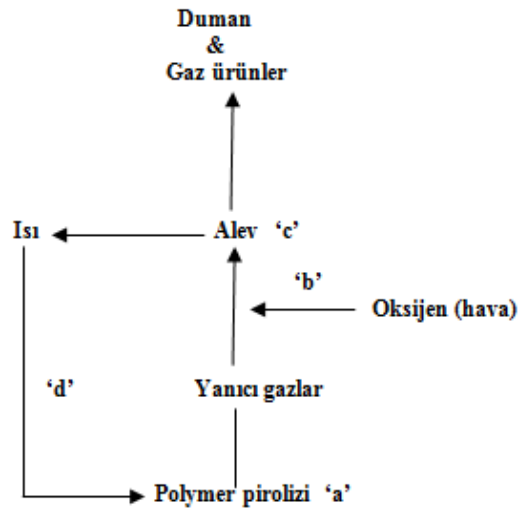
Bromlu güç tutuşurlar yanma sonrası hidrojen bromür (HBr) oluştururlar. Bu gaz aşındırıcı ve güçlü bir tahriş edicidir. Yüksek reaktivitesinden dolayı tehlikeli olabilecek kadar yüksek konsantrasyonlara ulaşmamaktadır [21].

1.2.2 Güç tutuşur kimyasalların etki mekanizması

Polimer çeşidine bağlı olarak, güç tutuşurlar ısınma, bozunma, tutuşma, alevin yayılması ve duman oluşumu gibi yanma basamaklarından bir ya da birkaçında çalışmaktadır.

Ticari olarak güç tutuşur bir tekstil ürünün karşılaması gereken bazı gereksinimler vardır. Bunlar: malzemenin fiziksel özelliklerini değiştirmemesi ya da çok az değiştirmesi, ucuz kimyasal kullanılarak geleneksel ekipmanla basit olarak uygulanabilmeli, malzemenin estetik ve fizyolojik özelliklerini koruması ve yıkamaya, makine kurutmasına ve kuru temizlemeye dayanıklı olmasıdır [3].

Şekil 1.3’de polimerlerin yanma döngüsü basitçe gösterilmiştir. Güç tutuşurlar bu döngüyü bozmaya yönelik çalışırlar. Böylece alevin kendi kendine sönmesini ya da yanma hızının düşmesinin sağlarlar.



Şekil 1.3: Polimerlerin yanma döngüsü; a-d güç tutuşturucuların etki yöntemleri.

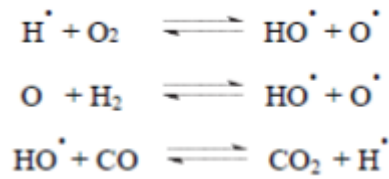
- * Piroliz mekanizmasını değiştirerek. Yanıcı gaz oluşumunu azaltıp, daha az yanıcı kül oluşumu arttırarak alevin polimerle temasını engelleyerek-a
- * Alev ile oksijen/hava etkileşimini önleyerek-b
- * Tutuşma sıcaklığına yakın brom ve klor atomlarını verecek bileşikleri lif çekimi esnasında ekleyerek-c
- * Polimere ısı akışını azaltıp tekrar piroliz oluşumunu engelleyerek-d [4].

Güç tutuşur ürünlerin kullanılmasıyla; yangın tamamen önlenebilir, oda ya da binadan kaçış süresi uzatılabilir ya da söndürme ekibi gelene kadar yangının büyümesi önleyebilir.

Bir polimer yanmaya başladığında oksijen varlığında tutuşabilen uçucu ürünler ya da kül oluşmasına sebep olabilir. Bu kül iç taraftaki maddelerin ısınmasını ve yanmasını engelleyerek bariyer görevi görebilir. Güç tutuşturucu kimyasalların amacı da kül oluşumunu desteklemektir. En etkili güç tutuşturucu kimyasallar yanıcı polimerin kül oluşumunu destekleyendir. Bu türdeki güç tutuşturucular hava ortamında yanmayacak ve alev ile kalıcı bir bariyer oluşturacaktır. Kül oluşumunu destekleyen güç tutuşur kimyasallar güç tutuşurluk alanında önemli bir yer oluşturmaktadır [22,23].

Güç tutuşur polimer eldesi için uygulanan üç ana yöntem mevcuttur:

a) Gaz fazı güç tutuşurluk mekanizması: halojenli ve fosfor içerikli güç tutuşturucu kimyasallar bu gruba girmektedir. Bu gruba giren kimyasallar gaz fazında serbest radikalleri tutarak ortaya çıkan ısıyı azaltmaktadırlar. Halojen içerikli (özellikle brom ve klor) güç tutuşur kimyasallar gaz fazında etki ederler ve genellikle metal oksitlerle beraber kullanılırlar. Ayrıca bazı fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar da gaz fazında etkili olarak, hidrojenle birleşecek fosfor içerikli radikallerin salınımını sağlayarak alevin sönmesinde etkili olabilmektedir. Halojen içeren güç tutuşur bileşikler, piroliz sırasında oluşan OH radikallerini yakalayarak daha hızlı oksitlenmesini sağlarlar [3].



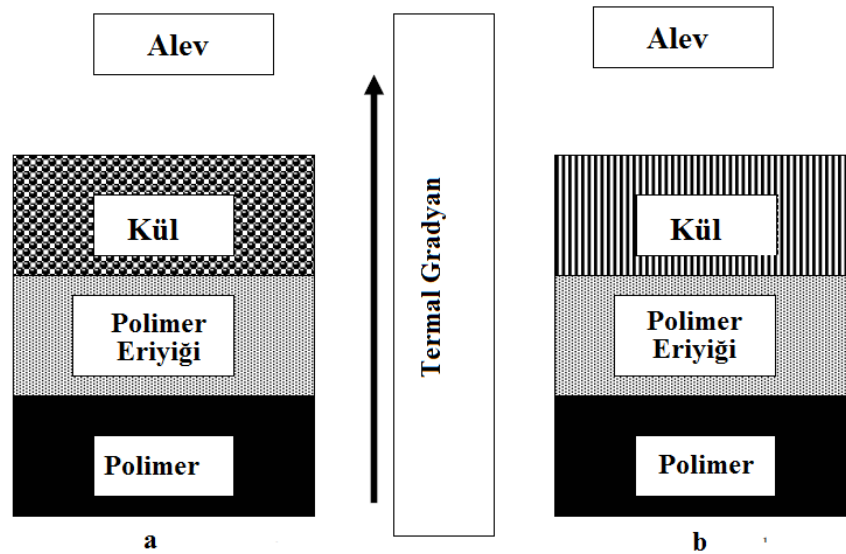
Şekil 1.4: Serbest radikal yanma reaksiyonu [3].

b) Güçlü endotermik reaksiyonlar sonucu ısı absorblayarak oluşturulan sistemler: Metal hidroksitler, karbonatlar bu gruba girmektedir. Bu kimyasallar gaz ve yoğunlaşma fazında yanma mekanizmasına tutuşmayan gazların (H₂O, CO₂) oluşmasını sağlayarak hem yakıtın seyrelmesini hem de polimerin soğutulmasını sağlamaktadırlar. Polimerin soğuması pirolizin de yavaşlamasını sağlamaktadır. Bu

gruptaki kimyasallar yanma sonrası seramik benzeri artık oluşturarak polimerin iç tarafının yanmasını da engellemektedirler.

c) Kül oluşumunu destekleyen güç tutuşurluk sistemleri: İntumescent ve nanokompozitler bu gruba girmektedir. Bu gruptaki kimyasallar yoğunlaşma fazında yakıtı piroliz olmayan karbona yani küle dönüşmesini sağlayarak hem piroliz olabilecek yakıtın serbest kalmasını önlemekte hem de kül altında polimerin yanmayan kısımlarının yanmalarını önleyerek bir tür bariyer görevi görmektedir [24,25].

Yanma sırasında oluşan kül yapısının koruma derecesi hem kimyasal hem de fiziksel yapıya bağlıdır. Saf grafit ısıya ve oksijene karşı oldukça dayanıklı iken, polimerlerin yanması sonucu oluşan kül aynı özelliğe sahip değildir. Külün fiziksel yapısının güç tutuşurlukta önemli olduğun anlamak için ideal(a) ve ideal olmayan(b) kül yapısını incelemekte fayda vardır. Şekil 1.4’de görüldüğü gibi ideal olmayan kömür yapısında kanallar veya çatlaklar bulunmaktadır. Bu kanal ve çatlaklardan yanıcı gazlar ya da eriyik haldeki polimer sızabileceğinden oksijenle temas ederek yanmanın devamını sağlayabilir. Güç tutuşurluk için ideal olan hava boşluklarını içeren kapalı bir yapıdır. Bunun oluşması için gaz baloncuklarının genişleyen ve kalınlaşan daha sonrasında hızlı bir şekilde katılaştan eriyik polimer içinde donmalı ki petekli bir yapı oluştursun. Bu yapı uçucu sıvı ve ya gazların aleve ulaşmasını engelleyecek ve böylece polimer ya da erimiş polimeri bozunma sıcaklığının altında tutacaktır [4].



Şekil 1.5: Kül yapısı: a- İdeal kül yapısı, b- İdeal olmayan kül yapısı.

Seilecek g tutuřur kimyasalın uygulanacak polimerin kimyasal ve fiziksel zellikleriyle uyumlu olması gerekmektedir. İdeal olduėu řekilde g tutuřturucu kimyasalın polimerin tutuřma ve alev yayılmasına karřı yksek diren gstermesi, yanma esnasında dřk ısı ortaya ıkarması ve dřk duman oluřumuna sebep olması beklenmektedir. Ayrıca yanma sonucu az ya da sıfır zehirli gaz oluřturmalı ve normal kullanımda g tutuřurluk zellikliėini kaybetmemelidir. Ayrıca kolay uygulanabilir, grntde kabul edilebilir ve maliyeti dřk olmalıdır [4].

1.2.3 Kullanılan g tutuřur kimyasallar

G tutuřur tekstillerin kullanım alanlarını koruyucu giysiler, bina malzemelerive dřemelik kumařlar, ocuk kıyafetleri ve perdeler gibi geniř bir alanı kaplamaktadır. Btn malzemeler iin g tutuřur kimyasallardan istenen yanıcılıėı azaltması ve alevin yayılmasını nlemektir. G tutuřur maddeler katkı maddeleri ve reaktifler olmak zere iki ana gruba ayrılırlar. Katkı maddeleri genel olarak dolgu maddeleri olarak kullanılırken reaktif maddeler diėer bileřenlerle reaksiyona girerek malzemeye g tutuřurluk zellik kazandırılırlar. Genel olarak bu maddelerden g tutuřur zellik katmasının yanında kullanılacaėı polimer ile de uyumlu olması ve zelliklerini deėiřtirmemesi beklenir. Katkı maddeleri reaktifler kadar kalıcı olmayıp su veya deterjanla yıkama sonrasında malzemeden uzaklařabilmektedir. Bu dezavantaja raėmen kolay uygulanamildiėinden ve dřk maliyetten dolayı geniř bir kullanım alanına sahiptir. G tutuřur kimyasallar eklendiėi malzemenin oksijen indeksini arttırmaktadır. Oksijen indeksi maddenin yanması iin gerekli olan minimum oksijen miktarıdır [14,26].

G tutuřurluk uygulamalarını kalıcılıklarına gre de  sınıfa ayrırabiliriz:

1-Dayanıklı olmayan g tutuřurluk uygulamaları: Yıkamaya dayanımlı olmayan uygulamalardır. Genelde kuru temizlemede kullanılan susuz zclere karřı dayanıklıdırlar. Bu gruptaki bitim iřlemleri genelde tek kullanımlık rnler iin uygundur. İřlem grmř rne yıkamadan sonra bitim iřleminin tekrarlanması gerekmektedir. Genelde emdirme ya da sprey yntemiyle uygulanır [7].

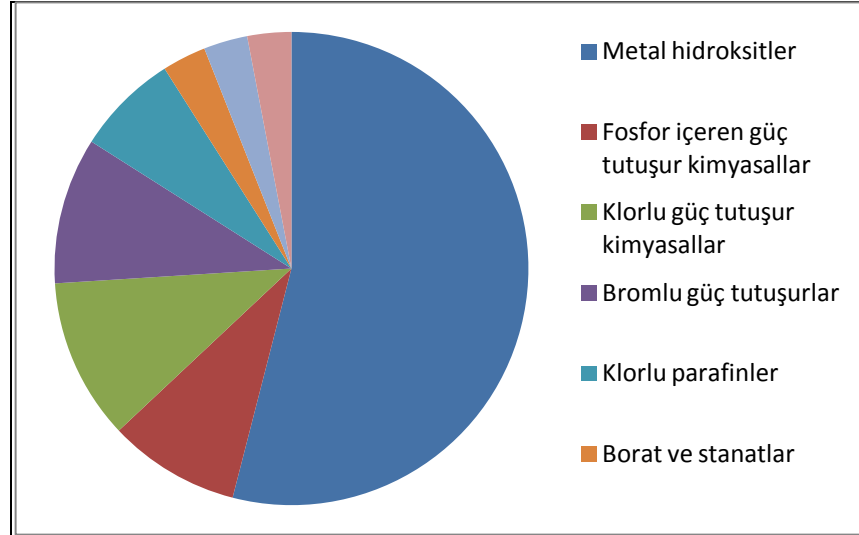
Sellozik lifler iin kullanılan boraks ve borik asit bu gruba girmektedir. Daha yksek sıcaklıklara dayanan fosfonatlar ve arka yzey kaplamasında evresel sakıncalara raėmen halojenle birlikte antimoni trioksit de kalıcı olmayan g tutuřurluk uygulamalarına rnek olarak verilebilir.

2-Yarı Dayanıklı güç tutuşurluk uygulamaları: Suyu emdirmeye dayanıklıdır. Suyu bir kez batırıldıktan sonra BS 5852 standartının gerekliliklerini karşılamalıdır. Bu dayanıklıdaki ürünler döşemelik ve yatak kumaşlarında kullanılmaktadır. Amonyum polifosfat ve üre bazlı bazı ürünler bu gruba girmektedir. Güç tutuşur kimyasalın uygulanması emdirme-kurutma-fiksaj olarak sıralanmaktadır.

3-Dayanıklı güç tutuşurluk uygulamaları: Yıkama sonrası da güç tutuşurluk özelliklerini kaybetmeden kullanılabilen ürünlerdir. İşçi kıyafetleri, çocuk pijamaları, nevresim gibi periyodik olarak yıkama gerektiren ürünlerde kullanılırlar. Yanıcılığı ve yıkama prosedürü sıkı bir şekilde belirlenmiş ve standartlaştırılmıştır. Örneğin Avrupa mevzuatında EN 553 koruyucu kıyafetler standartına göre güç tutuşur kumaşlar 5 yıkama sonrasında tutuşma testinden geçirilir.

Normal kullanım şartlarını daha iyi yansıtmaları için 75°C’da 50 yıkama sonrası yanma testlerinden geçmesi beklenir. Yıkama standardı sıcaklık, deterjan içeriği ile yıkama ve durulama parametrelerini belirler. Genelde koruyucu giysilerin yıkama dayanımı ISO 10528 standartına göre test edilir [27].

Şekil 1.5’de Avrupa’da 2006 yılında kullanılan güç tutuşur kimyasalların dağılımı verilmiştir. Metal hidroksitlerin tüm güç tutuşur kimyasalla içerisinde %54 civarında bir orana sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 1.6: Avrupa’da 2006’da tüketilen güç tutuşur kimyasallar. Toplam:465000 ton.

Güç tutuşur kimyasal seçiminde aşağıdaki kriterlerin göz önünde bulundurulması faydalı olacaktır:

- Belirli bir polimer ile güç tutuşur kimyasalın uyumu/verimi
- Düşük miktarda duman oluşturmaması
- Polimere uygulanma şartları
- Polimere uygunluğu ve polimerin fiziksel özelliklerini koruması
- İşlem maliyeti [28].

1.2.3.1 Halojenli güç tutuşur kimyasallar

Plastiklerin yanmasının başlıca sebebi yüksek aktiviteye sahip $\text{OH}\cdot$ ve $\text{H}\cdot$ serbest radikallerinin zincirleme reaksiyonlarda rol alarak bozunma ve yanmaya sebep olmasıdır. Gaz fazında halojenli güç tutuşturucu kimyasallar H^+ ve OH^- radikallerini yanıcı gazlardan uzaklaştırır. H^+ ve OH^- radikallerinin uzaklaştırılması yanmayı yavaşlatır ve alevin yayılmasını engeller. Halojenli güç tutuşur maddenin etkisi molekülde bulunan halojen atomu sayısına bağlıdır [4,29].

Halojenli güç tutuşur kimyasallar isminden de anlaşılacağı gibi periyodik cetvelde VII. Grup elementleri -F, Cl, Br ve I- içerirler. Teorik olarak bu dört elementin birleşikleri kullanılmaktadır. Her dört halojen de radikalleri yakalamakta etkilidir ve bu $\text{I} > \text{Br} > \text{Cl} > \text{F}$ olarak sıralanmaktadır. Fakat Flor esaslı güç tutuşur maddelerin dayanımları çok yüksektir ve birçok organik bileşiğin yandığı sıcaklıklardan daha yüksek sıcaklıkta bozunmaktadırlar ki bu da halojenlerin radikalleri yakalayıp güç tutuşurluk sağlaması için çok geç olmaktadır. Diğer yandan Iodin içerikli bileşikler kararlı değildir ve biraz yüksek sıcaklıklarda bozunmaktadırlar. Bunlardan organoklor ve organobrom çoğunlukla kullanılmaktadır, hatta en çok organobrom birleşikleri yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunun nedeni C-Br arasında oluşan bağın alevi önlemeye uygun olmasıdır. C-Br bağı çevresel etkilere dayanımlı ama aynı zamanda yanma esnasında bromun serbest radikalleri tutması iç kolayca kopmasını sağlayacak kadar da zayıftır. Güç tutuşur bir kimyasalın en temel özelliği malzemenin ömrü boyunca stabil olarak kalması ve polimer ile uyumlu olmasıdır.

Halojenli güç tutuşur kimyasallar bazen antimon oksit, çinko borat ya da fosfor birleşikleri gibi sinerjistlerle beraber kullanılarak gaz fazında daha etkili olması sağlanabilmektedir.

Sinerjik etki iki maddenin birleşimi ile elde edilen verimin, tek başlarına kullanıldıklarında ayrı ayrı verdikleri verimden daha fazla olması durumudur. Brom ve Klor gibi halojen bazlı güç tutuşur kimyasallar sık sık antimon ile kullanılarak sinerjik etki sağlanmaktadır. Bu kullanım naylon, polyester ve poliolefinlerde uygun bir etki sağlamaktadır [19].

Halojenli güç tutuşur kimyasallar uygun maliyetler ve geniş bir yelpazede polimere uygulanabildiklerinden dolayı, 1930’lardan beri kullanılmaktadır. Bunun yanında yanma esnasında duman oluşumunu arttırması, ve zehirli ürünler oluşturması gibi dezavantajları bulunmaktadır. Ayrıca HCl ve HBr gibi aşındırıcı gazların da oluşmasına sebep olabilmektedirler. Halojenli bileşiklerin çevreye verdiği zararlardan dolayı, özellikle son yıllarda kullanımı konusundaki çekinceler daha çok dile getirilmektedir [16,28].

Halojenli güç tutuşturucu kimyasallar gaz fazında etkindir ama katı ya da sıvı fazda ağır halojen molekülerinin parçaları oksijeni yanan maddeden uzak tutmakta ve kül oluşumunu desteklemektedir [4].

Özellikle halojen ve formaldehit esaslı fosforlu güç tutuşur kimyasallar pamuk lifleri için uygundur. Yalnız toksik ve çevresel sakıncaları bu kimyasallarının kullanımında başlıca engel olmaktadır [30,31].

1.2.3.2 Fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar

Fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar halojenli güç tutuşur kimyasallara uygun bir alternatif olarak kabul dilmektedir. Fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallar 2006 yılında Avrupada kullanılan güç tutuşur kimyasalların %20’sini oluşturmuştur. Geniş yelpazede life uygulanmasının yanında diğer kimyasallarla işleme uygun ve kolay kullanım kolaylığına sahiptir. Fosfor esaslı kimyasalların çevre ve insan sağlığına etkisi değişkenlik göstermektedir. Kırmızı fosfat ve Amonyum polifosfat en az problemli güç tutuşur grubuyken bazı fosfor esaslı kimyasalların sağlığa zararları göz ardı edilememektedir [29].

Pamuk ve sert poliüretan gibi oksijen içeren polimerler için fosforlu bileşikler kül oluşumunu arttırdığına dair sonuçlar mevcuttur. Kül oluşumu daha az malzemenin yanması demektir. Bunun yanında kül oluşumu beraberinde su oluşumunu da getirebilmektedir ki bu da yanıcı gazların seyrelmesine neden olmaktadır. Ayrıca kül içindeki polimerin yanmasını da engellemektedir [4].

Fosforlu birleşikler yanma esnasında polimer ile etkileşimlerine bağlı olarak hem gaz fazında hem de yoğunlaşma fazında çalışabilen tek güç tutuşur kimyasallardır. Belli bir fosfor esaslı güç tutuşur kimyasalın bir polimerde gaz fazında çalışırken diğer bir polimerde yoğunlaşma fazında çalışması karşılaşılabılır bir durumdur. Fosforlu bileşikler bazen diğer kimyasallarla sinerjik etki sağlamak için beraber kullanılabilirler ama halojenlerle beraber kullanıldıklarında yalnızca gaz fazında etki ederler [16].

Bazı durumlarda fosforlu bileşikler aleve maruz kaldığında asit oluşmasını böylece polimerlerin bağlarının koparak erimeyi kolaylaştırıcı kataliz görevi görecektir asitlerin oluşmasına neden olabilmektedir. Bu şekilde eriyik polimerin viskozitesinin düşmesine ve eriyik polimerin alev bölgesinden uzaklaşmasına neden olabilmektedir. Poli(etilen tereftalat) kumaşlarda %0,15 gibi az oranda fosfor bile, kumaşın dikey yanma testinden geçmesini sağlamaktadır [4].

Azot ile fosfor sinerjik etki sağlamak için beraber kullanılabilir. Azot esaslı GT kimyasallar diğer bileşiklere göre daha az toksik etki göstererek çevre dostu özellik gösterirler. Genel olarak uygun bir güç tutuşurluk sağlamak için eklenmesi gereken miktar $\sim 2\%P$ ve $\sim 1\%N$ oranında değerlendirilmektedir. Fakat bu oran kumaş konstriksiyonu ve istenen performans özellikleri gibi birçok parametreye göre değişebilmektedir. Bunun yanında P-N sinerjik etki gösteren bileşikler fosfor esaslı güç tutuşur kimyasallardan daha iyi termal özellikler göstermekte ve daha az zehirli duman oluşturmaktadır. Azot pH kontrolüne de yardımcı olmaktadır. pH çok düşük olduğunda selüloz çapraz bağlanma yerine asit hidrolizine uğrayacaktır. Aynı şekilde pH yüksek olduğunda da çapraz bağlanma gerçekleşmeyecektir. P-N esaslı sistemler intumescent ssistemlere dahil edilmektedirler [3].

Hem azot hem de fosfor içeren bileşikler güç tutuşurluk için uzun zamandır kullanılmaktadır. Örneğin:

Pamukta daha iyi bir güç tutuşurluk sağlamak için fosforik asit ve emdirme-kurutma-ısı sabitleme ile fosforilasyon işlemi görmektedir. Sonuçlar göstermiştir ki düşük konsantrasyonlarda beraber kullanılan fosforik asit ve ürenin etkisi, yüksek konsantrasyonlarda tek tek kullanılan bu iki kimyasaldan daha fazladır.

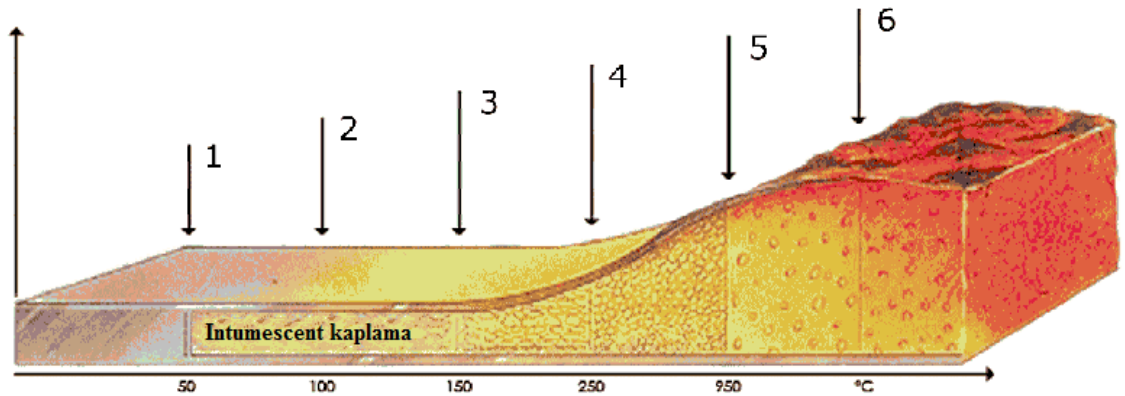
Tetrakis(hidroksi metil) fosfonyum kloridin(THPC) ile amonyak, üre ya da trimetilol-melamin beraber pamukta kalıcı güç tutuşurluk sağlamak için kullanılmaktadır.

Amonyum fosfat içeren diğer bir bileşik de özellikle çocuk pijamalarında kullanılan N-metilol dialkil fosforik propiyonamit olarak karşımıza çıkmaktadır [32].

Fosfor esaslı güç tutuşurluk teknolojisi 1940-1950'lerden beri kullanılmaktadır ve halojenli kimyasalların kullanımındaki sakıncalardan dolayı daha da popüler hale gelmişlerdir. Diğer bütün güç tutuşur kimyasallar gibi fosfor esaslı olanların da dezavantajları mevcuttur. Halojen esaslı kimyasallar kadar kullanımı yaygın değildir, stirenik ya da poliolefin polimerlerde çok az etkili ya da etkisiz olabilmektedir. Ayrıca yanma şartlarında polimerin yanmasını önleyerek duman ve CO oluşumunu arttırmaktadırlar. Son olarak çevreye etkileri de önem arz etmektedir [16].

1.2.3.3 Intumescent güç tutuşur kimyasallar

Güç tutuşurluk mekanizmalarından kullanılan bir tanesi de “intumescent” dediğimiz, ısı ya da alev maruz kaldığında şişererek gözenekli karbon bir köpük bir oluşturarak ısı, hava ve piroliz olmuş malzemeye etkili bir bariyer görevi gören malzemelerdir. Şekil 1.6'da görüldüğü gibi ısıya maruz kalın intumescent kaplama şişerek karbon köpük oluşturmakta ve bariyer görevi görmektedir.



Şekil 1.7: Intumescent malzemelerin ısıya maruz kalarak köpük oluşturma süreci.

Intumescent güç tutuşur kimyasalların çalışma mekanizması ısıl bozunma esnasında polimerin üst yüzeyinde oluşturdukları karbon tabaka sayesinde ısı kaynağı ile polimerin yüzeyi arasındaki ısı alışverişini azaltmaya dayanmaktadır. Aynı zamanda

polimer yüzeyinden yakıt(polimer) transferini sınırlar ve malzemeye oksijen geçişini engeller [33].

Bu sınıftaki güç tutuşur kimyasallar kesin olarak yoğunlaşma fazında çalışırlar. Yoğunlaşma fazında hem kendi karbonlarından hem de polimeri karbon kül kaynağı olarak kullanırlar. Bu sınıftaki güç tutuşturucular kül oluşturan üç maddeden oluşmaktadırlar. Bunlardan ilki asit katalizör karbon kaynağını hedef alır, ikincisi çapraz bağlama ve termal olarak dayanıklı karbon köpük oluşumunu sağlar ve sonuncusu karbon kaynağını karbon köpüğe dönüştürmektedir. Bu üç madde beraber çalışarak intumescentin çalışmasını sağlamaktadır. Tek başlarına kısmen güç tutuşurluk sağlarlar ama aleve ya da ısıya maruz kaldıklarında üçünün birlikte çalışmasıyla gerçek anlamda güç tutuşurluk sağlarlar [16].

Intumescent ve fosfor esaslı sistemler arka yüzey kaplamasında bromlu güç tutuşur kimyasallara alternatif olarak kullanılabilecek kimyasallardır. Intumescent sistemlerin avantajı çevresel etkilerinin az olmasıdır. Etkili olmasının yanında, sistemin uygun çalışabilmesi için uygulama esnasında özel dikkat gerektirmektedir. Diğer dezavantajları ise suda çözünürlüğü ve maliyetidir [19].

1.2.3.4 İnorganik güç tutuşur kimyasallar

İsminden de anlaşılacağı üzere bu gruptaki güç tutuşur kimyasallar yapılarında karbon içermezler. Çeşitli metal oksitler ve metal kompleksler üzerine literatür çalışması olsa da ticari olarak kullanılmamaktadırlar. Bunlardan yalnızca boratlar, sliksatlar ve stannatlar kullanılmaktadır [16].

İnorganik hidroksitler ya da hidroksit-inorganik tuz karışımları 200°C'nin üstünde su oluşturabildiklerinden birçok polimerde güç tutuşur özellik katmak için kullanılabilir. En çok kullanılan iki çeşidi alüminyum hidroksit ve magnezyum hidroksittir. Alüminyum hidroksit en çok üretilen güç tutuşur kimyasaldır. Kablo ve benzeri malzemelerin yalıtımı, sentetik mermer, halılarda arka yüzey kaplama gibi alanlarda kullanılmaktadır [14,28].

Mineral esaslı dolgu malzemeleri de bu sınıfa girmektedir. Mineral esaslı güç tutuşur kimyasallar endotermik reaksiyonlarla soğutma mekanizması sağlayan güç tutuşturma mekanizması ile çalışan kimyasallar grubuna girmektedir. Gaz/yoğunlaşma fazında iyi bir aktiviteye sahiptirler. Bu şekilde yoğunlaşma esnasında soğutma sağlayarak lifin termal bozunmasını yavaşlatmaktadırlar. Ayrıca

mineral malzemelerin bozunma sonrası artıkları tutuşmadıklarından yanmaya hazır polimer oranını azaltmakta ve oluşturduğu yanıcı olmayan gazlar da gaz fazındaki yanıcı yakıt konsantrasyonu azaltmaktadır. Günümüzde güç tutuşturucu olara en çok kullanılan mineral dolgular metal hidroksitler ve metal karbonatlardır.

Mineral dolguların geçmişi 1920'lere, bazı kaynaklarda ise 17. yy'a dayanmaktadır. Çevre dostu olan bu ürünler aynı zamanda çok düşük miktarda duman oluşturmakta ve zehirli gaz oluşumunu azaltmaktadır. Bununla birlikte hem kolay uygulanabilir hem de ucuz maliyete sahiptirler. Fakat bu sınıftaki güç tutuşur kimyasallarda karşılaşılan iki dezavantaj mevcuttur. Bunlardan ilki yeterli ısı mineral dolguyu tükettiğinde ve bütün su/CO₂ oluşuktan sonra geriye kalan metal oksitin polimere koruma sağlayamamasıdır. Bu yüzden de mineral dolgular tutuşmayı geciktirmekte ve başlangıçta alevin yayılmasını önlemekte fakat yeterli ısı verildiğinde yanmayı tamamen önlemede etkisiz kalmaktadırlar. İkinci dezavantajı ise etkili olabilmesi için yüksek miktarda kullanılmasıdır ki bu da polimerin mekanik özelliklerini olumsuz etkileyebilmektedir. Örneğin etkili bir güç tutuşurluk sağlanabilmesi için poliolefin kablolarında kullanılacak güç tutuşur mineral dolgu miktarı malzemenin ağırlığının %50-70 oranı arasında olmalıdır [16].

1.2.3.5 Polimer nanokompozitler

Nanokompozitler güç tutuşur tekstillerde gelişmekte olan yeni bir alan teşkil etmektedir ve bu alandaki potansiyellerinin arttırılması için araştırmalar devam etmektedir. Yapılan bazı çalışmalarda polimer nanokompozitler bariyer özellikleri, mekanik özellikleri geliştirmekte ve tekstillerin yanıcılığını azaltmaktadır.

Genel olarak kompozitler iki yada daha fazla fiziksel ve kimyasal fazın bir araya getirilerek, bu yapıların tek başına özelliklerinden daha farklı ve daha üstün bir ürün oluşturulması olarak tanımlanabilir. Nanokompozitler de aynı prensiple fakat nanometre boyutunda fazların karıştırılmasıyla elde edilir.

Polymer katmanlı slika nanokompozitler, bazı klasik güç tutuşurlara alternatif çevre dostu ürünler olarak dikkate alınabilir. Yanma esnasında slika katmanlar yüksek sıcaklıklara dayanarak ısıya karşı yalıtım tabakası görevi görmektedir. Polimerden uçucu maddelerin salınımını azaltarak, kendi kendine sönme özelliği sağlamaktadır [34].

1.2.4 Güç tutuşur kumaşların eldesi

Güç tutuşur kumaşların elde edilebilmesi için kullanılan dört yöntem mevcuttur. Bunlar:

- 1- Yapısı itibariyle güç tutuşur liflerin kullanılmasıyla
- 2- Liflerin kopolimerizasyon veya kimyasal modifikasyon ile yapılarının değiştirilmesiyle
- 3- Sentetik polimerlere, lif çekim esnasında güç tutuşurluk sağlayan katkı maddelerinin eklenmesiyle.
- 4- Kumaşın güç tutuşurluk sağlayan kimyasallar ile işlem görmesiyle.

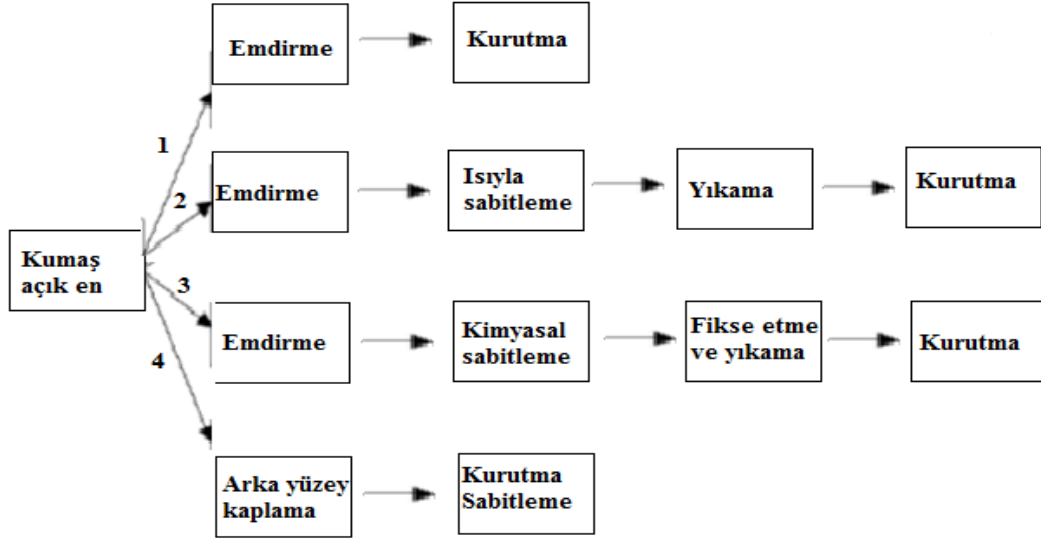
Bu dört yöntem kullanım alanına bağlı olarak tek tek ya da birlikte kullanılarak etkili bir güç tutuşma elde etmek için kullanılabilmektedir.

1.2.4.1 Kumaşın güç tutuşurluk sağlayan kimyasallarla işlem görmesi

Kabul edilebilir seviyede güç tutuşma elde etmek için başarılı bir güç tutuşurluk terbiyesinin klasik terbiye ve kaplama cihazlarıyla uygulanabilir ve uygun bir maliyete sahip olması beklenir. Şekil 1.7’de açık en kumaşlarda güç tutuşurluk özelliğinin kazandırılması için uygulanan dört basit terbiye işlemi görülmektedir.

1. Metot, amonyum fosfat gibi çoğunlukla dayanıksız ve suda çözünebilen güç tutuşurluk sağlayan kimyasallar için basit emdirme/kurutma tekniğini göstermektedir.
2. Metot, kırıymayı önleyici ya da benzer şekilde ısı işlem gerektiren tekstil terbiye işlemleriyle aynı sırayı takip etmektedir. Pamuk ve pamuk/polyester kumaşlarda kullanılan Pyrovatex CP, Afflamit ve Antiblaze TFR1 gibi fosfonamit sistemlerinin uygulanması için çok uygun bir metottur. Bu metotta fosforik asit gibi bir asidik bir katalizöre ihtiyaç duyulduğundan, yıkama aşamasında alkali bir nötralizasyon işlemi gerektirmektedir. Aynı işlem sırası kısmen dayanıklı terbiye işlemlerinde ısı sabitleme aşaması ile terbiye maddesi ile selüloz arasında belli oranda etkileşim olmasını sağlayacağından yıkama aşaması çıkarılarak takip edilebilmektedir. Amonyum fosfat ile yapılan terbiye işlemleri buna bir örnek olarak verilebilmektedir. 160 °C’ de ısı sabitleme işlemi gören amonyum fosfat selülozun fosforilasyonunu

arttırmaktadır. Böylece bu terbiye işlemiyle belli oranda suda çalkalama ve hafif yıkama işlemlerine karşı dayanıklı bir güç tutuşurluk elde edilmektedir.



Şekil 1.8: Kumaşlar için sık kullanılan güç tutuşurluk işlemleri [4].

3. Metot, THPC esaslı Proban için en uygun işlem sırasıdır. Proban GT kimyasalının lifle polimerize olması için amonyak gazı ile sabitleme yapılması gerekmektedir. Bu yolla tetrakis hidroksi metil fosfonyum kloridin (THPC) kondensatı olan Proban CC ve üre emdirme ile kumaşa uygulanıp kurutulduktan sonra suda çözünmeyen polimerik bir terbiye elde edilmesi için kondensat ile çapraz bağı yapan bir amonyak reaktöründen geçirilir. Dayanıklılığı ve terbiye işleminin dayanımını arttırmak için son yıkama işleminden ve kurutmadan önce oksitleyici fikse işlemi uygulanmalıdır.
4. Metot, arka yüzey kaplama işlemi ile güç tutuşur kimyasalın bir bağlanma patı ile kumaşın arka yüzeyine aktarılmasını ifade eder. Bu şekilde kumaşın arka yüzeyine güç tutuşurluk özelliği sağlanmışken, ön yüzeyinin estetik görünümü de korunmaktadır. Bu işlem sadece kumaşın bir yüzüne yapıldığından, kaplama işleminde kullanılan kimyasalın amonyum-brom ya da diğer halojenli yapılar içeren malzemeler gibi gaz fazında aktif sistemlerden seçilir ki tüm kumaşa yayılabilsin. Bu yöntem genellikle döşemelik kumaşlara güç tutuşur kimyasalın terbiye işleminde tercih edilmektedir.

1.2.5 Doğal liflerde güç tutuşurluk

Doğal lifler aleve ya da yüksek ısıya maruz kaldığında ısı bozunmaya uğrar ve uygun ortam şartlarında tutuşur. Doğal polimerlerin ısı davranışları üç evrede incelenebilir:

- Başlangıç (alevsiz) evre: Bu evre doğal polimerlerin ısıtılması ile sıvı ve gaz ürünlerin ortaya çıktığı evredir. Doğal lifler 105 °C'a ısıtıldığında içindeki nem uzaklaşır. Bu evredeki reaksiyonlar endotermiktir ve yavaş bir şekilde gerçekleşir. Bu sıcaklık yükseldiğinde doğal lif bileşiklerinde ısı bozunma başlar. 150–200 °C sıcaklıklarında gaz ürünler oluşmaya başlar ve moleküller arası bağlar zayıflamaya başlayarak sonrasında sararma başlar. 200–260 °C sıcaklıkları arasında ekzotermik reaksiyonlar başlar ve gaz ürünlerin artması, düşük kaynama noktalarıyla bazı hidrokarbonların bölgesel tutuşması bu evrede gerçekleşir. Kendi kendine tutuşma gerçekleşmez fakat bir alev kaynağı varlığında tutuşma gerçekleşebilir.

- Ana (alevli) evre: Bu aşamada ısı bozunma sonucu oluşan ürünlerin tutuşmasını, alevin yanıcı gazlarla yayılmasını ve çıkan ısı miktarında ve kütle kaybında artışın olduğu basamakları kapsar. Bu basamaklar 260 to 450°C sıcaklıkları arasında gerçekleşmektedir.

- Son (alevsiz) evre: Bu evrede kalan artık maddelerin yavaş yanmasını ve kül oluşumunun gerçekleşmesini kapsamaktadır. Son evre 500 °C'ın üstünde gerçekleşir. Yanıcı ürünlerin oluşumu düşükken, kömür oluşumu bu evrede yüksektir. Doğal liflerin tutuşması malzemenin yoğunluğu, yağlar ve bazı reçineler gibi kolay tutuşmayı sağlayacak maddeler i içermesine, içerdiği nem miktarı, termal iletkenliği ve ısı kapasitesi, hava akım hızı, malzemenin geometrisine ve malzemeye verilen ısı miktarı gibi birçok parametreye bağlıdır. Genel olarak kullanılan liflerin bazı termal özellikleri Çizelge 1.4'de verilmiştir [4].

1.2.5.1 Pamuk

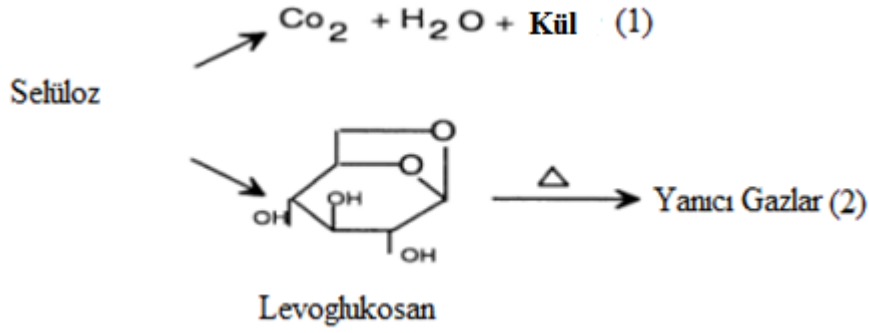
Pamuk, tekstil endüstrisinde kullanılan en önemli doğal elyafıdır. Yaygın kullanımının yanında pamuk ürünlerinin yanıcılığının yüksek olmasından dolayı, yasal standartlara uymak için güç tutuşur kimyasallar ile işlem görmesi gün geçtikçe artmaktadır [31].

Çizelge 1.2: Genel olarak kullanılan liflerin termal özellikleri [35].

Lif	Yumuşama (°C)	Erime (°C)	Piroliz (°C)	Tutuşma (°C)	AH (kJ/g)	LOİ %
Yün			245	600	27	25,2
Pamuk			350	350	19	18,4
Viskoz			350	420	19	18,9
Triasetat	172	290	305	540		18,4
Nylon 6	50	215	431	450	39	20-21,5
Nylon 6.6	50	265	403	530	32	20-23
Poliester	80-90	255	420-477	450-480	24	20-21,5
Akrilik	100	>220	290	>250	32	18-18,2
Polipropilen	-20	165	469	550	44	18,6
Modakrilik	<80	>240	273	690		26,8-30
PTFE	-17	180-210	>220	532	11	60
Nomex	275	375	310	500	30	28,5
Kevlar	340	560	590	>550		29
PBI	>400		>500	500		40-42

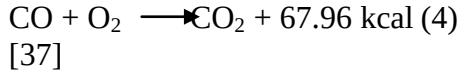
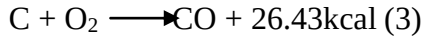
Günümüzde selüloz esaslı güç tutuşurluk özellik sağlamak için çeşitli yöntemler kullanılmaktadır ama yıkama ya da kuru temizleme sonrası bunların yalnızca bir kısmı özelliklerini kaybetmeden etkili performans gösterebilmektedir [36].

Selülozun ısı karşısında sergilediği davranışa bakıldığında; selüloz 300°C üstünde iki alternatif yönde bozunmaya uğrayabilir. Şekil 1.8’de gösterildiği gibi bunlardan ilki düşük sıcaklıklarda gerçekleşen dehidrasyon sonrasında glikozil zincirlerinin kül ve su olarak bozunmasıdır(1). Diğer yol ise daha yüksek sıcaklıklarda glikozil zincirlerinin koparak sonrasında alkol, aldehits, ketonlar ve hidrokarbonları oluşturacak levoglukozan oluşumuna neden olmasıdır(2). Daha sonrasında ara bir ürün olan levoglukan termal olarak bozunmaya uğrayarak büyük oranda yanıcı gaz, sıvı, katran ve kömür oluşturmaktadır. Bu gazlar tutuşmanın devamını sağlayıp daha fazla ısı üreterek katran ve sıvı yanma ürünlerinin yanıcı gaz oluşturarak alevin yayılmasını sağlamaktadır. Bu durum külleşmiş bir artık kalana kadar devam etmektedir [37].



Şekil 1.9: Selülozun pirolizi [38].

Alevli yanmadan sonra 600°C’da kül oluşumu iki adımda oksidasyon reaksiyonuyla gerçekleşir. İlk adımda yüzeydeki reaksiyon karbonu karbonmonoksite dönüştürmektedir. İkinci adımda gaz fazında reaksiyon ile karbon monoksit karbon dioksite dönüşür [3,4].



Pamuğun yanıcılığını azaltmak için aramid, PBI, melamin ve PPS gibi güç tutuşur lifler kullanılabilir ama bunlar hem maliyeti hem de ürün özelliklerini olumsuz etkileyecektir. Bunun yerine etkili bir güç tutuşturucu kullanılarak pamuğun yanıcılığı azaltılabilir. Aprelenmiş pamuk, işlem görmemiş pamuğa nazaran yandığında külleşmeyi arttırmakta ve daha az yanıcı gaz çıkmasını sağlamaktadır [39].

Selüloz esaslı kumaşlar için boraks da güç tutuşturucu olarak geçmişten beri kullanılmaktadır. Suyu dayanıklı olmadığından yıkama sonrası tekrar aplike edilmelidir.

Diguandin hidrojen fosfat ve monoguandin dihidrojen fosfatlar da pamuğa uygulanan, ucuz ama kalıcı olmayan güç tutuşur kimyasallar olarak karşımıza çıkmaktadır.

Bunların yanında belli bir derece suya ve yalnızca birkaç yıkamaya dayanabilen işlemler de mevcuttur. Selülozun fosforik asit ya da amonyum fosfat ile su buharlaşmaya kadar ısıtıldığında glikozda bulunan HOCH₂- gruplarında fosforlaşmasını sağlayarak selüloz-fosfat oluşturulabilmektedir. Selüloza zarar verildiğinden pamuklu kumaşların yırtılma mukavemetinde azalma ve sararmaya

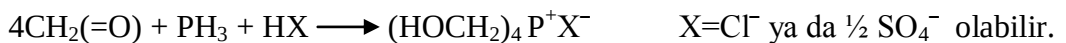
sebeptir. İşlemin alkali yıkamaya dayanımı yoktur. Ayrıca yıkama sert suda yapıldığında, Ca ve Mg iyonları fosfat gruplarına tutunup güç tutuşurluğu olumsuz etkileyebilmektedir.

Kumaş gramajının 1-2% oranında fosfor içeren amonyum fosfatlar pamuğun kendi kendine sönmeye için etkili olmaktadır. Ayrıca amonyum fosfatlarla birlikte kullanılacak amonyum bromit birleşikleri de gaz fazında güç tutuşurluk sağlayarak sentetik ya da karışımlarda etkili olabilmektedir. Toz şeklinde bulunan, molekül ağırlığı yüksek ve suda çözünmeyen amonyum polifosfatlar perde, halı, koltuk döşemesi gibi ürünlerde akrilik gibi bağlayıcı bir maddeyle arka yüzey kaplamasında kullanılabilirler. Ayrıca suya karşı dayanımını artırmak için çoğu zaman melamin formaldehit gibi bir reçine kullanılabilir.

Dialkilfosfonokarbonasitamid selülozik liflerde yıkamaya dayanıklı güç tutuşurluk etkisi sağlamak için kullanılmaktadır. Burada fosfor içeren temel madde olarak dimetilfosfit bulunmaktadır. Bu bileşik alkali ortamda akrilamidle bağlanmakta daha sonra akrilamid grubu mitelollenmektedir. Oluşan bileşik selülözün –OH grubu ile kovalent bağ oluşturmada ve kalıcı güç tutuşurluk sağlanmaktadır [7].

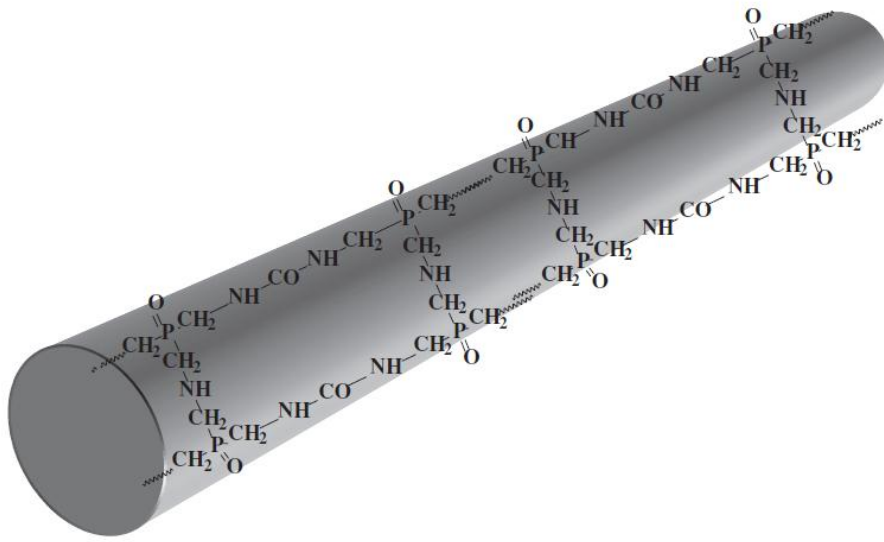
Ciba'nın araştırmacıları tarafından bulunan borik asit ve üre işlemleri de pamuk için yarı dayanımlı güç tutuşurluk işlemlerdir. Ciba tarafından geliştirilen ve Hunstman tarafından piyasaya sürülen Pyrovatim PBS, günümüzde popüler bir güç tutuşur kimyasaldır. PBS amino alkil fosfonik asit ile birlikte polietilen tuzlarını içermektedir. Pyrovatim PBS döşemelik, perde ve koruyucu giysilerde kullanılabilir.

İlk önce Albright & Wilson tarafından geliştirilen Tetrakis (hidroksi metil) fosfosalts (THPX) esaslı ürünler 50 yıldan beridir en çok kullanılan kalıcı güç tutuşur kimyasallardır. Hidroklorik ya da sülfirik gibi bir asitin varlığında formaldehit ve fosfonat arasındaki reaksiyon THPX kimyasının temelini oluşturur. Reaksiyon aşağıdaki gibidir:



Bu işlemin sakıncası klorun üründe az miktarda bulunan serbest formaldehit ile uçucu ve kanserojen olan bis-klorometil oluşturmalarıdır.

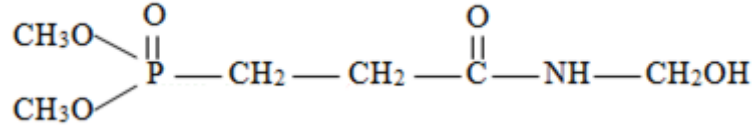
Rhodia firmasının ürettiği Proban piyasada THPX kökenli güç tutuşur kimyasallarının en popüler olanıdır. Bu işlemde pH 5-8 çözeltisinde THPX pamuğa aplike edilmeden evvel üre ile reaksiyona sokulur. Özel bir amonyak çemberinde, gaz haldeki amonyak ile kurutulup thermofiksaj yapılır. Bu yolla Şekil 1.9'da görüldüğü gibi üç boyutlu bir çapraz bağlanma hedeflenmektedir. Thermofiksajdan sonra son üründe $\text{NCH}_2\text{-P(=O)-}$ bağlarından oluşan bir ağ oluşturmak için sulu hidrojen peroksit ile işlem görülür. Bu son üründe hidroliz olacak bağ yoktur ve bu yüzden de 100 alkali detarjanlı yıkamaya dayanabilir.



Şekil 1.10: Proban'ın polimerle oluşturduğu yapı [27].

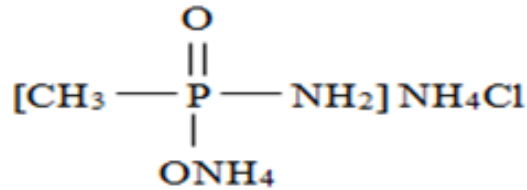
Proban işlemi askeri ürünler, oteller ve bakım evlerinde kullanılabilir. İşlem görmüş kumaşlarının tuşesi ve yırtılma mukavemeti uygundur ama özel bir amonyak çemberinin gerekli olması aprenin uygulanabilirliğini olumsuz etkilemiştir. Birçok tekstil firmasında amonyak çemberi bulunmamaktadır. Türkiye'de yalnızca bir firmada amonyak çemberi bulunmaktadır [7].

N-metilol dimetil fosfonik propionamit (MDPA) Pyrovatex CP ve Pyrovatex CP New gibi farklı ticari isimler altında 1968'den beri pamuklu kumaşlarda güç tutuşurluk sağlamak için kullanılmaktadır. Şekil 1.10'da kimyasal yapısı gösterilen Pyrovatex CP yoğunlaşma fazında etki etmektedir ve kömür oluşumunu desteklemektedir. Pyrovatex CP suda çözünebilir az miktarda formaldehit bağ içeren bir üründür.



Şekil 1.11: Pyrovatex CP formülü [40].

Firestop firmasının ürettiği Noflan, piyasada kalıcı güç tutuşur kimyasal olarak kullanılmaktadır. Şekil 1.11’de formülü görüldüğü gibi fosfor-klor bazlıdır. Ürün tek başına suda çözünürken melamin formaldehit reçinesi ve üre ile fikse edilerek yıkama dayanımı iyileştirilebilmektedir. Saf pamuk ya da pamuk/polyester karışımlarda kullanılması uygundur.



Şekil 1.12: Noflan formülü.

Lecoeur ve diğ. (2001) yaptığı çalışmada piyasada pamuk için bulunan üç farklı güç tutuşturucu kimyasal 230 ve 175g/m² gramajlarındaki kumaşlara pad-batch yöntemiyle uygulanıp test edilmiştir. Bunlardan ilki NH₂(CH₂)₃Si(OC₂H₅)₃ formülüne sahip, Acros Organics firmasının ürettiği APS (γ amino propyltriethoxysilane). APS suda hidroliz olarak silanolleri oluşturmakta ve sonrasında silanoller siloksanları oluşturmaktadır. Her iki reaksiyon da büyük ölçüde pH değerlerine bağlıdır. Kullanılan ikinci kimyasal Sigma-Aldrich-Fluka firmasının ürettiği hidrojen fosfat (CH₅N₃)₂, H₃PO₄ (diGuaHP). Son olarak Feutrie S.A.’nın ürettiği fosfor ve azot içeren çözünebilen güç tutuşturucu tuz olan Ignilys FDR kullanılmıştır. 100g/L konsantrasyonda uygulanan FDR ve diGuaHP için uygun sonuçlar bulunmuş. FD P 92-507 standartına göre M1 sınıfına uygun bulunmuştur. APS tek başına pamuğa güç tutuşurluk özelliği katmazken fosforik asit ile beraber uygulandığında pamuğun termal özelliklerini iyileştirdiği fakat kumaşı sertleştirdiği gözlemlenmiştir. APS ıslanmaya bir derece dayanabiliyorken FDR ve diGuaHP için kalıcılık elde edilememiştir [38].

1.2.5.2 Yün

Yün peptid bağlarıyla bağlanan amino asitlerin oluşturduğu bir keratin proteinidir. Peptid birimleri disülfid bağlarıyla çapraz bağlanmıştır ve amino, hidroksil, sülfidil, fenolik, karboksil, imidazol ve guadin reaktif gruplarıyla bağlanmıştır [41].

Yün lifi normalde oldukça yavaş tutuşmaktadır ve yün keçesinin güç tutuşur tabaka oluşturması hedeflenmektedir. Ama bazı kullanımlarda güç tutuşur olması sağlanmalıdır. Zirpro ile işlemi ile kömür oluşumu desteklenmektedir. Tetrabromofitalikasit ya da tuzları da kullanılmaktadır ancak hem yanma esnasında duman oluşumunu arttırmakta hem de yıkamaya dayanım gösterememektedir. Benisek and Craven'nin yaptığı çalışmada Zirpro ve Tetrabromofitalik'in sinerjik bir etki sağladığını göstermiştir. Hem Zirpro hem de Tetrabromofitalik ticari olarak kullanımdadır [41,42].

O'Brien ve Weyker siyanamid ve fosforik asit kombinasyonunun yün lifli halıların güç tutuşurluğunu geliştirmesini hesaplamışlardır. Yaptıkları çalışmada halıların güç tutuşurluk işleminin köpüklü yıkamaya karşı dayanımlı olduğunu tespit etmişlerdir. Pyroset CP çözeltisi de emdirme ya da sprey ile uygulanabilmektedir.

Fosforik asit tek başına kullanıldığında yünün güç tutuşur hale gelmesini sağlamaktadır ama bu işlem yıkamaya dayanımlı değildir. Ayrıca sülfirik ve sülfamik asitleri, amonyum fosfat, amonyum sülfamat, amonyum borat, potasyum hidroksit ve potasyum karbonat yünün gt özelliğini geliştirmektedir.

Lewin ve arkadaşları sülfolama işleminin hem yün hem de yün-pamuk karışımlarına gt özellik sağladığını bulmuşlardır. Güç tutuşurluk sülfür miktarına bağlı olarak değişmektedir. 4% oranında verilen sülfür ile 50 yıkamaya kadar dayanıklılık sağlanmaktadır [41].

1.2.5.3 Viskon

Rayon diye de adlandırılan selüloz bazlı ev döşeme kumaşlarında ve giyimde yaygın olarak kullanılmaktadır. Viskon liflerinin alev dayanımı düşük olduğundan uzun yıllardır bu liflere güç tutuşur özellik sağlamak için çalışılmaktadır. Daha önce pamuk için yaygın olarak kullanıldığını belirttiğimiz Pyrovatex CP, aynı şekilde viskon için de kullanılmaktadır. Fakat formaldehit içeriğinden dolayı alternatif kimyasalların araştırması devam etmektedir. Fosfat-fosfonat bazlı Akzo Nobel

firmasının piyasaya sürdüğü Fyroltex HP viskonla birlikte diğer selülozik liflerde kalıcı güç tutuşur özellik sağlamaktadır. Firestop firmasının ürettiği Noflan fosfor-azot bazlı olup formaldehit içermemektedir. Selülozik yüzeyle yalnızca reaktivitesi yüksek olmayan fosforamidit NH₂ ile reaksiyona girmesi muhtemeldir. Bu da ürünün kalıcılığını etkilemektedir.

Yu-hui Ao ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada Pyrovatex CP'nin yapısı değiştirilerek formaldehit yerine epiklorohidrin kullanılmıştır. Normalde kullanılan daha düşük miktarda formaldehit reçine kullanılmasından dolayı toksikolojik özellikleri geliştirilmiş ve güç tutuşurluk özelliklerinde de olumlu sonuçlar elde edilmiştir [43,44].

1.2.6 Sentetik liflerde güç tutuşurluk

Sentetik lifler ısıya maruz kaldıklarında erimeye ve damlaya başlar, daha fazla ısıya maruz kaldığında ise termoset liflerde olduğu gibi pirolize uğrayarak uçucu moleküllerin oluşmasına neden olur. Sonrasında tutuşabilen malzemeler alevlenerek yanıcı gazların ortaya çıkmasını sağlar. Yanıcı gazların yanmasıyla daha fazla ısı ortaya çıkar ve bu ısı bozunmaya uğramayan malzemenin pirolize uğramasını sağlayarak daha fazla yanıcı gaz çıkışına neden olur. Bu döngü yanabilen malzeme ya da oksijen kalmayana kadar devam eder.

Polyester, polipropilen, ve naylonlar gibi sentetik lifler aleve maruz kaldıklarında alevden uzaklaşma eğilimi göstererek büzülürler. Fakat bu davranış sentetik lifleri güç tutuşur sınıfa eklemek için yeterli sayılmaz. Eriyik lif birçok yanık ve yaralanmalara neden olabilir. Bir diğer durum da sentetik lifler alevden uzaklaşırken ikinci bir tutuşma olayına sebep olma ihtimalidir. Her iki sebep de sentetik liflere güç tutuşurluk kazandırılması gerekliliğini göstermektedir. Sentetikler için kullanılan güç tutuşur kimyasalların bir fonksiyonu malzemenin erime eğilimini arttırarak alev kaynağından uzaklaşmasını sağlamaktır. Diğer fonksiyonu ise yanan damlacıkların sönmesini sağlayarak ikinci bir tutuşmayı önlemektir [19].

1.2.6.1 Polyester

Koruyucu giysilerde malzemenin alev kaynağı varlığında tutuşmaması ya da malzeme tutuşsa bile alevin yayılmasını önlemesi ve fazla ısı oluşumuna sebep olmaması istenir. Genel olarak nylon, polyester ve polipropilen gibi termoplastik

lifler alevden uzaklaşmakta, yandıklarında ise küçük bir alanda ilerlemeyi durduklarından bu özelliği sağlamaktadırlar. Fakat bunun yanında koruyucu giysilerin başka gereksinimleri de vardır. Bunlar: ısı geçişinin engellenmesi, malzemenin boyutsal stabilitesinin korunması ki bu şekilde ısıya maruz kalındığında malzemenin büzülmemesi ve erimemesi, bozunduğunda kömürleşmesi istenmektedir [6].

Alifatik polyesterler genelde düşük erime noktası, zayıf mekanik özellikler ve özellikle hidroliz gibi kimyasal saldırılara karşı düşük direnç gösterirler. Bu yüzden de genelde karışımlarda kullanılırlar. Bunun yanında poli(etilen tereftalat)(PET), poli(butilen tereftalat)(PBT), ve poli (sikloheksan tereftalat)(PCT) gibi aromatik polyesterler yüksek erime noktasına sahiptirler (PET için 265 °C) [4].

Poly(etilen tereftalat) (PET) lifleri yüksek mekanik özellikleri, kimyasal dayanım ve elektriksel yalıtım gibi özelliklerinden dolayı tekstilde yaygın bir kullanım alanına sahiptir. Bunun yanında polyester kumaşlarda karşılaşılan yüksek yanıcılık, çözülmesi gereken önemli bir sorun olarak karşımıza çıkmaktadır.

Polyester kumaşları üç yöntem ile güç tutuşur hale getirmemiz mümkündür:

-güç tutuşur monomer ile kopolimerizasyon: Yüksek maliyetten dolayı birçok durumda laboratuvar çalışmasından öteye gidilememiştir.

- güç tutuşur kimyasallarla kaplanması ya da mikrokapsülasyon: bu yöntemin en büyük dezavantajı kullanım ya da zamanla oluşacak mekanik ya da kimyasal zorlamalara karşı dayanıklı olmamasıdır.

-lif çekim esnasında güç tutuşur sağlayan kimyasalların eklenmesi: bu işlem düşük maliyet ve kolay uygulanabilir olmasından dolayı tercih edilmektedir [45,46].

Polyester için en etkili güç tutuşurluk bitim işlemlerden biri brom içeren fosfor esteri, tris (dibromo propil fosfat), ve genel olarak bilinen ismiyle ‘Tris’ olmaktadır. Birçok basit fosfat triester ‘tris’ olarak adlandırılmaktadır ama bunlardan en iyi bilineni dibromopropil ürünüdür. Tris çok yönlü ve etkili bir üründür fakat kanserojen bir kimyasal olma potansiyeli taşıdığından yasaklanmıştır [3].

PET kumaşların güç tutuşurluğunu geliştirmek için geliştirilen halojen esaslı kimyasallar uzun senelerdir kullanılmaktadır. Ancak çevresel zararlardan dolayı gün geçtikçe kullanımında daha hassas inceleme gerekmektedir. Bu yüzden fosfor bazlı

intumescent güç tutuşur kimyasallar sentetik lifler için daha dikkat çekici bir alan olmaktadır. Bazı bromlu ve fosfor içeren bileşikler, özellikle polifosfonatlar, polyesterde etkili güç tutuşurluk sağlamaktadır [47].

Polyester kumaşlarda kalıcı güç tutuşurluk elde etmek için kullanılabilecek en iyi yöntemlerden bir tanesi, poli(etilen tereftalat) polimerik zincirlerine komonomerik fosforik asit, HO.P(O)R.X.COOH , katılmasıyla elde edilir. R burada Hidrojen yada alkil ve X bir alkil grubundan oluşmaktadır. Son 20 yılda geliştirilen bazı kimyasallar polyesterin çekim işlemi esnasında eklenerek etkili olması hedeflenmesine rağmen yalnızca bisfenol S türevleri ticari olarak kullanılmıştır. Toyobo GH (Toyobo, Japonya) ve Fidion (EniChem, İtalya) kimyasalları buna örnektir [23].

Piyasada fosfonik asit ve alkil esteri içeren APYROL PES kimyasalı %100 Polyester ve %100 Naylon kumaşlara uygulanarak kalıcı güç tutuşurluk sağlanmaktadır. Apyrol PES 100g/L-300g/L oranında kumaşlara emdirme-kurutma-ısıfiksaj yöntemiyle uygulanmaktadır. Isıfiksajda sıcaklık 190-205°C olarak önerilmektedir. Yüksek sıcaklıklardaki ısıfiksajdan dolayı mamülde ton değişmesine neden olmaktadır. Ayrıca ürün az da olsa toksik özellik göstermekte, ışık haslığı ve tuşeyi belli bir oranda etkileyebilmektedir.

1.2.6.2 Naylon

Naylon kumaşlarda lif eriyiğine katkı maddesi ekleyerek ya da geleneksel bitim işlemleriyle güç tutuşur özellik eklenebilmektedir. Fosfor ve brom içeren bileşikler lif eriyiğine en çok eklenen güç tutuşur kimyasallardır. Bitim işlemlerinde ise tiyoürenin formaldehit ve üre ile kumaşa uygulanması sonucunda elde edilebilmektedir. Bu işlem naylonun erime noktasını 40 °C'a düşürerek liflerin tutuşma kaynağından eriyerek uzaklaşmasını sağlamaktadır [3].

Naylonlar yanma esnasında yüksek derecede büzüşme ve damlamadan dolayı kendiliğinden sönme eğilimi gösterirler. Diğer termoplastik lifler gibi naylon da pamuk gibi doğal liflerle kullanıldığında, ısı ile eriyen naylon kömürleşmiş pamuk polimerlerinin üzerini kaplayacak ve yanmanın devam etmesini sağlayacaktır (iskelet etkisi) [6].

Naylon, polyester, polipropilen gibi termoplastik lifler polimerizasyon ya da eriyik halde katkı maddesi eklenerek güç tutuşur hale getirilmiş olsa bile alevle karşılaştırdıklarında erimekte ya da delinmektedir. Bu yüzden de kömür oluşumunun

gerekli olduğu koruyucu giysilerde kullanımları pek uygun değildir. Noylonlarda erime reaktivitesinden dolayı güç tutuşur kimyasalların eklenmesiyle kalıcı bir güç tutuşurluk eldesi zordur. Yarı dayanımlı uygulamalar için sıklıkla tiyoüre türevleri kullanılmakta ama genellikle yıkamanın gerekli olmadığı endüstri uygulamalarında kullanılmaktadır [23].

1.2.6.3 Polipropilen

Polipropilen lifleri giyim, döşemelik, halı, medikal tekstiller, jeotekstil, araba endüstrisi, ev tekstili gibi geniş bir kullanım alanına sahiptir. Polipropilen selülozik liflerle karşılaştırıldığında bozunma hızı yüksek olduğundan yanıcılığı yüksektir. Polipropilen için güç tutuşurluğun elde edilmesi için uygulanabilecek yöntemler şu şekildedir:

- 1- Piroliz reaksiyonlarını değiştirip ısı transferini engelleyerek yanıcı ürünlerin oluşmasını engelleyecek kül oluşumunu destekleyerek. Polimerde reaktif yan zincirler olmadığı için polipropilen için kül oluşumunu desteklemek zordur.
- 2- Yanmayı başlatan radikallerin tutulmasıyla; antimon-halojen bazlı kimyasallar bu yöntemde etkili olmaktadır.
- 3- Endotermik olarak bozunan ve su oluşturan bazı inorganik kimyasalların eklenmesiyle; böylece malzemeden ısıyı çekilecek ve ayrıca yanıcı gazlar seyreltilmiş olacaktır.
- 4- Polimerin kimyasal yapısını değiştirerek bozunma mekanizmasını değiştirmek ve diğer güç tutuşur kimyasallarla uyumlu hale getirerek.
- 5- Kül oluşumunu destekleyen, tercihen intumescent özelliğine sahip bir katkı maddesi eklenerek[48].

1.2.6.4 Aramidler

Aramid lifleri yaklaşık 400°C’da erimeden kömürleşmektedirler ve 700 °C’ye kadar kısa bir süre aleve dayanmaktadırlar. Aramid lifleri Çizelge 1.5’de görüldüğü gibi meta-aramid ve para-aramid olarak ikiye ayrılmaktadır. DuPont firmasının ürettiği Nomex® ve Kevlar® aramid lifleri, birçok alanda kullanılmaktadır. Nomex itfaiyeciler ve askeri koruma kıyafetleri ve aksesuarlarında kullanılmaktadır. Nomex-

Kevlar karışımından yapılan kumaşlar itfaiyecilerin dış koruma kıyafetlerinde termal performans, mukavemet, konfor ve dayanım açısından avantaj sağlamaktadırlar.

Kevlar aramidler arasında aleve dayanımı en yüksek lif olmasından dolayı askeri koruma kıyafetleri ve araçlarda koruma amaçlı kullanılan kumaşlarda kullanım alanı bulmuştur. Kevlar dikiş iplikleri de ayrıca güç tutuşur yatak yapımında kullanılmaktadır. Kevlar karbon bazlı, yapı olarak naylona benzer bir aramid lifidir. Teijin firmasının ürettiği Twaron® lifleri de Kevlar ile benzer özellikler taşımaktadır [7,49].

Çizelge 1.3: Aramid Lifleri [50].

Meta-aramid Lifleri	Para-aramid Lifleri
Meta-aramid liflerinin çok etkili bir yüksek sıcaklık dayanımı bulunmaktadır. Meta-aramid lifleri üretilen ticari isimlerine göre aşağıdaki gibidir:	Para-aramid lifleri çok yüksek dayanıma sahiptirler. Termal ve diğer koruyucu giysilerde fiziksel özellikleri arttırmak amacıyla karışım olarak kullanılmaktadırlar. Önemli para-aramid lifleri aşağıdakilerdir:
• Nomex DuPont (İlk Aramid Lifi 1962) • Fenilon Russian • Apyeil Unitika (Japonya) • Teijin Conex Teijin (Japonya)	• Kevlar (DuPont) • Twaron (Akzo 1969) • Technora (Teijin 1974)

1.2.7 Pamuk/Polyester karışımı kumaşlar için güç tutuşurluk kimyasalları

Pamuk/polyester kumaşları günümüzde yoğun bir şekilde kullanılmaktadır. Bu kumaşların yanıcılık özelliği karşılaşılan en büyük problemlerden biridir. Pamuk polyester karışımı kumaşların yanıcılığı, bu iki lifin hem termal hem de mekanik özellikleri birbirinden oldukça farklı olduğundan özellikle önem arz etmektedir. Pamuk kömürleşerek yanarken polyester yaklaşık 260°C eriyerek belli bir sıcaklıkta akışkan özelliği göstermektedir. Bu iki lif karışımından oluşan kumaşlar aleve maruz kaldığında eriyik haldeki polyester kömürleşmiş pamuk liflerini kaplama eğilimi gösterecektir. Bu iki liften oluşan bir karışım yandığında liflerin tek tek yandığında verdiği tepkilerden bir yoruma varmak mümkün olmayacaktır [27].

Birden fazla lif karışımından oluşan kumaşları güç tutuşur hale getirmek ekstra zorluklar içermektedir, özellikle pamuk ve sentetik lif karışımından oluşan kumaşlar. Sentetik lifler yapı gereği alevle karşılaştıklarında genel olarak eriyerek alevden ulaşmaktadır. Fakat polyester gibi bir sentetik lif pamuk ile karışım olarak kullanıldığında, polyester yanarken alev kaynağından uzaklaşamayacaktır. Bunun yerine kömürleşen pamuğun üzerini kaplayarak yanmanın devamı için gereken yakıt olarak karşımıza çıkacaktır. Pamuk-PES kumaşların bu özelliğine “iskelet etkisi” denilmektedir ve güç tutuşurluğu olumsuz etkilemektedir [27,45].

Hendrix ve arkadaşları oksijen indeksi tekniklerini kullanarak elde ettikleri sonuçlarda pamuk-polyester karışımı kumaşların tek başına 100% Polyester kumaşlardan daha yanıcı olduğunu ortaya koymuştur. Diferansiyel termal analiz (DTA) yöntemi ile polyester, pamuk ve bu iki lif karışımları incelendikten sonra pamuğun karışım kumaşlarda başlangıç yakıtı olduğu ve yanıcılık seviyesini belirleyen lif olduğu sonucuna varmışlardır. Bu sonuca varmanın sebebi pamuğun bozunması için gereken ısıdan olduğu sıcaklıktan daha yüksek sıcaklıkta polyesterin pirolize uğramasıdır. Pamuk 18-19, polyester (20-21) ve 50/50 pamuk polyester (18) LOI değerleriyle de pamuk-polyester karışımı kumaşların yanıcılığının daha yüksek olduğunu görmek mümkündür [3,51].

Miller yaptığı çalışmada pamuk/polyester kumaşlarda piroliz ve yanma esnasında karışımın liflerin tek tek kullanıldığı durumdan daha yüksek yanma hızı ve daha düşük tutuşma zamanı göstermesinin sebebini bu karışımların kimyasal yapısı nedeniyle gösterdiği interaktif davranışlara bağlamış ve yanma esnasında bunun daha fazla yanıcı gaz oluşmasına sebep olduğunu öne sürmüştür. Bir diğer çalışmada ise bu etkileşimin kimyasal yapıdan ziyade fiziksel özelliklerden kaynaklandığı savunulmuştur [52].

Selülozlar için kullanılan birçok kalıcı olmayan bitim işlemleri (ör. amonyum polifosfat, diamonyum fosfat) selülozun daha fazla olduğu karışımlarda kullanılabilmektedir ama polyesterin fazla olduğu karışımlar için bu geçerli değildir, bir miktar brom varlığı gereklidir. Antiblaze FSD (Rhodia), Flovan BU (Ciba) ve Flammentin BL (Thor) amonyum bromit içerdiğinden polyesterin daha fazla olduğu selülozik karışımlarda kalıcı olmayan güç tutuşurluk etki sağlayan tuzlardır.

Selülozik kumaşlarda kullanılan ve Fosfor içeren kalıcı güç tutuşur kimyasallar, selülozun daha yüksek oranda bulunduğu karışımlarda da kullanılabilir. Proban CC (Rohida) gibi THP (Tetrakis (hidroksimetil) Fosfonyum) bazlı sistemler en az 55% oranında pamuk içeren karışımlarda kullanılabilir. Bu kimyasalın üre ile polikondenzasyonu yapıp kumaşa uygulandıktan sonra kumaş amonyak püskürtme haznesinden geçirilerek polimerleşme reaksiyonu yapması sağlanır. Bu sırada kumaş üzerinde oluşan hidrofobik polimerin kalıcılığı yüksek ve yıkamaya karşı da dayanımlı olur. Özellikle askeri kumaşlar için kullanılan Proban sistemi için gerekli olan amonyak haznesi Türkiye’de sadece tek bir firmada mevcuttur. Amonyak püskürtme haznesindeki nem miktarını ayarlamak da reaksiyon için çok önemli bir parametre olup, çok hassastır ve tekrarlanabilirlik almak oldukça zordur. Ayrıca bu işlem yalnızca orta ya da ağır gramajlı (>200g/m) kumaşlar için uygun sonuçlar vermektedir ve özellikle koruyucu giysiler için kullanılmaktadır [53,54].

Bunu takip eden diğer kimyasal grubu Pyrovatex adı altında uzun yıllar güç tutuşur piyasasında olan N-hidroksimetilkarbamol-etil fosfonat kimyasalıdır Polyesterin az bulunduğu karışımlarda termoplastik karakter daha az olduğu için daha az eriyik yüzey oluşacaktır bu yüzden de pamuk yüzdesi yüksek olan karışımlar daha avantajlıdır. %70 ya da daha çok pamuk içeren karışımlarda Pyrovatex CP kullanılabilir. Bu kimyasalla yapılan uygulamalarda kumaşa bağlantı formaldehit içeren çapraz bağlayıcılarla olur. Çalışmamızda Fireoff ile Pyrovatex CP karşılaştırılmış. Pyrovatex CP pamuk için dikey yakma testlerinde olumlu sonuçlar verirken, uygulandığı tüm kumaşlarda yüksek oranda formaldehit içerdiği belirlenmiştir [4].

1.2.8 Güç tutuşur kimyasalların çevresel sağlık üzerindeki etkisi

Güç tutuşur kimyasalların yapı, malzeme, döşeme gibi alanlarda kullanımı yirminci yüzyılın ikinci yarısında oldukça artmıştır. Bu artışla beraber güç tutuşurluk teknolojisinin uygulama alanı genişlemiş beraberinde tutuşma ve tutuşma sonrasında oluşan kimyasallarla ilgili endişeler beraberinde daha sıkı yasaları getirmiştir.

Güç tutuşur kimyasalların toksisite problemleriyle ilgili olarak klorlu ve bromlu dioksinler ve dibenzofuranlar gibi halojenli güç tutuşur kimyasalların yanma sonucunda çevreyi kirletmeleri yasalarla bu malzemelerin kullanılmasının kısıtlanmasını beraberinde getirmiştir (özellikle Avrupa ülkelerinde).

Yangın çıkmasından dolayı ölen ve yaralananlar kadar, yanma sonucu oluşan toksit ürünlerden dolayı çevresel tehlikelerden etkilenenler de mevcuttur. Bu yüzden de yanma sonucu oluşan ürünler büyük bir önem arz etmektedir. Yangınlardan dolayı ortaya çıkan zehir riski için kar/zarar ilişkisi, güç tutuşur kimyasalın kullanımı sonucu önlenen alev/yangın ile kullanılması durumunda ortaya çıkan kirlilik ve zehirlenme arasındaki ilişkiye bağlıdır. Güç tutuşur madde kullanıldığında toksisite kullanılmadığı durumdan daha yüksek ise bu durumda güç tutuşur maddenin kullanımı daha ciddi bir sorun haline gelir.

Güç tutuşurluk sistemleri genelde belirli bir seviyedeki tutuşma ya da alevin yayılmasını önlemek için geliştirilmiştir. Bu yüzden de güç tutuşur madde genelde küçük çaptaki tutuşma kaynaklarına karşı alevlenmenin önlenmesini ya da alevin büyümesini önlemektedir. Her türlü yangın ciddi şekilde zehirli gazların oluşmasına sebep olabileceğinden güç tutuşurluk sistemleri, dizayn edildikleri şekilde koruma sağlayabilecekleri tutuşma kaynaklarına karşı gösterdikleri dirençle bu zehirli gaz oluşumunu engelleyebilmektedirler. Fakat bazı güç tutuşurluk sistemleri, örneğin bazı fosfat sistemlerinde, gaz fazında etkili ürünlerin oluşturarak güç tutuşurluk sağlarlar. Oluşan bu ürünlerin kendisi zehirli olabilir ya da tutuşma sonucu diğer zehirli ürünlerin artmasına neden olabilmektedir.

Yanma esnasında en tehlikeli ürünler organik tahriş ediciler (ör. akrolein, krotanaldehit, formaldehit, fenol, stiren), inorganic tahriş ediciler(ör. hidrojen halidler, azot oksitler, sülfür oksitler ve fosfatlar) ve boğucu gazlar (CO, HCN ve CO₂). Bu iki grup, yangın esnasında organik ve inorganic tahriş ediciler dumanla birlikte solunum sistemi ve gözlerde acıya neden olacağından, kişinin kaçışını zorlaştıracığından önemlidir. Boğucu gazlar ise ölüme direkt sebebiyet verebileceğinden özellikle önemlidir.

İngiltere’de çocuk pijamalarının yanıcılığı konusunda yapılan bir araştırma bir problemi ortaya çıkarmıştır. Yangın istatistiklerinden bol uyku kıyafetleri giyen çocuklarda daha fazla yanma ve ölüm vakası tespit edilmiştir. Bu araştırma sonucu bu tür kıyafetlere güçtutuşurluk işlemlerin yapılması ya da %100 polyester ve naylon gibi yanıcı malzemeler yerine daha az yanıcı liflerin kullanılması konusunda yasal zorunluluk getirilmiştir. Bunun için TRIS güç tutuşturucu sık sık kullanılmıştır. Fakat yapılan araştırmalar sonucu bu maddenin ıslakken giysiden ayrılabilirdiğini göstermiştir. Maddenin kansorejen olduğu tespit edilmiş ve deri tarafından emilerek

çocuklarda potansiyel bir problem oluşturacağı ön görülmüştür. Bu yüzden de bu maddenin kullanımı engellenmiş, bunun yerine alternatif çözümler geliştirilmiştir.

Halojenli güç tutuşur kimyasallar yangın esnasında boğucu gazların, dumanın ve tahriş edicileri arttırdığından potansiyel risk taşımaktadır. Halojenli dioksinlerin ve dibenzofuranların salınımına sebep olduklarından çevreyi kirletme riskleri de mevcuttur. Bu problem halojen-fosfat sistemleri için de geçerlidir. Fosfat sistemlerinin avantajı ise kalıcı çevresel zehirli yanma ürünlerinin oluşumuna sebep olmamakta ve yanma esnasında zehirli ürünlerin ve yangının büyüme hızının azaltılmasını sağlamaktadır [4].

Güç tutuşur kimyasalların kullanımı ve gelişimi üründe maksimum koruma sağlamanın yanında çevresel etkisi de göz önünde bulundurularak ilerlemektedir. Hem Avrupa Birliği(AB) hem de Amerika'da çevresel endişelerden dolayı bazı güç tutuşur maddelerin kullanımı yasaklanmıştır. AB yanma esnasında yüksek derecede toksik ve kansorejen olan bromlu foran ve dioksin oluşabilme potansiyelinden dolayı bromlu difenil güç tutuşurların kullanımını yasaklamıştır. Aynı şekilde Dünya Sağlık Örgütü(WHO) ve Amerika Çevre Koruma Ajansı (EPA) dioksin ve benzeri bileşiklerin maruziyet limitleri ve kullanım riskleriyle ilgili tavsiyelerde bulunmaktadır. Son dönemde yapılan çalışmaların değişen çevre yönetmelikleri ve standartları karşılayacak şekilde güç tutuşur kimyasalların geliştirilmeleri gerekmektedir [55,56].

Kullanılan kimyasalların toksikolojik ve çevresel etkilerinin güvenli olduğunu belirtmek için Oeko-tex gibi çevre etiketleri kullanılmaktadır. Bu şekilde Swiss Oeko-tex etiketiyle sınıflandırılan ürünlerin üretimi esnasında sağlığa zarar vermemesi için itina gösterildiği belirtilmektedir.

Avrupa Birliğinin 2007'de çıkardığı REACH (Registration, Evaluation and Authorisation of Chemicals) mevzuatı da çevre ve insan sağlığını kimyasalların etkisinden korumayı amaçlamaktadır [27].

İngiltere ve Avrupada 1990'da getirilen yasal düzenlemelere (Environmental Protection Act 1990) göre aşağıdaki özelliklerin taşınması gerekmektedir:

*Atık sularda güç tutuşur kimyasalların uzaklaştırılması.

*Atmosfere formaldehit salınımı (20ppm'den az olmalı)

*Uçucu organik bileşiklerin salınımı (50ppm'den az olmalı)

*THP bazlı işlemlerde amonyak kullanımı ve salınımı.

*Yıkama esnasında bağlanamayan güç tutuşur kimyasalların arındırılması [4].

İngiltere'deki istatistikler evlerde kullanılan mobilyalar için getirilen yasal düzenlemelerin yangınları önlemede etkili olduğunu göstermektedir. İngiltere'de mobilyaların döşemelik kumaşları dahil bütün parçalarına BS 5852 standartına uygun olarak sigara ve kibrit aleviyle yanma testleri ve kullanılan poliüretan köpüğe de aynı standarta göre test edilme zorunluluğu getirilmiştir [57].

1.2.9 Yanma testleri.

Polimerlerin yanıcılığı genel olarak tutuşabilirlik, alevin yayılması ve ortaya çıkan ısı miktarına bağlı olarak değerlendirilmektedir. Polimerik maddenin kullanılacağı alana bağlı olarak bu kriterlerden bir ya da birkaçı uygun yanma testine göre değerlendirilmelidir.

1.2.9.1 Sınırlayıcı oksijen indeksi (LOI)

Atmosfer %21 oranında oksijen içermektedir. Diğer gazlar (azot, CO₂, su vb.) yanmayı desteklemezler. Yapılan deneysel çalışmalarda oksijen/azot arasındaki oranın artması sonucu malzemenin yanıcılığının arttığını göstermiştir. Uluslar arası alanda sıklıkla kullanılan bir test yöntemi LOI (limiting oxygen index) testidir LOI değeri bir malzemenin yanmaya devam etmesi için atmosferde olması gereken minimum oksijen konsantrasyonunu göstermektedir. Bu değer düşük olması malzemenin kolay tutuşabildiğini ifade etmektedir. Çizelge 1.6'da LOI değerlerine göre güç tutuşturucuların sınıflandırılması görülmektedir.

Bu yöntem birçok ulusal ve uluslar arası standart kullanılmaktadır (Örneğin; ASTM D2863 ve ISO 4589). LOI değeri test edilen numunenin kendi kendine sönmeye için sınırlayıcı oksijen konsantrasyonunu vermektedir. LOI testi gerçek bir yangın senaryosunu vermemesine rağmen sınıflandırma yerine sayısal bir değer verdiğinden uygun değerlendirme vermektedir.

Çizelge 1.4: LOI değerlerine göre güç tutuşturucularının sınıflandırılması.

LOI Değeri	Sınıfı
<%24	Yanabilir, alev alabilir
%24-28	Sınırlı güç tutuşturucu
%29-34	Güç tutuşturucu
>%34	Ekstra güç tutuşturucu

1.2.9.2 Termogravimetrik analiz (TGA)

Polimerlerin termal özelliklerini belirlemek için TGA sıklıkla kullanılmaktadır. TGA hava ya da azot ile polimerik malzeme termal bozunmaya uğrarken malzemenin davranışını ve oluşan kül miktarını belirlemektedir. Kül miktarı dolaylı olarak güç tutuşurluğun belirlenmesinde işe yaramaktadır. Kül oluşumu daha iyi bir bariyer görevi görerek yanmayan polimere oksijen ve ısının ulaşmasını engellemektedir.

1.2.9.3 Konik kalorimetre

Konik kalorimetre testi akademik çevreler tarafından yoğun olarak kullanılan bir diğer test yöntemi olarak standartlarda kullanılmaktadır (Örneğin; ISO 5660-1, ASTM E-1354). Malzemenin yanması sırasında harcanan oksijen miktarına bağlı olarak ortaya çıkacak ısı hesaplanmaktadır. Malzemenin yanma esnasında vereceği zarar kolay tutuşabilme ve ortaya çıkardığı ısı miktarına gibi birçok özelliğe bağlıdır. Alevin yayılma şekli ve ortaya çıkan zehirli duman miktarı yangının vereceği zarar için önemlidir. Ortaya çıkan ısı miktarı yangının yayılma hızında etkili olmaktadır.

Bununla birlikte cihaza eklenecek aparatlarla tutuşma süresi, yanama esnasında numunenin kütle kaybı, duman oluşturma oranı, karbon monoksit, karbon dioksit ve HCl & HBr gibi aşındırıcı gazların oluşumu ölçülebilir [28].

1.2.9.4 Yanma testleri

Alev yayılma testlerinde çoğunlukla yatay, 45°C eğik ve dikey yakma testleri uygulanmaktadır. Yatay, 45°C ya da dikey olarak yerleştirilen numuneler standart bek alevine belli bir süre maruz bırakılmakta ve alev uzaklaştırılmaktadır. Test sonucunda alevli yanma süresi, için için yanma süresi, belirli bir uzunluğa kadar

yanması için geçen süre, yanma boyu gibi parameterler hesaplanmaktadır. Bunlardan dikey yakma testinde alev yayıma hızı en fazladır [58].

Yanma testleri birçok ürünün yanma riskini değerlendirmek için oluşturulmuştur. Bu testler yanma riskinin hem insan hem de ürüne etkisini belirlemeye yardımcı olmaktadır. Çizelge 1.7’de sıklıkla kullanılan bazı test standartları mevcuttur [19].

Çizelge 1.5: Avrupa’da kullanılan bazı yanma testi standartları.

Ülke	Standart	Test	Kullanım Yeri
Avrupa Normu	EN1021 part 1 ve 2	Sigara ve kibrit	Düşük tehlikeli topluma açık yerler
İngiltere	BS 5852 part 1	Sigara ve kibrit	Perde/Döşemelik
İngiltere	BS 5852 part 2	Crib 5	Ev içi kullanım
İtalya	CSE RF1/75/A&3/77	Clase 1	Topluma açık yerlerde perde/döşemelik
Almanya	DIN 4102 part 1	B1	Topluma açık yerlerde perde/döşemelik
Fransa	NFP 92-503	M1	Topluma açık yerlerde perde/döşemelik
İspanya ve Portekiz	NFP 92-503	M1	Topluma açık yerlerde perde/döşemelik

Bunların yanında ASTM D 1230-94 dikey yakma testi çoğunlukla kullanılan bir test metodudur. Plastikler için kullanılan UL-94 testine eşdeğerdir. Bu test standardında tutuşma sürelerine bağlı olarak kumaşlar 3 sınıfa ayrılmaktadır. Bunlar:

Sınıf 1 (normal tutuşurluk): yanma süresi 7s’den yüksek ya da yanma süresine bağlı olmaksızın esas bir yanmanın olmayıp yüzeyde parlamanın olması.

Sınıf 2 (orta tutuşurluk): yanma süresi 4-7s arasında olan kumaşlar.

Sınıf 3(yoğun ve hızlı şekilde yüksek yanıcılık): yanma süresi 4s’nin altında olan kumaşlar [1].

2. DENEYSEL

2.1 Malzeme

2.1.1 Kullanılan tekstil malzemeleri

Pamuk/Polyester karışımı kumaşlarda tek adımda güç tutuşurluk sağlamak üzere geliştirilmeye çalıştığımız P-N apresini uygulamak üzere deneylerde 100% Pamuk (170-280g/m²), % 50/50 Pamuk/Polyester (190g/m²) ve 100% Polyester (235g/m²) bez ayağı dokuma kumaşlar seçilmiştir. Söz konusu kumaşlar Zorlu Mensucat A.Ş.'den temin edilmiştir. Sentezlenen güç tutuşur apresi (Fireoff) kumaşlara emdirme yöntemiyle Eksoy Firmasının Ar-ge Laboratuvarında uygulanmıştır. Apre uygulaması için ATAÇ Elektrik ve Mak. San. Tic firmasının labartuar tipi fulard makinası kullanılmıştır. Kurutma işlemi “Test Labaratuar Cihazları” markalı kurutma makinasında gerçekleştirilmiş, termofiksaj işlemi için Prowhite marka fiksaj makinası kullanılmıştır.

Güç tutuşurluk testleri ISO 6940 ve 6941 Dikey Yanma Testi standartlarına göre James H. Heal& Co Ltd. firmasının Rhoburn makinası kullanılarak Ekoteks Laboratuvarında yapılmıştır. Çizelge 2.1’de kullanılan kumaşların özellikleri görülmektedir.

Çizelge 2.1: Kumaş özellikleri.

No	Lif Cinsi	Örgü yapısı	Gramaj, g/m ²	Çözümlü sıklığı- Atkı sıklığı
1	%100 Pamuk	Bezayağı	170	32-26
2	%50-50 PES-CO	Bezayağı	190	30-26
3	%100 Polyester	Bezayağı	235	20-19
4	%100 Pamuk	Bezayağı	280	18-15

2.1.2 Kimyasal malzemeler

Deneylerde proje kapsamında geliştirilen Fireoff apresi, Pyrovatex CP ve yıkama sonrası aprenin kalıcılığını belirlemek için yapılan yıkamalarda standart ev tipi deterjan kullanılmıştır.

Ticari olarak Pamuk/Polyester kumaşlar (%20'ye kadar Polyester) için güç tutuşurluğu temin ettiği bilinen Pyrovatex CP, geliştirilen apreyle karşılaştırılmak üzere tavsiye edilen reçetelere uygun olarak kullanılmıştır. Pyrovatex CP asidik bir katalizör varlığında pamukla reaksiyona girmektedir. Bu aprede trimetilolmelamin(TMM) gibi çapraz bağlayıcılar kullanılarak güç tutuşurluk verimliliği ve terbiye işleminin kalıcılığı yükseltilebilmektedir. TMM işlem gören kumaşın tuşesini çok fazla etkilememekle birlikte yırtılma mukavemetini %30'a kadar azaltmaktadır. Fakat TMM'in vücutla temas eden ürünler için güvenilirliği kanıtlanmamıştır. Ayrıca Pyrovatex CP yüksek oranda, kansorejen olarak bilinen formaldehit içermektedir [36].

*Çalışmamızda fosfor:azot grupları sinerjisi içeren yeni yaklaşımli bir güç tutuşur kimyasalı (Fireoff), polyvinil alkol (PVA), hidrofil polyester reçinesi (PR), fosforik asit ve disiandiamid (DCDA) kullanılarak sentezlenmiştir. Bu ürünün pamuk, polyester ve karışımlarında kullanılabileceği ve dayanıklı güç tutuşma özelliği kazandırabileceği hipotezi ile çalışmalar başlatılmıştır.

2.2 Yöntem

2.2.1 Fireoff'un geliştirilmesi

Çalışmamızda, yüksek verimli yeni bir Fosfor-Azot Polimerini üretmek amacıyla; esterleşme ve polimerizasyon adımlarından oluşan iki adımlı kimyasal reaksiyonunun alınabilecek en yüksek verim ile gerçekleştirilmesi planlanmıştır. Bu reaksiyon Şekil 2.1'de gösterilmiştir.

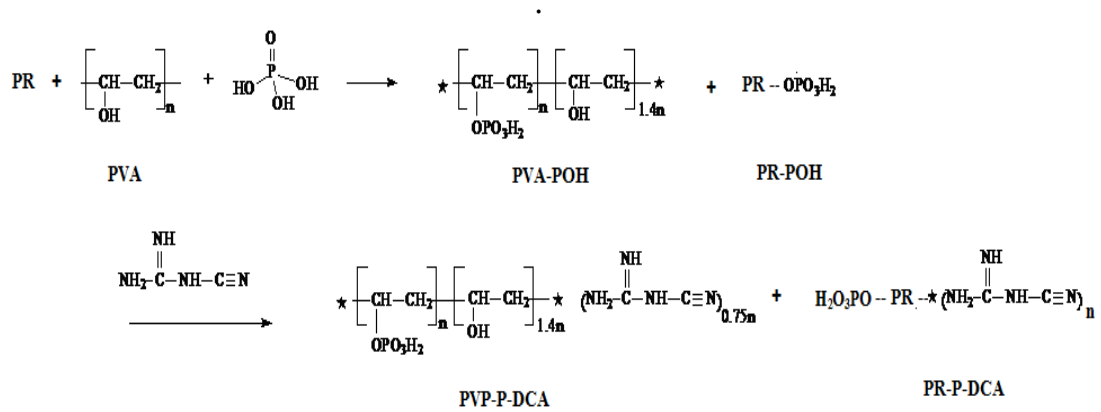
Esterleşme Reaksiyonu Polivinil Alkol (PVA) ve de ortofosforik asit (H_3PO_4) arasında gerçekleşmiştir. PVA hidrojjellerinin fosforik asit ile bir araya geldikten sonraki yapısı, reaksiyona girmeden önce Atomic Force Microscope (AFM) ile taranmış; yapının homojenliği gözlemlendikten sonra esterleşme reaksiyonu başlatılmıştır.

Aynı esterleşme reaksiyonu farklı moleküler ağırlıktaki PVA'lar ile yürütülmüş (10000g/mol ; 50000 g/mol; 100000 g/mol) ve hangisindeki reaksiyon kabiliyeti yüksekse (Degree of Substitution) ona göre seçim yapılmıştır. InfraRed Spektroskopisi (IR) ile esterleşme reaksiyonunun tamamlandığından emin olunmuştur.

Seçilen PVA ile Hidroksil fonksiyonelli suda çözünen Polyester Reçinesi (PR) farklı mol oranlarında karıştırılarak, esterleşme reaksiyonuna birlikte girmeleri sağlanmış; çıkan esterlerin son ürünlerdeki kumaş üzerinde olan performans ölçümleri yapılarak en iyi mol oranında karar kılınmıştır.

Polimerleşme Reaksiyonunun tamamlanması için PVA-POH ile PR-POH ; Disiyandiamid (DCA) ile reaksiyona girdirilerek uygun fosfor:azot (P:N) sinerjisindeki polimerin üretimi tamamlanmıştır.

2.2.1.1 Polimerizasyon reaksiyonu



Şekil 2.1: PVP(PR)-P-DCA (Fireoff)'in sentezlenme reaksiyonu.

Çalışmamızda sentez şartları standardize edilmeye çalışılmış, PVA(PR)-POH sentezi sırasında farklı spesifikasyonlarda PVA ile denemeler yapılmıştır. 1788 ve 1799 PVA ile reaksiyonlar tekrar edilmiş, alkoliz derecesi arttıkça(1799) reaksiyon veriminin arttığı gözlenmiştir. Bu sebeple 1799 ile çalışmalara devam edilmiştir.

Reaksiyon; düşük, orta ve yüksek karıştırma hızlarında denenmiştir. Viskositenin yüksek olması nedeniyle orta hızda yapılan çalışmaların daha etkin olduğu gözlemlenmiştir.

Reaksiyon için optimum pH aralığı 3-4 olarak belirlenmiştir.

Reaksiyon süresi ile ilgili yapılan çalışmalarda;

-PVA'nin su ile şişme süresi, 60dk

- Hazırlanan hidrojele ortofosforik asit'i ekleme süresi 30dk, reaksiyon süresi ise 3 saat olarak tespit edilmiştir.

Reaksiyon sonucu oluşan ürün, çöktürüldükten sonra, ortamdaki etanolün tamamen uzaklaşma süresi 60°C, 8 saat olarak tayin edilmiştir.

PVP(PR)-P-DCA sentezi sırasında yapılan çalışmalarda;

Ürünün su içerisindeki homojen çözünme süresi 30dk, DCA ile reaksiyon süresi ise 100°C'de 2 saat olarak optimize edilmiştir. Oluşan ürün etanolde çöktürüldükten sonra, ortamda kalan etanolün 8 saatte üründen uzaklaştığı tespit edilmiştir.

PVA-POH+ PR-POH (PVA(PR)-POH) Sentezi:

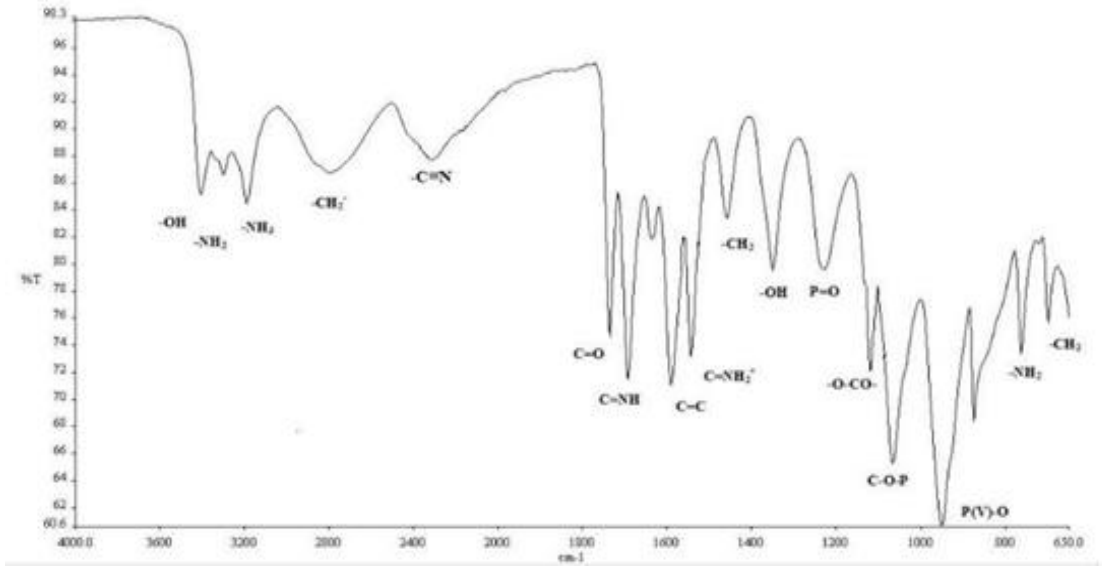
500ml'lik üç uçlu balon içersine 25g PVA 1799 ve 5g hidroksil uçlu polyester reçinesi tartılmış ve üzerine 120ml destile su eklenmiştir. Manyetik karıştırıcı ve termometre yerleştirilip, balon geri soğutucuya takılarak karışım 60dk boyunca karıştırılmıştır. Karışımın homojen hale gelmiştir. Hazırlanan çözeltiye, 55ml(%85) ortofosforik asit, karıştırıcı etkin haldeyken, 30dk içerisinde damla damla eklenmiş ve ekleme tamamlandıktan sonra 1,2g üre katalizör olarak eklenmiştir. Sıcaklık kademeli olarak 100C'ye yükseltilip reaksiyon 100C'de 3 saat devam etmiştir. Karışım 250ml etanol içerisinde yavaş yavaş çöktürülüp ve filtre edilmiştir. Aynı işlem üç kez tekrarlanmış ve oluşan beyaz ürün 60C'de 8 saat kurutulmuştur. Verim: %83

PVP-P-DCA PR-P-DCA (PVP(PR)-P-DCA) Sentezi:

35g PVA(PR)-POH üç uçlu balona tartılmış ve üzerine 45g destile su eklenmiştir. Manyetik karıştırıcı ve termometre yerleştirilip, balon geri soğutucuya takılarak 30 dk boyunca karıştırılmıştır. Karışım için homojen bir görüntü elde edilmiştir. Sıcaklık kademeli olarak 70C'ye yükseltilmiş ve çözelti şeffaflaştırmıştır. 13 g DCA karışıma eklenmiş ve 100C'de 2 saat reaksiyon devam etmiştir. Oluşan beyaz çözelti soğuduktan sonra 100ml etanolde çöktürülüp ve filtre edilmiştir. Aynı işlem üç kez tekrarlanmış ve filtre edilen ürün 60C'de 8 saat kurutulmuştur. Verim: %80.

Reaksiyon; belirlenen spesifikasyonlar ile optimum pH, süre, sıcaklık ve karıştırma koşullarında çok kez tekrarlanmıştır. Yapılan karakterizasyonlar ile ürün

tekrarlanabilirliğinin sağlandığı tespit edilmiştir. Şekil 2.2’de PVP(PR)-P-DCA’nın FTIR analizi görülmektedir.



Şekil 2.2: PVP(PR)-P-DCA(Fireoff)’nın FTIR analizi.

2.2.2 Fireoff uygulaması

Çizelge 2.2: Fireoff’un uygun konsantrasyon ve termofiksajı için ilk reçeteler.

Reçete No	Bitim İşleminde Kullanılan Fireoff Konsantrasyonu	Kurutma Sıcaklığı-Süresi	Termofiksaj Sıcaklığı-Süresi	Pick-Up (%)
1	200 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 2dk	%95
2	300 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 2dk	%95
3	350 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 2dk	%95
4	400 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 2dk	%95
5	200 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 3dk	%95
6	300 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 3dk	%95
7	350 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 3dk	%95
8	400 (g/L)	100°C, 3dk	180°C, 3dk	%95
9	200 (g/L)	100°C, 3dk	190°C, 2dk	%95
10	300 (g/L)	100°C, 3dk	190°C, 2dk	%95
11	350 (g/L)	100°C, 3dk	190°C, 2dk	%95
12	400 (g/L)	100°C, 3dk	190°C, 2dk	%95

Uygun konsantrasyon miktarının bulunması için Çizelge 2.2’da gösterildiği gibi ilk denemelerde 200, 300 ve 350 g/L konsantrasyonlarında Fireoff çözeltileri hazırlanmış ve emdirme yöntemiyle malzemelerde belirtilen 1 (%100 Pamuk) ve 2 (%50/50 Pamuk/Polyester) kumaşlara uygulanmıştır. 100°C’da 3dk kurutma ve sonrasında uygun termofiksaj sıcaklığı ve süresi için ayrı ayrı 180°C’da 2dk, 180°C’da 3dk ve 190°C’da 2dk termofiksaj işlemi uygulanmıştır.

Her bir reçete grubu için 6’şar numune Dikey Yanma Testi (ISO 6940)’ne göre test edilmiştir. Elde edilen bulgular çerçevesinde uygun termofiksaj sıcaklığı ve süresi 180°C-3dk olarak belirlenmiştir. Belirlenen termofiksaj şartları için optimum konsantrasyonun belirlenmesi ve piyasada pamuk ve pamuk/polyester kumaşlarda kullanılan Pyrovatex CP ile karşılaştırma için yeni reçete denemeleri hazırlanmıştır.

Çizelge 2.3: Fireoff ve Pyrovatex CP için uygulanan reçeteler.

Reçete No	Bitim İşleminde Kullanılan Kimyasallar	Kurutma Sıcaklığı-Süresi	Termofiksaj Sıcaklığı-Süresi	Pick-Up (%)
13	280g/L Pyrovatex CP 40g/L DMDHEU 18g/L Fosforik asit	100°C, 3dk	170°C,1dk	85%
14	350g/L Pyrovatex CP 60g/L DMDHEU 22g/L Fosforik asit	100°C, 3dk	170°C,1dk	85%
15	300g/L Fireoff	100°C, 3dk	180°C, 3dk	85%
16	350g/L Fireoff	100°C, 3dk	180°C, 3dk	85%
17	400g/L Fireoff	100°C, 3dk	180°C, 3dk	85%
18	450g/L Fireoff	100°C, 3dk	180°C, 3dk	85%

Malzemelerde verilen 1, 2 ve 3. nolu kumaşlara ayrı ayrı 300, 350, 400 ve 450g/L konsantrasyonlarında hazırlanan çözeltilere emdirme yöntemiyle uygulanmıştır. 100°C’de 3dk kurutma ve sonrasında 180°C’da 3dk termofiksaj işlemi uygulanmıştır.

Pyrovatex CP tavsiye edilen reçetelerde % 100 Pamuk ve %50/50 Pamuk/Polyester kumaşlara uygulanmıştır. Hem Fireoff hem de Pyrovatex CP için kullanılan reçeteler Çizelge 2.3’de gösterilmiştir.

2.2.3 Dikey yanma testleri

ISO 6940 standartında belirtildiği gibi kumaşlar 20x16cm ebatlarında kesilerek her konsantrasyon ve kumaş çeşidi için ilk denemelerde 6’sar, sonraki denemelerde 12’ser numune hazırlanmıştır. Kumaşlar test öncesi 20°C sıcaklık ve %65 bağıl nemli ortamda 1 gün bekletilerek kondisyonu sağlanmış ve test öncesinde numuneler tartılarak yanma test cihazında kumaşlar uygun çerçevelere yerleştirilerek tutuşma testine tabi tutulmuştur. Alev yüksekliği 40mm olarak ayarlanmıştır.

İlk denemelerde uygun termofiksaj sıcaklığı ve süresinin belirlenebilmesi her bir reçete grubuna (Reçete 1-12), 5s alev uygulanmış, alev kaynağının uzaklaştırılmasından sonra tutuşma gözlenmediyse bir sonraki numunede alev tatbik süresi 1s arttırılarak yanma davranışı gözlemlenmiştir.

İkinci denemelerde (Reçete 13-18) 40mm uzunluğundaki alev 5, 10, 15 ve 20s’lerde tatbik edilmiştir. Kumaşların alev kaynağı uzaklaştıktan sonra yanmaya devap edip edmediği incelenmiştir. Standarda göre 20s alev tatbik edildikten sonra tutuşmayarak yanmaya devam etmeyen kumaşlar güç tutuşur kabul edilmektedir. Kumaşların kütle kaybı aşağıdaki formüle göre hesaplanmış ve grafikler oluşturulmuştur.

$$\text{Kütle Kaybı (\%)} = \frac{W_o - W_s}{W_o} \times 100 \quad (2.1)$$

W_o: Numunenin ilk kütlesi(g)

W_s: Numunenin yanma sonrası kütlesi (g)



Şekil 2.2: Dikey yanma testi sonrasında yanan bölge uzunluğunun ölçümü.

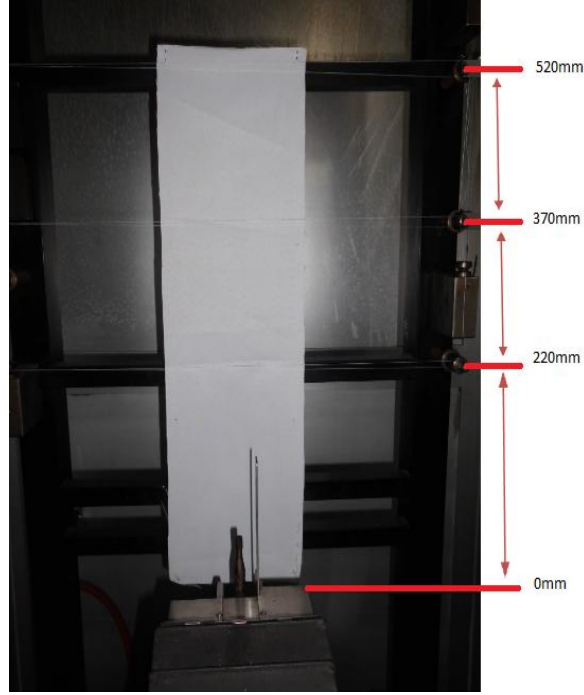
Test edilen numunelerinin yanan bölge uzunlukları Şekil 2.2’de gibi ölçülmüş ve yanma hızları hesaplanmıştır. Yanma hızı için aşağıdaki formül kullanılmış ve buna göre grafikler elde edilmiştir.

$$\text{Yanma Hızı (cm/sn)} = \frac{\text{Yanan bölge uzunluğu}}{\text{Alev tatbik süresi} + \text{Alevli yanma süresi}} \quad (2.2)$$

*Alev uzaklaştırıldıktan sonra yanma olayı gerçekleşmediğinde, Alevli Yanma Süresi “0” olarak alınmıştır.

Güç tutuşur apre ile işlem görmemiş kumaşlar ISO 6941 standartına göre dikey yanma testine tabi tutulmuştur. Test standartına uygun olarak kumaşlar test öncesinde 20°C sıcaklık ve %65 bağıl nemli ortamda 1 gün bekletilerek kondisyonu sağlanmıştır. %100 Pamuk, %50/50 Pamuk/Polyester ve %100 Polyester kumaşlar 56cmx17cm ebatlarında 3'er en ve 3'er boy numuneler hazırlanmıştır. Şekil 10’da gösterildiği gibi kumaşlar yerleştirildikten sonra 220mm, 370mm ve 520mm mesafelerindeki işaret iplikleri ile deneysel yanma mesafeleri belirlenmiştir.

İşaret ipliği olarak 50tex merserize pamuk ipliği kullanılmıştır. 10s alev tatbik edildikten sonra işaret ipliklerinin kopma süreleri kaydedilmiştir. Polyester kumaşları yanarken alevden uzaklaşma eğilimi gösterdiği için, 10s alev uygulandıktan sonra yanmanın devam etmediği durumlarda bu süre 20-25 sn’lerde uygulanarak işaret ipliklerinin kopma süreleri aynı şekilde kaydedilmiş ve tablolar oluşturulmuştur.



Şekil 2.3: ISO 6941 Dikey yanma testi için numunelerin yerleşimi.

2.2.4 Formaldehit tespiti

Formaldehit Dünya Sağlık Örgütü(WHO) tarafından Kansorejen madde olarak sınıflandırılmıştır. Oeko-Tex Standard 100'e göre bebek kıyafetlerinde 20ppm, vucüda temas eden tekstillerde ise 75ppm üzerinde formaldehit salınımı olmamalıdır. Bundan dolayı formaldehit içermeyen güç tutuşur bir kimyasalın kullanılması standartları yakalamak açısından önem taşımaktadır[59].

Formaldehit tayini testi ISO-14184-1 standartına göre hem Fireoff hem de Pyrovatex applike edilmiş kumaşlara uygulanmıştır. Kumaşlar 1g tartılarak 100ml distile su içinde 40°C'lık su banyosunda 60dk. ağzı kapalı olarak bekletilmiştir. Bu sürenin sonunda 2 grup numune hazırlanmıştır;

1. Grup: Kumaşın bulunduğu kaptaki 5ml çözelti(distile su) cam elyafının bulunduğu enjektörden süzülerek başka bir kaba konulmuştur. 5ml'lik çözeltiye, 150gr/lt amonyum asetat, 3gr/ltasetik asit ve 2gr/lt asetil asetol içeren çözeltiden 5ml eklenerek 10ml'lik bir çözelti hazırlandı ve 40°C'lık banyoda 30dk bekletilmiştir.
2. Grup: Kumaşın bulunduğu kaptaki 5ml çözelti(distile su) cam elyafının bulunduğu enjektörden süzülerek başka bir kaba konulmuştur. Üzerine 5ml

distile su eklenerek 10ml'lik bir çözelti hazırlandı ve 40°C'lık banyoda 30dk bekletilmiştir.

Bu sürenin sonunda 1.grup çözeltiden 5ml alınarak spektrometer'de absorbands ölçümü yapılmıştır (Abs1). Aynı şekilde 2. grup çözeltiden 5ml alınarak sepektrometrede ölçümü yapılmıştır (Abs2).

Aşağıdaki formüle göre Formaldehit konsantrasyonu hesaplanmıştır.

$$\text{Formaldehit} = K \times \frac{\text{Abs1}}{\text{Abs2}} \times 100 \quad (2.3)$$

K: Spektrometrenin kalibrasyonu esnasında elde edilen sabit

2.2.5 Fireoff'un beyazlık indeksine etkisi

Belirtilen reçetelerde hazırlanmış numunelere beyazlık indeks değerleri Datacolor Spektrofotometrede incelenmiştir. Whiteness Index (Beyazlık İndeksi) CIE Lab'a göre değerlendirilmiştir.

2.2.6 Yıkama dayanımı

Standart ev tipi yıkamaya karşı geliştirilen aprenin dayanımının tespit edilmesi için ISO 6330 standartına uygun olarak 350 ve 400g/L konsantrasyonlarında aprenlenmiş kumaşlar yıkanmıştır. Apreli kumaşlar 5'er kez yıkanmış ve her yıkama için 20g ev tipi deterjan kullanılmıştır. Numuneler 40° C'da standarta uygun olarak 50 dk. yıkanmıştır. Yıkama sonrasında makinede kumaşlar pamuk-polyester programına uygun olarak kurutulmuştur. Yıkanmış kumaşlar Dikey Yanma Standartına(ISO 6940) uygun olarak teste tabi tutulmuş ve aprenin kalıcılığı değerlendirilmiştir. Daha sonra alınan sonuçlar doğrultusunda 10 ve 20 yıkama denemeleri yapıldıktan sonra aprenin güç tutuşur özelliği tekrar test edilmiştir.

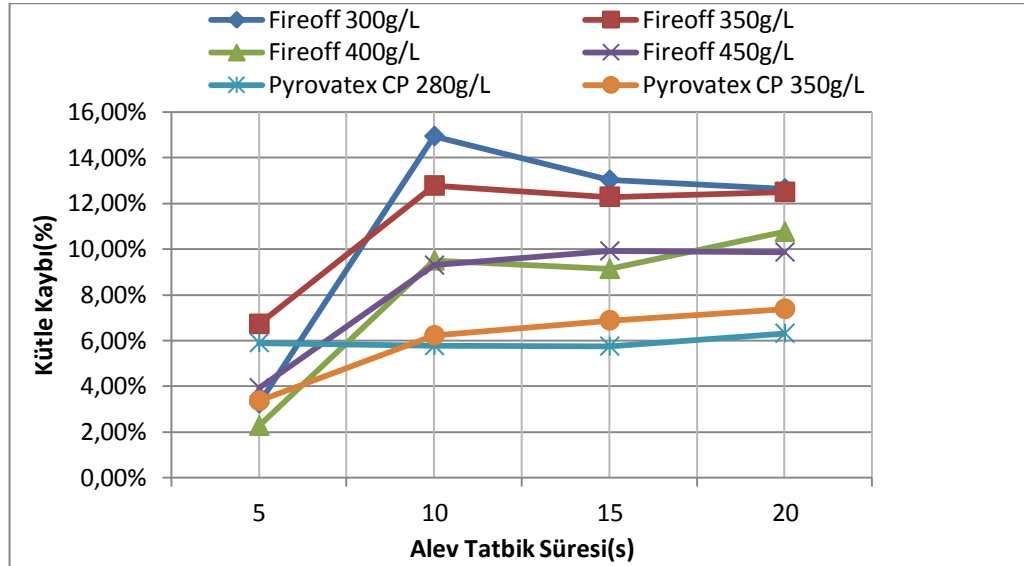
3. DENEYSEL SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME

3.1 Dikey Yanma Testleri Sonuçları

3.1.1 Apreli kumaşların dikey yanma testi sonuçları

İlk denemelerde uygun termofiksaj sıcaklığı ve süresinin belirlenebilmesi her bir reçete grubuna (Reçete 1-12) uygulanan dikey yanma testleri sonrasında Ek A'da belirtilen sonuçlar elde edilmiş ve termofiksaj sıcaklığı ve süresi 180 °C ve 3dk olarak belirlenmiştir.

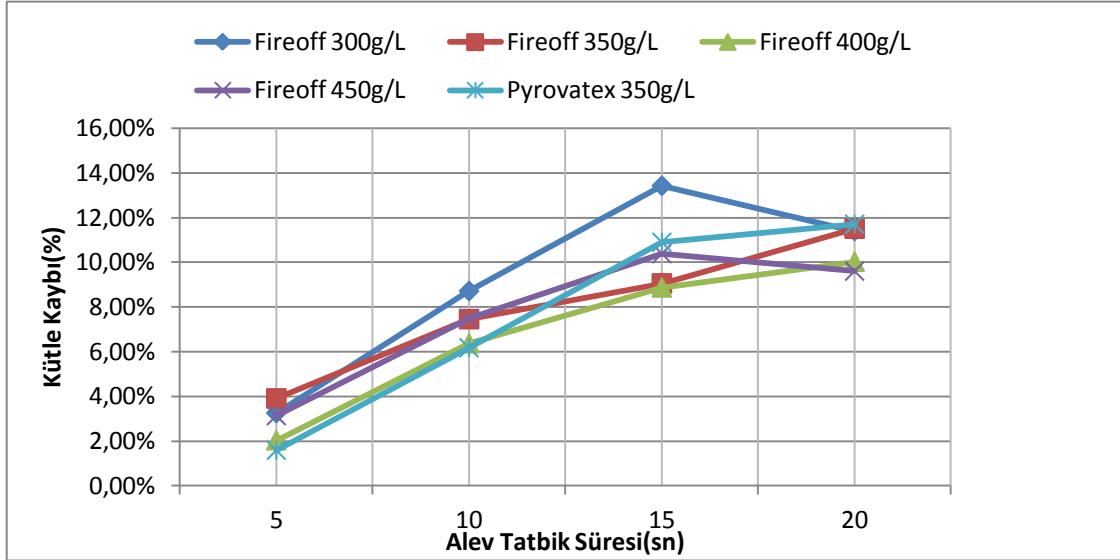
Çalışmamızda 300, 350, 400 ve 450g/L konsantrasyonlarında hazırlanan reçetelerle apre işlemi görmüş bütün numunelerde 20s alev tatbikinden ve alev kaynağının uzaklaştırılmasından sonra yanma gözlemlenmemiştir. Yanma sonrası kumaşlar tartılmış ve yanma sonrası kütle kayıpları yukarıda belirtilen formüle göre hesaplanmıştır. Şekil 3.1'de Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %100 Pamuk (170gr/m²) kumaşlarda yanma sonrası oluşan kütle kayıplarının karşılaştırılması görülmektedir. Grafikler incelendiğinde Pyrovatex CP ve Fireoff ile işlem görmüş kumaşlardaki kütle kayıplarının birbirine yakın olduğu görülmektedir.



Şekil 3.1: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %100 Pamuk (170gr/m²) kumaşlarda yanma sonrası kütle kayıplarının karşılaştırılması.

Şekil 3.2'de görüldüğü gibi Fireoff her dört konsantrasyonda da %50/50 Pamuk/Polyester kumaşların güç tutuşurluğunda etkili olmuştur. Pyrovatex CP 280g/L (Reçete 13) uygulaması sonunda güç tutuşurluk elde edilemediği için 350g/L

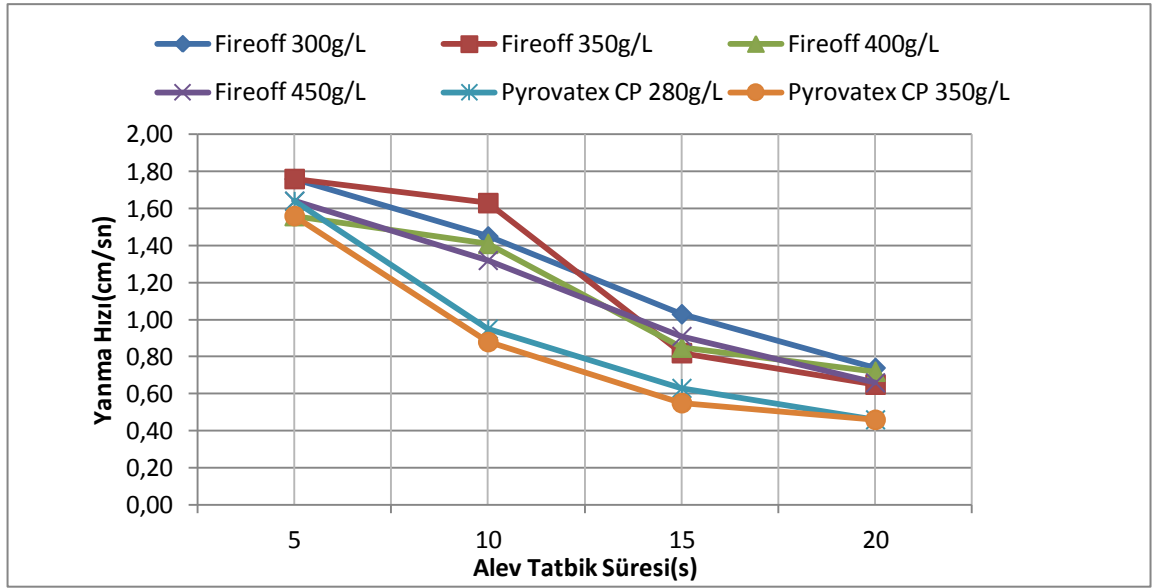
(Reçete 14) uygulamasında elde edilen veriler kullanılmıştır. Şekil 3.2 değerlendirildiğinde geliştirilen Fireoff apresi, ticari mevcut Pyrovatex CP benzer güç tutuşurluk etkisi ve malzemede yanma davranışı göstermiştir. Güç tutuşur hale getirilmiş pamuk/polyester kumaşın yanma sırasındaki kütle kayıpları, alev tatbikinin ilk 5 saniyesinden son 20 saniyesine kadar her iki apre için benzer davranış göstermiştir.



Şekil 3.2: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %50/50 Pamuk/Polyester karışım kumaşların yanma sonrası kütle kayıplarının karşılaştırılması.

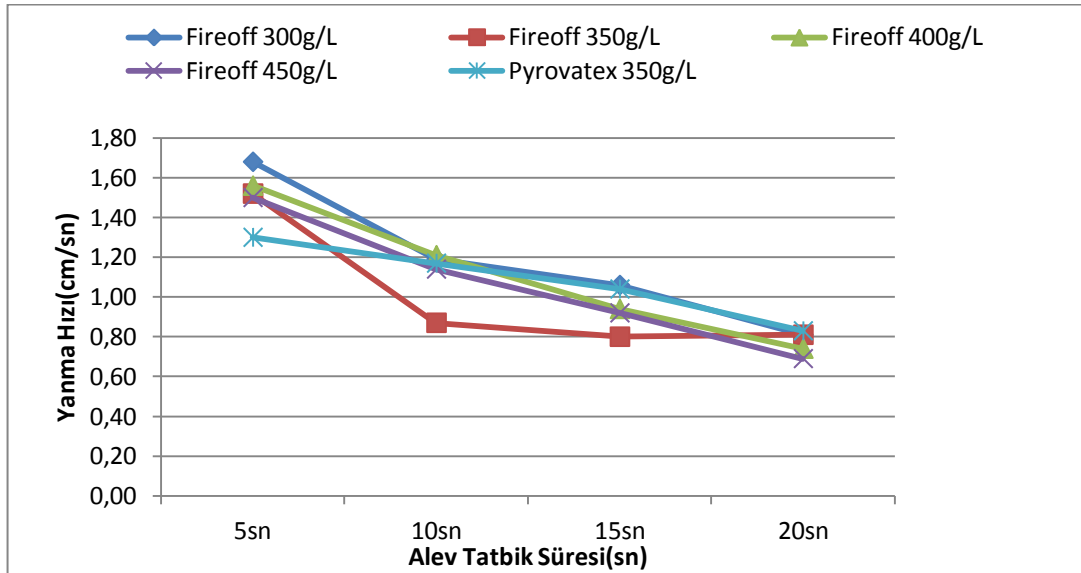
%100 Polyester kumaşların güç tutuşurluk işlemlerinde Pyrovatex CP uygulaması önerilmediği için bu kumaşlara sadece projede geliştirdiğimiz Fireoff apresi yukarıda belirtilen reçeteler ile uygulanmıştır. Dikey yanma testi sonuçları değerlendirildiğinde her dört konsantrasyon için de kumaşlarda önemli bir kütle kaybı gözlenmemiştir.

Şekil 3.3’de Fireoff ve Pyrovatex CP uygulanmış %100 Pamuk kumaşların yanma hızları karşılaştırmıştır. Geliştirilen Fireoff apresi ve Pyrovatex CP apresi yanmayı bastırarak kül oluşumunu arttıran bir eğilim gösterdikleri için artan alev tatbik süresine rağmen yanan bölge uzunluğu değişmediği için yanma hızları 20sn alev tatbiki sonunda sıfıra oldukça yaklaşmıştır.



Şekil 3.3: Fireoff veya Pyrovatex CP apresi uygulanmış %100 Pamuk (170gr/m²) kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması.

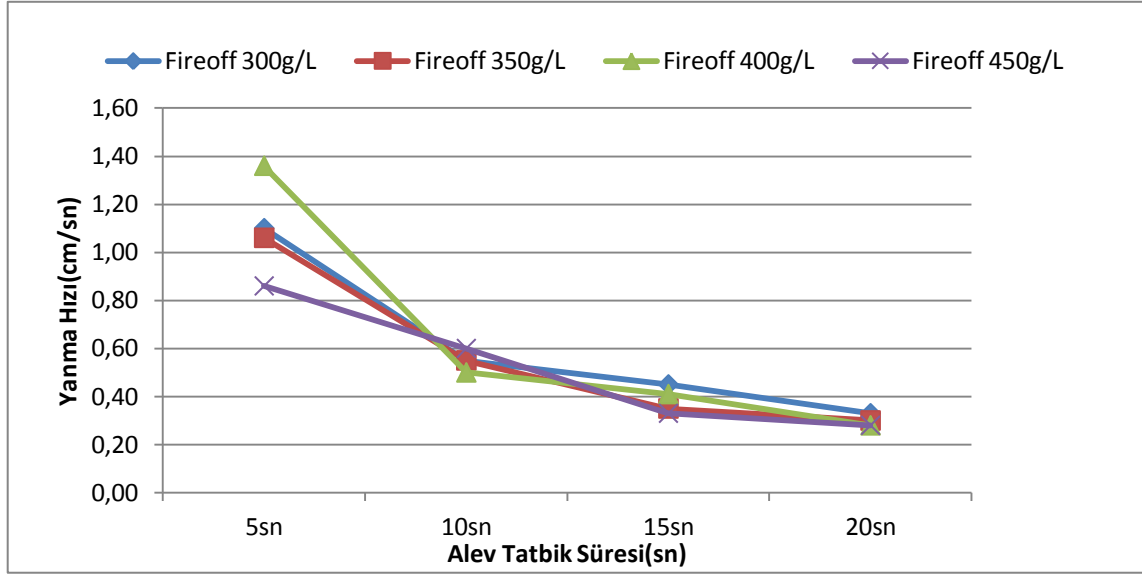
Şekil 3.4’de dört farklı konsantrasyonda Fireoff ve 280g/L konsantrasyonda güç tutuşurluk sağlanamadığı için tek konsantrasyonda (350g/L) Pyrovatex CP uygulanan kumaşların yanma hızları görülmektedir. Şekil incelendiğinde geliştirilen Fireoff her konsantrasyon ve Pyrovatex CP (350g/L) için benzer yanma hızları elde edilmiştir.



Şekil 3.4: Apreli %50/50 Pamuk/Polyester karışım kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması.

Şekil 3.5’de %100 polyester kumaşlara dört farklı konsantrasyonda uygulanan Fireoff apresinin yanma hızları karşılaştırılmıştır. Pyrovatex CP %100 polyester

kumaşlar için tavsiye edilmediğinden test edilmemiştir. Şekil incelendiğinden Fireoff için her dört konsantrasyonda benzer eğilim göstererek yanma hızını düşürmektedir.



Şekil 3.5: Apreli %100 Polyester kumaşların yanma hızlarının karşılaştırılması.

3.1.2 Apre işlemi görmemiş kumaşların yanma testi sonuçları

ISO 6941 standartında göre yanma davranışı incelenen pamuk, polyester ve pamuk/polyester kumaşlarının yanma test sonuçları için tablolar oluşturulmuştur. Polyester kumaşlarda boyuna yanmada 10s alev verildiğinde ve alev kaynağı uzaklaştırıldığında alevli yanma gözlemlenmediğinden 20s ve üzerinde alev tatbik edilmiştir. Enine yanmalarda ise 10s alev tatbiki yeterli olmuştur. Her iki testte de Çizelge 3.1.a ve Çizelge 3.1.b’de görüldüğü gibi kumaşların tamamen yandığı söylenebilir. Bununla birlikte kumaş yanarken ana parçadan koparak yanmaya devam eden parçalar apresiz kumaşın yanma davranışı açısından tehlikesini göstermiştir.

Çizelge 3.1: 100%Polyester için dikey yanma testi sonuçları.

a) Boyuna yanma sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	20	24,2			35	Tespit edilemedi
2.Numune	25	30,3	42,0		55	%80
3.Numune	25	26,9	36,0	54,6	67	%100

b) Enine yanma sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	28,7	37,5	46,1	42	%100
2.Numune	10	29,1	38,3	47,7	56	%100
3.Numune	10	30,1	38,5	47,1	76	%100

Çizelge 3.2.a ve 3.2.b’de hafif gramajlı pamuk kumaşları için dikey yanma testinin sonuçları görülmektedir. Hem enine hem de boyuna yanmada benzer süreler tespit edilmiştir. 10s alev tatbikinden sonra kumaşların tamamen ve hızlı bir şekilde yandığı gözlemlenmiştir.

Çizelge 3.2: 100%Cotton(170g/m2) için dikey yanma testi sonuçları.

a) Boyuna yanma test sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	10,3	12,75	14,6	35	%100
2.Numune	10	8,5	11,3	14,3	30	%100
3.Numune	10	7,5	10,3	13,4	33	%100

b) Enine yanma test sonuçları

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	8,2	10,7	13,0	33	%100
2.Numune	10	7,8	10,3	13,0	31	%100
3.Numune	10	7,7	11,0	13,8	30	%100

Çizelge 3.3.a ve Çizelge 3.3.b’de daha ağır gramajlı pamuk kumaşlara aynı test uygulanmıştır. 10s alev tatbikinden sonra aynı şekilde kumaşlar hem enine hem de boyuna testlerde kumaşlar tamamen yanmıştır.

Çizelge 3.3: %100 Pamuk (280g/m²) için dikey yanma testi sonuçları.

a) Boyuna yanma sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	16,0	21,8	26,0		%100
2.Numune	10	14,0	21,8	26,3		%100
3.Numune	10	15,6	21,0	26,3		%100

b) Enine yanma sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	17,5	26,6	31,4		%100
2.Numune	10	13,8	26,3	29,8		%100
3.Numune	10	16,3	28,3	32,0		%100

Çizelge 3.4 a ve Çizelge 3.4.b’de karışım kumaşların apre öncesi yanma davranışı incelendiğinde diğer kumaşlarda olduğu gibi 10s alev tatbikiyle kumaşların tamamen yandığı görülmektedir.

Çizelge 3.4: %50/50 Pamuk/Polyester için dikey yanma testi sonuçları.

a) Boyuna yanma sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	8,6	11,8	14,0	43	%100
2.Numune	10	9,1	11,3	13,9	46	%100
3.Numune	10	9,1	13,3	15,6	44	%100

b) Enine yanma test sonuçları.

	Alev Tatbik Süresi (s)	1.İplik (220mm) (s)	2.İplik (370mm) (s)	3.İplik (520mm) (s)	Toplam Yanma Süresi(s)	Yanan Bölge Uzunluğu (%)
1.Numune	10	8,4	12,1	14,6	37	%100
2.Numune	10	7,4	11,8	14,3	33	%100
3.Numune	10	8,1	11,3	14,3	42	%100

3.2 Formaldehit Testi Sonuçları

Güç tutuşur apre aplike edilmiş her bir kumaş için ayrı ayrı formaldehit testi (ISO-14184-1 Water Extraction) uygulanmış ve formaldehit miktarı ppm olarak tespit edilmiştir. Standartta kabul edilebilir konsantrasyon değeri 75 mg/kg (ppm) olarak belirtilmektedir. Çizelge 3.5’deki değerler incelendiğinde Pyrovatex CP ile işlem görmüş kumaşların yüksek oranda formaldehit içerdiği görülmektedir

Çizelge 3.5: Apreli kumaşların formaldehit miktarı (ppm).

Kullanılan güç tutuşturucu ve reçete	Formaldehit miktarı (ppm)
Pyrovatex CP-Reçete 2 (CO/PES)	1040,4
Pyrovatex CP-Reçete 1 (CO/PES)	740,2
Pyrovatex CP-Reçete 2 (100%CO)	1196,2
Pyrovatex CP-Reçete 1 (100%CO)	992,5
Fireoff- Reçete 18 (100%CO)	0

3.3 Fireoff’un Beyazlık İndeksi Sonuçları

Çizelge 3.6’de geliştirilen aprenin ve Pyrovatex CP uygulanan kumaşların beyazlık üzerindeki etkisi görülmektedir.

Çizelge 3.6: Beyazlık İndeksi Verileri.

Kumaş Cinsi	Apresiz Kumaş	Fireoff 300g/L	Fireoff 350g/L	Fireoff 400g/L	Fireoff 450g/L	Fireoff 350g/L 5 Yıkama Sonra	Fireoff 400g/L 5 Yıkama Sonra	Pyrovatex CP 280g/L	Pyrovatex CP 350g/L
%100 Cotton	72,8	48,8	43	45,5	35			61,2	64,7
% 50/50 Pamuk/ Polyester	70,3	53,7	45,6	50,9	46,5			60,2	60,2
%100 Polyester	82,6		77,6	69,7		82,3	82,5		

Fireoff kullanılan kumaşlarda hafif sararma etkisi görülmekle birlikte tolere edilebileceği düşünülmektedir. Apre üzerinde devam eden geliştirme çalışmaları beyazlık üzerindeki etki hususunda daha anlamlı sonuçlar verecektir. Reçetelerde 350-400g/L’lik uygulamalar daha iyi sonuç verdiği için bundan sonraki uygulamalar bu konsantrasyonlarda devam edilmiştir. %100 polyester kumaşlarda standart ev tipi

yıkamaya karşı kalıcı olan Fireoff apresi için beyazlık indeksi verileri incelendiğinde , aprenin hem yıkama öncesi hem de yıkama sonrasında beyazlık indeksine önemli bir etkisi görülememektedir.

3.4 Fireoff'un Yıkama Dayanımı

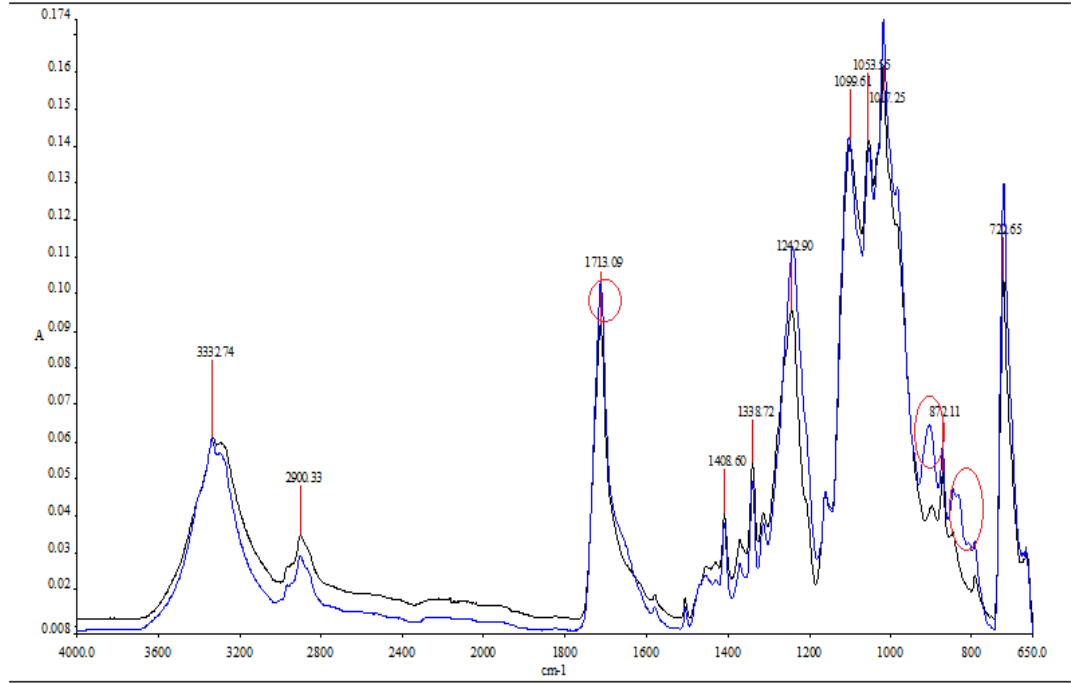
Dikey yanma testine uygun olarak yıkanmış kumaşlara 20s alev tatbik edilmiştir. Alev kaynağı uzaklaştırıldığında polyester kumaşlarda tutuşma ve yanma gözlenmemiştir. Bu kumaşların kütle kayıpları da %0,01 mertebesinde kalmıştır.

Pamuk ve pamuk-polyester karışımı kumaşlarda kalıcılığın iyileştirilmesine yönelik olarak geliştirilen aprede pamuğa bağlanan grup sayısının arttırılması çalışmaları devam etmektedir.

%100 Polyester kumaşların 5 yıkama sonrasında dikey yanma testinde uygun sonuçların elde edilmesi sonrasında 10 ve 20 yıkamaları yapılmış ve numuneler tekrar ISO 6940'a göre test edilmiştir. Aynı şekilde 20s alev tatbikinden sonra alevli yanma gözlenmemiştir. Kalıcı güç tutuşurluk %100 Polyester kumaşlar için sağlanmıştır.

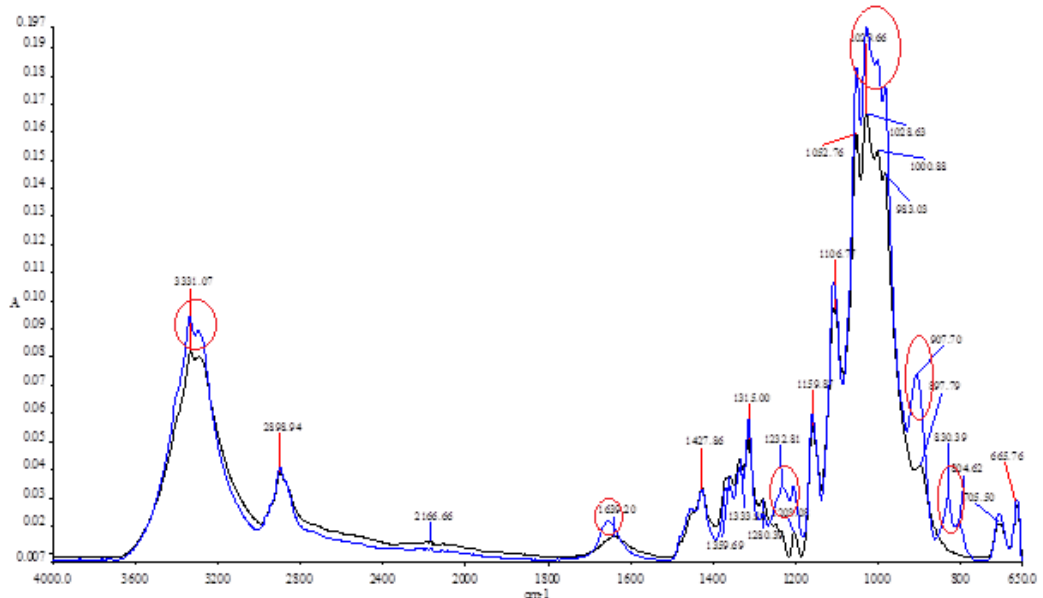
3.5 Fireoff Uygulanmış Kumaşların FTIR Analizleri

Şekil 3.6'da %50/50 PamukPolyester 400g/L apreli ve %50/50 Pamuk/Polyester apresiz kumaşların üst üste karşılaştırılmış FTIR sonuçları görülmektedir. Grafik incelendiğinde 880-900 cm⁻¹ bandında P, 800 ve 1500 cm⁻¹ bantları civarında NH₂ gözlenmiştir. Bu durum apreli kumaşlarda hedeflendiği üzere P-N bileşenlerinin bulunduğunu göstermiştir.



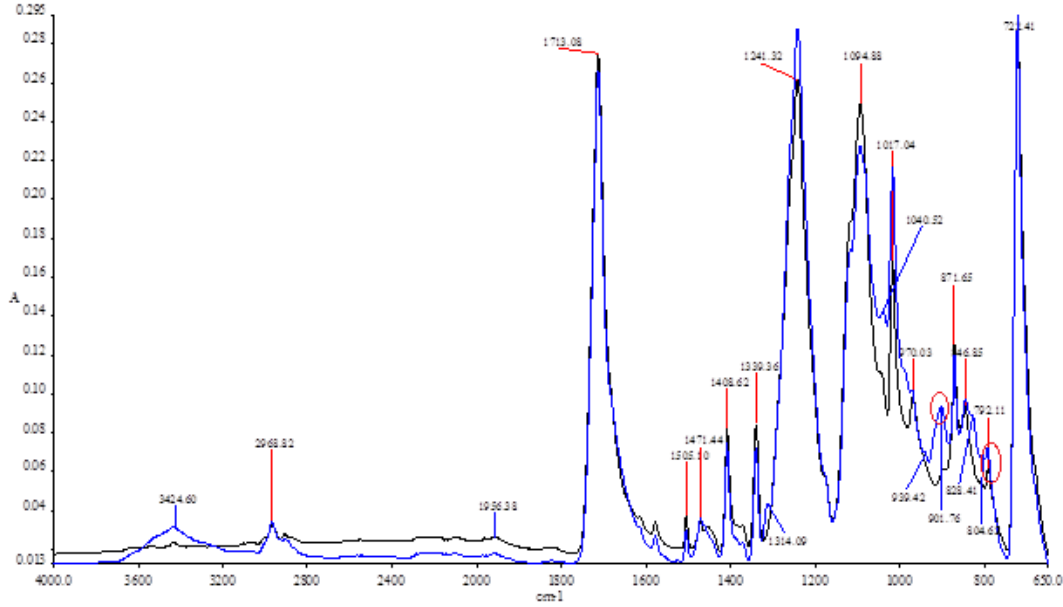
Şekil 3.6: %50/50 PamukPolyester 400g/L apreli(mavi) - %50/50 Pamuk/Polyester apresiz(siyah) kumaşların üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları.

Şekil 3.7’de %100 Pamuk 400g/L apreli ve apresiz kumaşın üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları görülmektedir. 830, 900, 1030-1050, 1230 cm-1 bandında P ve 1650, 3330 cm-1 bandında NH₂ gözlenmiştir. Bu veriler aprenin %100 pamuk kumaşlara daha iyi bağlandığını görmek açısından önemlidir.



Şekil 3.7: %100 Pamuk 400g/L apreli(mavi)- %100 Pamuk apresiz(siyah) kumaşların üst üste çakıştırılmış FTIR sonuçları.

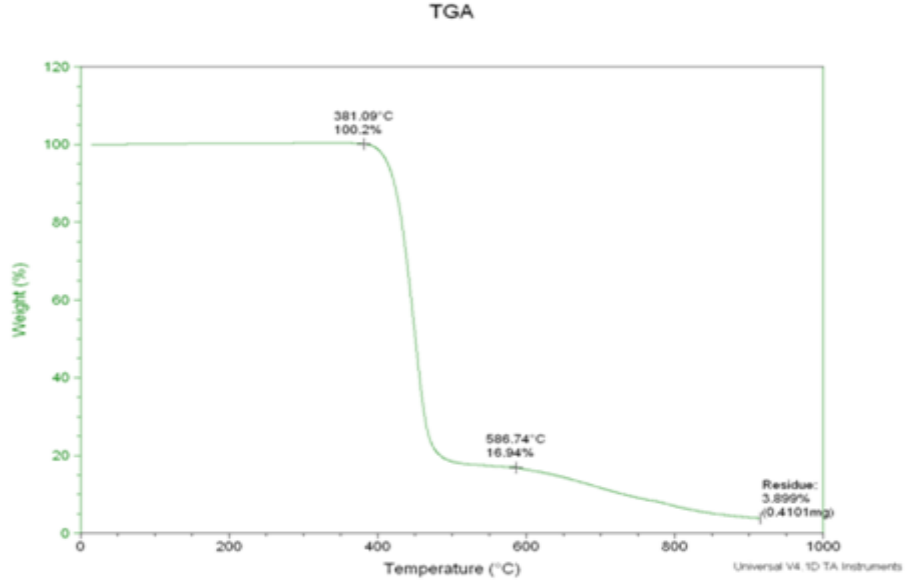
%100 Polyester kumaşların 400g/L apreli ve apresiz numunelerinin FTIR sonuçları karşılaştırılmış olarak Şekil 3.8’de görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi 950 cm⁻¹ bandında P ve 790 cm⁻¹ bandında NH₂ tespit edilmiştir. Bu da ihtiyaç duyulan P-N yapılarının kumaşa aktarılabildiğini göstermektedir.



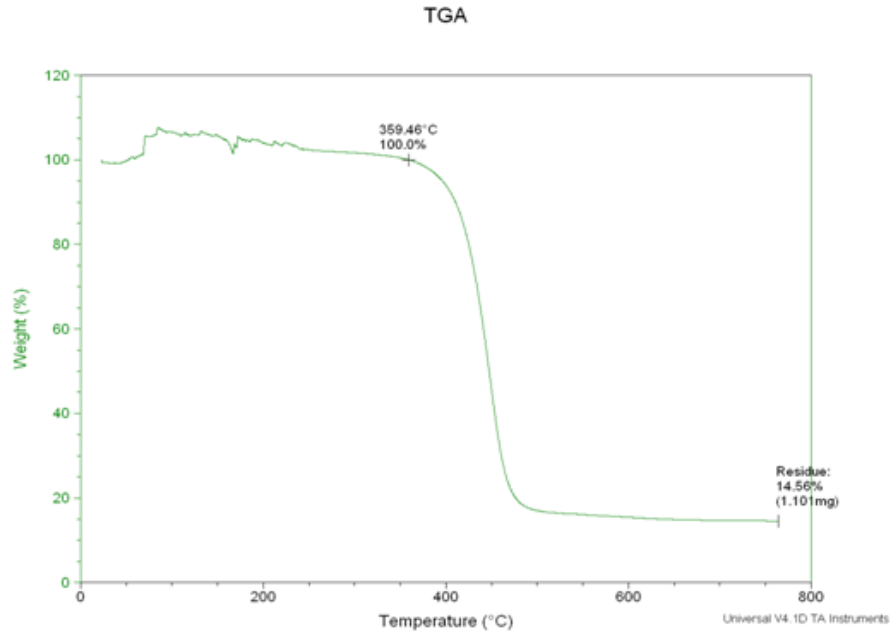
Şekil 3.8: %100 Polyester 400g/L Apreli(mavi) - %100 Polyester apresiz(siyah) kumaşların üst üste karşılaştırılmış FTIR sonuçları.

3.6 Termogravimetrik Analizler

Şekil 3.9’da %100 Polyester apresiz ve Şekil 3.10’da %100 Polyester apreli kumaşların termal Deneyisel kumaşların TGA (Termogravimetrik Analiz) sonuçları incelendiğinde apreli numunelerin yanma sıcaklıklarının arttığı ve kül oluşumunun artarak güç tutuşurluğu desteklediği görülmüştür. değişimini göstermektedir. Deneyisel kumaşların TGA (Termogravimetrik Analiz) sonuçları incelendiğinde apreli numunelerin yanma sıcaklıklarının arttığı ve kül oluşumunun artarak güç tutuşurluğu desteklediği görülmüştür.

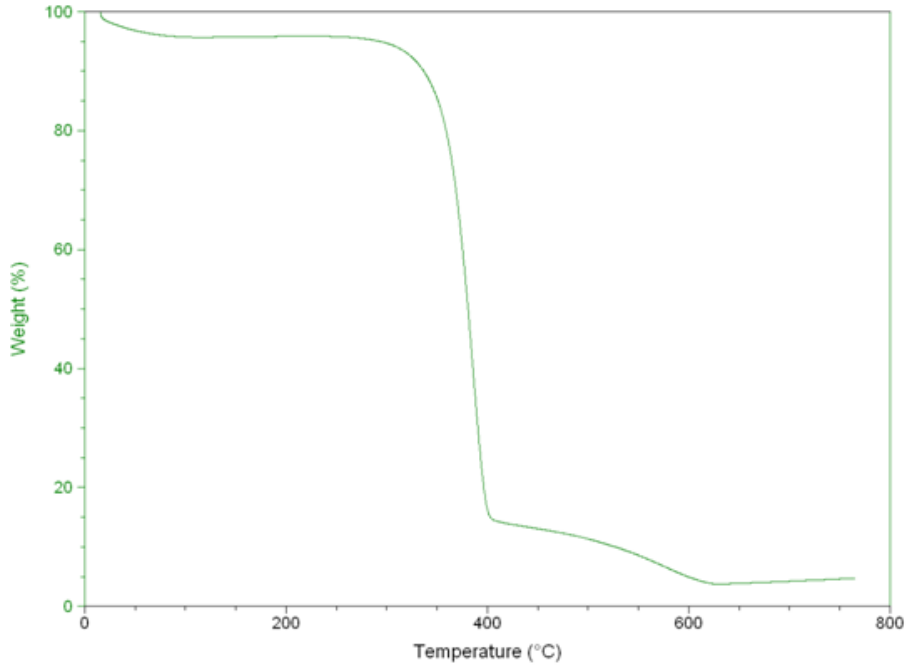


Şekil 3.9: Apresiz %100 Polyester kumaşın TGA grafiği.

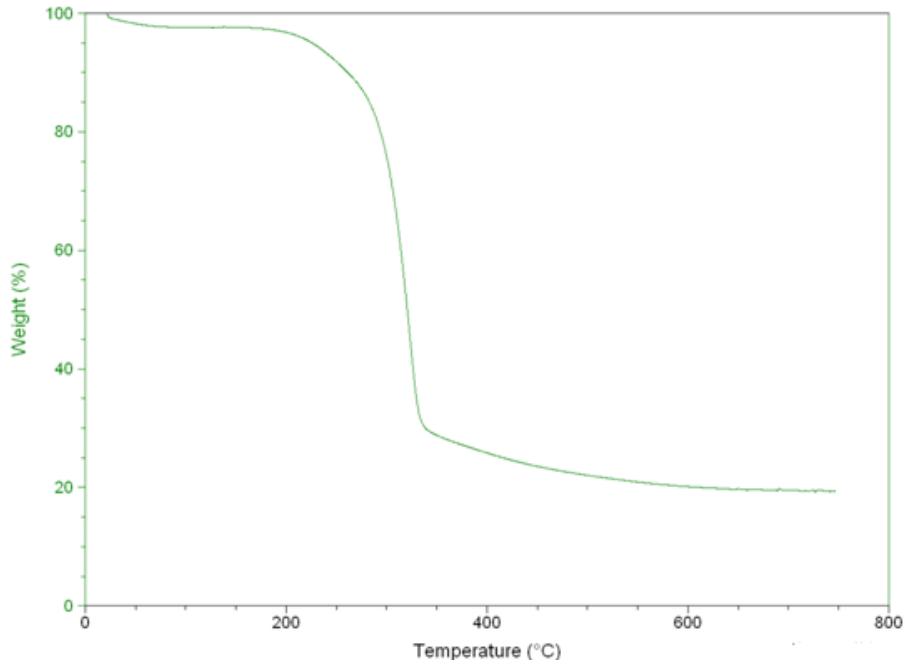


Şekil 3.10: %100 Polyester 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği.

Şekil 3.11’de %100 Pamuk apresiz ve Şekil 3.12’de %100 Pamuk 400g/L Fireoff apreli kumaşların TGA grafikleri görünmektedir. Geliştirilen apre tutuşmayı daha düşük sıcaklıkta başlatmakta ve kül oluşumunu %100 Pamuk kumaşlarda da sağlayarak tutuşmayı güçleştirmektedir.

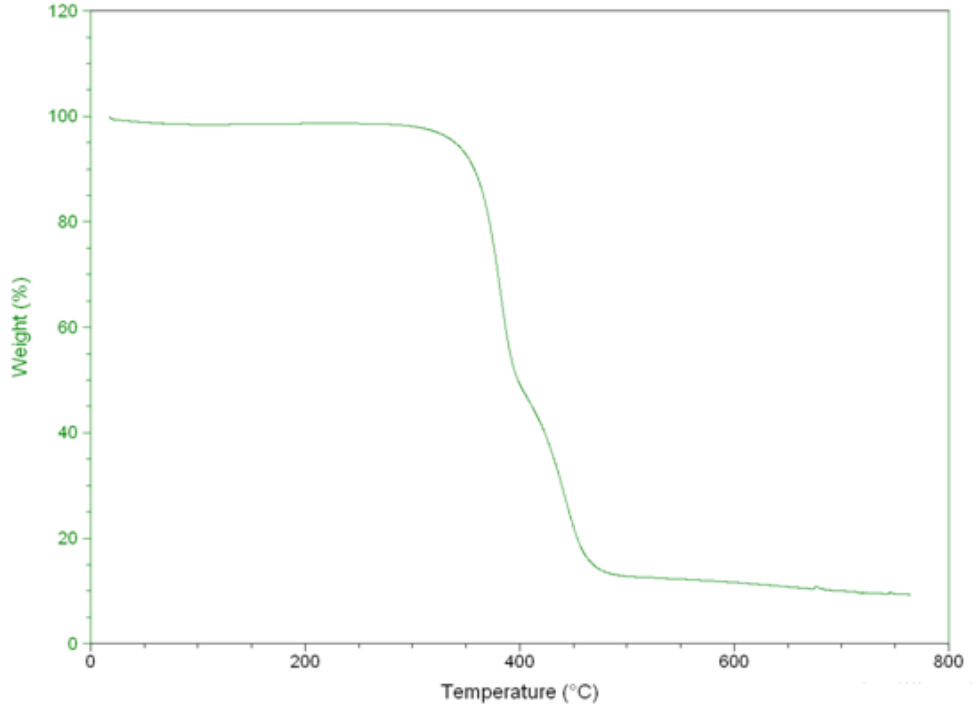


Şekil 3. 11: Apresiz %100 Pamuğun TGA grafiği.

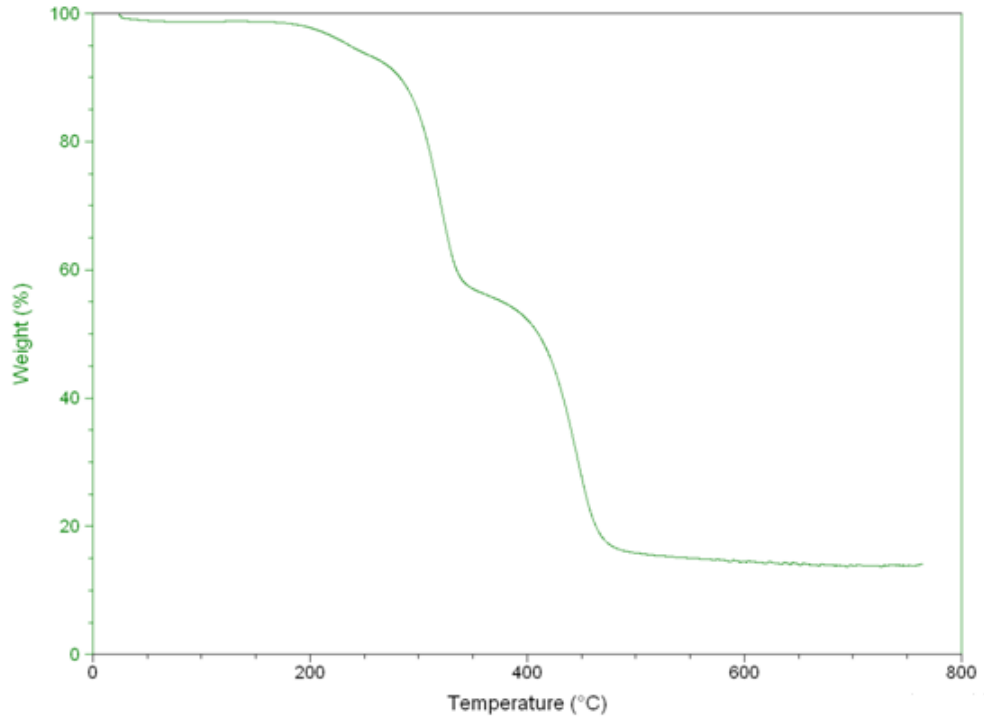


Şekil 3.12: %100 Pamuk 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği.

Şekil 3.13’de %50/50 Pamuk/Polyester apresiz ve Şekil 3.14’de %50/50 Pamuk/Polyester 400g/L Fireoff apreli kumaşların TGA grafikleri görünmektedir. Geliştirilen apre tutuşmayı pamuk ve polyester kumaşlarda olduğu gibi karışım kumaşlarda da kül oluşumunu desteklemektedir.



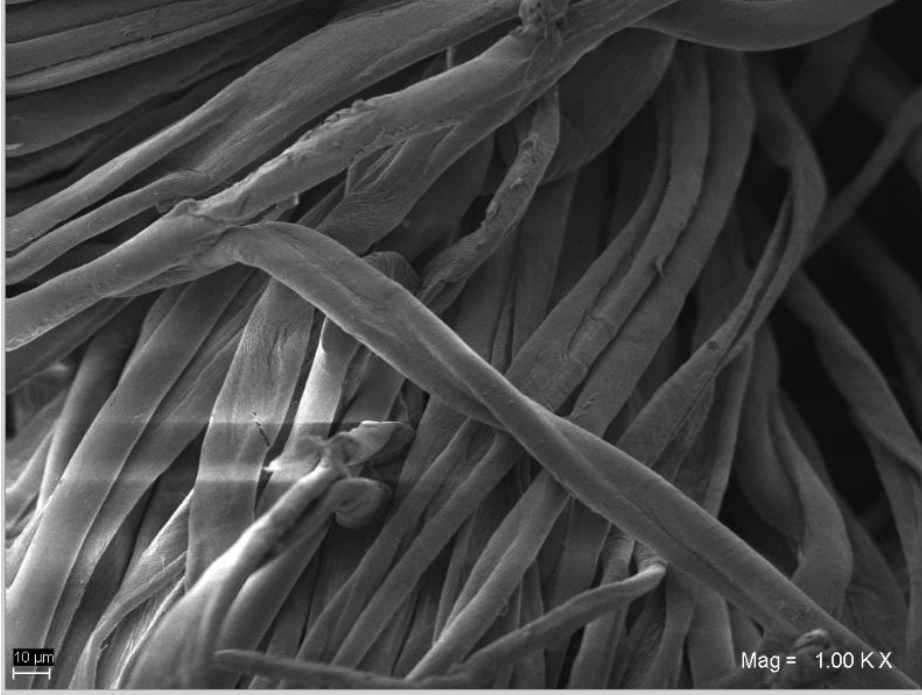
Şekil 3.13: Apresiz %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın TGA grafiği.



Şekil 3.14: %50/50 CO/PES 400g/L Fireoff uygulanmış kumaşın TGA grafiği.

3.7 SEM Görüntüleri

Şekil 3.11 ve 3.12’de %50/50 Pamuk/Polyester Kumaşların apresiz ve 400g/L apreli SEM görüntüleri görülmektedir. Apre işlemi görmüş kumaş görüntüsü incelendiğinde yüzeye tutunmuş apre partiküllerini görmek mümkündür.



Şekil 3.15: Apresiz %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın SEM görüntüsü.



Şekil 3.16: 400g/L Apreli %50/50 Pamuk/Polyester kumaşın SEM görüntüsü.

4. SONUÇ ve ÖNERİLER

Gelişen tekstil endüstrisiyle birlikte müşteri ihtiyaçları artmakta ve buna bağlı olarak da kullanılan ürünlerde çeşitli fonksiyonel özelliklerin eklenmesi istenmektedir. Modernleşmenin bir gerekliliği olarak malzemelerin yanmasını engelleyerek yangınlardan korunma da geçmişten günümüze kadar süregelen bir gerekliliktir. Yangınlardan dolayı ortaya çıkan can ve mal kaybını en aza indirmek için alınacak tedbirlerden biride tutuşmayı geciktici malzemeler kullanmaktır. Kullanılan güç tutuşur kimyasallar için getirilen yasalar araştırmacıları ve üreticileri çevre dostu ve insan sağlığına zarar vermeyen ürünler geliştirmeye zorlamaktadır.

Polyester ve pamuk en çok kullanılan konvansiyonel lifler olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu liflerin günlük kullanımda performans özelliklerini değiştirmeden, çevreye ve insan sağlığına duyarlı ve kalıcı bir güç tutuşturucu aprenin piyasaya kazandırılması bu çalışmanın başlangıç noktası olmuştur.

Çalışmamızda, yüksek verimli yeni bir Fosfor-Azot sinerjisine sahip bir güç tutuşur kimyasılı oluşturmak üzere, polyvinil alkol (PVA), geliştirilen kimyasalın polimere bağlanarak kalıcılığın sağlanması amacıyla hidrofil polyester reçinesi (PR), fosforik asit ve disiyandiamid (DCDA) kullanılmıştır. Sentezlenen polimer (PVA(PR)-P-DCDA)'ın yapısı FTIR yöntemiyle karakterize edilmiştir. Geliştirilen apre pamuk, polyester ve karışımı kumaşları tek banyoda emdirme yöntemiyle uygulanmış. Kurutma işleminden sonra termofiksaj ile life tutumu arttırılmıştır.

PVA(PR)-P-DCDA (Fireoff) apresi için optimum reçetenin elde edilebilmesi için farklı termofiksaj sıcaklıkları ve farklı konsantrasyonlar denemeler yapılmış ve apre uygulanmış kumaşların yanma davranışları dikey yanma testi (ISO 6940) ile değerlendirilmiştir. Fireoff'un beyazlık indeksine etkisi datacolor spektrofotometrede ölçülmüştür. Yanma testi sonuçlarına aprenin beyazlık indeksine etkisi de göz önünde bulundurularak; 180°C, 3dk termofiksaj sıcaklığı ve süresi, 350 ve 400g/L konsantrasyonda uygulanacak reçeteler ile yeterli güç tutuşurluk temin edileceği belirlenmiştir

Geliştirilen güç tutuşur apre ile ticari olarak pamuk ve pamuk/polyester kumaşlarda kullanılan Pyrovatex CP tavsiye edilen reçetelere uygun olarak kumaşlara uygulanmış ve yanma testleri sonucunda benzer yanma davranışı sergiledikleri görülmüştür. Bununla birlikte Pyrovatex CP ve Fireoff için formaldehit miktarı (ISO

14184-1) kontrol edilmiş ve Pyrovatex CP’de yüksek oranda formaldehit mevcutken, Fireoff’da formaldehit tespit edilmemiştir.

Fireoff ile işlem görmüş ve ham kumaşların FTIR analizleri karşılaştırılmış. Apreli kumaşlarda P-N bileşenleri hedeflendiği şekilde tespit edilmiştir. Bununla birlikte termogravimetrik analizi ile incelenen apreli kumaş ve apresiz kumaş ısıl bozunmaları karşılaştırılmıştır. FTIR analizlerini destekler nitelikte apreli kumaşların kömür oluşumunu desteklediği görülmüştür.

Aprenin kalıcılığını ölçmek adına standart ev tipi yıkama (ISO 6330) testi yapılmış ve 5, 10, 20 yıkama sonrası yanma davranışları tekrar dikey yanma testi ile değerlendirilmiştir. 5 yıkama sonrasında pamuk ve pamuk/polyester karışımı kumaşlarda kalıcı bir güç tutuşurluk sağlanamadığı görülmüştür. Bunun üzerine pamuk ve pamuk/polyester kumaşlarda aprenin pamuğa bağlanacağı fonksiyonel grup sayısını arttırmaya yönelik çalışmalar başlatılmış ve olumlu sonuçlar alınmıştır. %100 Polyester kumaşlarda ise 5, 10, 20 yıkama sonrasında yapılan dikey yanma testi kapsamında 20sn alev uygulanması sonrasında alevli yanma gözlemlenmemiştir. Geliştirilen apre ile polyester kumaşlarda kalıcı güç tutuşurluk sağlanmıştır. Hafif gramajlı kumaşlara uygulanan Fireoff apresi günlük kullanımda perdeler, döşemelik ve giysilik kumaşlar dahil birçok alanda kullanıma uygundur.

KAYNAKLAR

- [1] **Papaspyrides C. D., Pavlidou S., Vouyiouka S. N.** Development of Advanced Textile Materials:Natural Fibre Composites, Anti-microbial, and Flame-retardant Fabrics. *Materials: Design and Applications*. 2009, Cilt 223.
- [2] **Car C. M.** *Chemistry of Textile Industry*. s.l. : Cambridge University Press, 1995.
- [3] **J., Schindler W. D. ve Hauser P.** *Chemical Finishing of Textiles*. s.l. : CRC Press, 2004.
- [4] **Price D. ve Horrocks A. R.** *Fire Retardant Materials*. s.l. : CRC Press, 2001.
- [5] **Yanoğlu U.** *Yangın Güvenlik Kongresi Bildiriler El Kitabı*. Bursa : s.n., 2000.
- [6] **Bajaj P.** *Handbook of Technical textiles*. Chapter 10: Heat and Flame Protection.
- [7] **Weil E. D. ve S. V. Levchick.** Flame Retardant in Commercial Use for Development for Textile. *Journal Fire Sciences*. 2008, 26: 243.
- [8] **Horrocks A. R., Kandola B. K., P.J. Davies, S. Zhang and S.A. Padbury.** Development in Flame Retardant Textiles. *Polymer Degradation and Stability*. 2005, 88:3-12.
- [9] **Horrocks A. R.** Flame Retardant Challenges for Textiles and Fibres: New Chemistry Versus. *Polymer Degradation and Stability*. 2011, Cilt 96:377-392.
- [10] **Tesoro G.S., Backer S., Toong T.Y., Mousaa N. A.** *Textile Fabric Flammability*. Massachusetts : Mit Press, 1976.
- [11] **Lewin M..** Unsolved Problems and Unanswered Questions in Flame Retardance of Polymers. *Polymer Degradation and Stability* . 2005, Cilt 88: 13-19.
- [12] **Council National Research.** *Toxicological Risks of Selected Flame Retardant Chemicals*. Washington D.C. : National Academy Press, 2000.
- [13] **Zhao X.** Synthesis And Application Of A Durable Phosphorus/Silicon Flame-Retardant For Cotton. *The Journal of The Textile Institute*. 2010, Cilt 101:538-546, 6.
- [14] **Sauca S.** *Synthesis, Characterization and Application of Polymeric flame*. Tarragona : Universitat Rovira I Virgili, Doctoral Thesis, 2012.
- [15] **Liang S., Neisius N. M., Gaan S.** Recent Developments in flame retardant Polmeric Coatings. *Progress in Organic Coatings*. 2013, 76: 1642-1665.
- [16] **Alexander B. Morgan ve Jeffery W. Gilman.** An Overview of Flame retardancy of polymeric Materials: Application, Technology, and Future Directions. *Fire and Materials*. 2013, 37:259-279.

- [17] İstatistikler. *İstanbul Büyükşehir Belediyesi - İtfaiye Daire Başkanlığı* . 2013.
[Alıntı Tarihi: 03 Nisan 2014.]
- [18] **Kalın M. B.** *Tekstil Yüzeylerinin Yanmaya Karşı Dirençlerinin Arttırılması.* s.l. : Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2008.
- [19] **Andrea N. J.** Durable and Environmentally friendly Flame Retardants for Synthetics. *Master Thesis.* North Carolina : North Carolina University, 2007.
- [20] **Çelebi K.** *Poliester Örme Kumaşın Güç Tutuşurluk Davranışının İncelenmesi.* Bursa : Uludağ Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, 2009.
- [21] **Zaikov G. E. ve Lomakin S. M.** Polymeric Flame Retardants: Problems and Decisions. [yazan] Kutz M. *Handbook of Environmental Degradation of Materials.* New York : William Andrew Publishing, 2005.
- [22] **Kandola B.K. ve Horrocks A. R.** Complex Char Formation in Flame-Retarded Fibre-Intumescent Combinations-II. Thermal Analytical Studies. *Polymer degradation and Stability.* 1996, 54:289-303.
- [23] **Horrocks A. R.** Developments in Flame Retardants for Heat and Fire Resistant Textiles-The Role of Char Formation and Intumescence. *Polymer Degradation and Stability.* 1996, 54:143-154.
- [24] **Lewin M.** Synergism and Catalysis in Flame Retardancy of polymers. *Polymers for Advanced Technologies.* 2001, 12:215-222.
- [25] **Morgan A. B. ve Gilman J.** An Overview of Flame Retardancy of Polymeric Materials: Application, Technology, and Future Directions. *Fire and Materials.* 2013, 37:259-279.
- [26] **Kaya M. ve Oz D.** Mineral Esaslı Alev Geciktirici ve Duman Bastıran Katkı Maddeleri . İzmir : 3. *Endüstriyel Hammaddeler Sempozyumu*, 1999.
- [27] **Hicklin R., Padda R., Lenotte G.** Chapter 17: Trends in Textile Flame Retardants- a Market Review. [yazan] Kandola B. K. Hull T. R. *Fire Retardancy of Polymers: New Strategies and Mechanisms.* West Midlands : Royal Society of Chemistry, 2009.
- [28] **Levchic S. V.** Introduction to Flame Retardancy and Polymer Flammability. Wilkie C. A. Morgan A. B. *flame Retardant Polymer Nanocomposites.* New York : John Wiley&Sons, Inc., 2007.
- [29] **Veen I. ve Boer J.** Phosphorus Flame Retardants: Properties, Production, Environmental Occurrence, Toxicity and Analysis. *Chemosphere.* 2012, 88:1119-1153.
- [30] **Alaee M., Arias P., Sjödın A., Bergman A.** An Overview of Commercially Used Brominated Flame Retardants, Their Applications, Their Use Patterns in Different Countries/Regions and Possible Modes of Release. *Environment International.* 2003, 29:683-689.
- [31] **Ceylan Ö., Alongi J., Landuyti L. V., Fraches A., Clerck K.** Combustion Characteristics of Cellulosic Loose Fibres. *Fire and Materials.* 2013, 37:482-490.

- [32] **Khanna Y. P. ve Pearce E. M.** Synergism and Flame Retardancy. [yazan] Atlas S. M., Pearce E. M. Lewin M. *Flame-Retardant Polymeric Materials*. New York : Plenum Press, 1978.
- [33] **Bellucci F. ve Camino G.** Flammability of Polymer Composites. Borzacchiello Nicolais L. *Wiley Encyclopedia of Composites*. s.l. : Wiley&Sons, Inc., 2012.
- [34] **Kandola B. K.** Chapter 6: Nanocomposites. [yazan] Price D. Horrocks A. R. *Fire Retardant Materials*. Cambridge : CRC Press, 2001.
- [35] **Kutlu B.** *Isiya Dayanıklı ve Isıdan Koruyucu Giysilerin Termal Analizi ve Performans Özellikleri*. İzmir : Dokuz Eylül Üniversitesi Fen Bilimleri, Yüksek Lisans Tezi, 2002.
- [36] **Wu W.** *Flame Retardant Finishing for Cotton Using a Hydroxy-Functional Organophosphorus Oligomer* . Athens : The University of Georgia: Master Thesis, 2004.
- [37] **Tahlawy K.** Chitosan Phosphate: A New Way for Production of Eco-Friendly Flame-retardant Cotton Textiles . *The Textile Institute*. 2008, Cilt 99 .
- [38] **Lecoeur E., Vroman I., Bourbigot S., Lam T.M., Delobel R.** Flame Retardant Formulations for Cotton. *Polymer Degradation and Stability*. 2001, Cilt 74:487-492.
- [39] **Mercimek H.** *Effect of Chemicals and Binders on the Durability of Flame retardant Treated Cotton Nonwovens*. Knoxville : University of Tennessee, Yüksek Lisans Tezi, 2010.
- [40] **Wu W. ve Yang C. Q.** Comparison of Different Reactive Organophosphorus Flame Retardant Agents for Cotton: Part 1. The Bonding of the Flame Retardant Agents to Cotton. *Polymer Degradation and stability* . 2006, Cilt 91:2541-2548.
- [41] **Lewin M., Atlas S. M., Pearce E. M.** *Flame-Retardant Polymeric Materials*. New York : Plenum Press, 1978.
- [42] **Benisek L. ve Craven P. C.** Evaluation of Metal Complexes and Tetrabromophthalic Acid as Flame Retardants for Wool. *Textile Research Journal*. 1983, Cilt 53:438.
- [43] **Hu J., Yao Y., Liu X., Ao Y., Zhang H.** The Application of a Novel Flame Retardant on Viscose Fiber. *Fire and Materials*. 2009, Cilt 33:145-156.
- [44] **Günsal Ç.** *Tekstil Malzemelerine Yanmazlık Özelliğinin Kazandırılması* . Ankara : Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2007.
- [45] **Kim Y. H., Jang J., Song K. G., Lee E. S., Ko S. W.** Durable Flame-Retardant Treatment of Polyethylene Terephthalate(PET) and PET/Cotton Blend Using Dichlorotribromophenyl Phosphate as a New Flame Retardant for Polyester. *Journal of Applied Polymer Science*. 2001, Cilt 81: 793-799.
- [46] **Didane N., Giraud S., Devaux E., Lemort G., Capon G.** Thermal and Fire Resistance of Fibrous Materials Made by PET Containing Flame

- Retardant Agents. *Polymer Degradation and Stability* . 2012, Cilt 97: 2545-2551.
- [47] **Feng Q., Gu X., Zhang S., Zhao B., Sun J., Li X., Dong M.** An Antidripping Flame Retardant Finishing for Polyethylene Terephthalate Fabric. *Industrial&Engineering Chemistry Research*. 2012, Cilt 51:14708-14713.
- [48] **Zhang S. ve Horrocks A. R.** A Review of Flame Retardant Polypropylene Fibres. *Progress in Polymer Science*. 2003, Cilt 28: 1517-1538.
- [49] **Afshari M., Kotek R., Chen P.** High Performance fibers. Mittal V. *High Performance Polymers and Engineering Plastics*. s.l. : Scrivener Publishing, 2011.
- [50] **Bulgun E.Y. ve Yılmaz M.** İtfaiye Elbiseleri Tasarımında Son Gelişmeler. *Tekstil ve Mühendis*. 77.
- [51] **Jarvis C. W. ve Barker R. H.** Flammability of Cotton Polyester Blends. Atlas S. M., Pearce E. M. Lewin M. *Flame Retardant Polymeric Materials*. South Carolina : Plenum Press, 1978.
- [52] **Day M., Suprunchuk T., Wiles D. M.** A Combustibility Study of the Gaseous Pyrolysates Produced from Some High-Performance Fabrics. *Journal of Applied Polymer Science*. 1983, Cilt 28:3681-3693.
- [53] **Yang H. ve Yang C. Q.** Nonformaldehyde Flame Retardant Finishing of the Nomex/Cotton Blend Fabric Using a Hydroxy-Functional Organophosphorus Oligomer. *Journal of Fire Sciences*. 2007, Cilt 25:425.
- [54] **X., Zhao.** Synthesis and Application of a Durable Phosphorus/Silicon Flame-Retardant for Cotton. *The Journal of The textile Institute*. 2010, Cilt 101: 538-546, 6.
- [55] **Sun S., He Y., Wang X., Wu D.** Flammability Characteristics and Performance of Halogen-Free Flame-Retarded Polyoxymethylene Based on Phosphorus-Nitrogen Synergistic Effects. *Journal of Applied Polymer Science*. 2010, Cilt 118:611-622.
- [56] **Lu S. Y. ve Hamerton I.** Recent Developments in the Chemistry of Halogen-free Flame Retardant Polymers. *Progress in Polymer Science*. 2002, Cilt 27:1661-1712.
- [57] **Chivas C., Guillaume E., Sainrat A., Barbosa V.** Assessment of risks and benefits in the use of flame retardants in upholstered. *Fire Safety Journal*. 2009, Cilt 44:801-807.
- [58] **Çelebi K.** *Poliester Örme Kumaşın Güç Tutuşurluk Davranışının İncelenmesi* . Bursa : Uludağ Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 2009.
- [59] **P. Piccinini, C. Senaldi, C. Summa.** *European Survey on the Release of Formaldehyde from Textiles*. Ispra : EUR-Scientific and Technical Research Series, 2007. EUR 22710 EN.

EKLER

EK A: İlk denemelerin dikey yanma testi sonuçları

EK A**Çizelge A.1:** % 100 Pamuk 200g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

TermoFixaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	2	30,3
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	34,2
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	28,2
180°C/2dk	2	20

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	5	23,2
180°C/3dk	3	20,8
180°C/3dk	2	24,6
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	23,9
180°C/3dk	1	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	5	23,2
190°C/2dk	3	20,8
190°C/2dk	2	24,6
190°C/2dk	1	Yanma yok
190°C/2dk	2	23,9
190°C/2dk	1	Yanma yok

Çizelge A.2: %100 Pamuk 300g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.		
Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	3	7,7
180°C/2dk	2	4,2
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	5,2
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	4,4
b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.		
Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	2	4,2
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	4,8
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	4,4
180°C/3dk	1	Yanma Yok
c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.		
Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	2	4,5
190°C/2dk	1	Yanma yok
190°C/2dk	2	4,5
190°C/2dk	1	Yanma yok
190°C/2dk	2	4,4
190°C/2dk	1	Yanma Yok

Çizelge A.3: %100 Pamuk 400g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	3	2,9
180°C/2dk	2	4,2
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	Yanma yok
180°C/2dk	3	3,8
180°C/2dk	2	Yanma yok

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	3	3,7
180°C/3dk	2	4,3
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	1,2
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	2	Yanma yok
190°C/2dk	3	3,9
190°C/2dk	2	Yanma yok
190°C/2dk	3	3,4
190°C/2dk	3	1
190°C/2dk	2	4,4

Çizelge A.4: %100 Pamuk 450g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	3	2,9
180°C/2dk	2	Yanma yok
180°C/2dk	3	2,4
180°C/2dk	2	Yanma yok
180°C/2dk	3	Yanma yok
180°C/2dk	4	Yanma yok

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	2	Yanma yok
180°C/3dk	3	Yanma yok
180°C/3dk	4	Yanma yok
180°C/3dk	5	Yanma yok
180°C/3dk	10	Yanma yok
180°C/3dk	20	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	5	Yanma yok
190°C/2dk	10	Yanma yok
190°C/2dk	12	Yanma yok
190°C/2dk	15	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok

Çizelge A.5: %50/50 CO/PES 200g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	5	51,0
180°C/2dk	3	49,9
180°C/2dk	2	4,2
180°C/2dk	1	Yanma yok
180°C/2dk	2	3,8
180°C/2dk	1	Yanma yok

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	2	51,4
180°C/3dk	1	Yanma yok
180°C/3dk	2	Yanma yok
190°C/3dk	3	54,3
180°C/3dk	2	Yanma yok
180°C/3dk	3	52,4

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	1	Yanma yok
190°C/2dk	2	56,3
190°C/2dk	1	Yanma yok
190°C/2dk	2	40,8
190°C/2dk	2	Yanma yok
190°C/2dk	3	54,3

Çizelge A.6: %50/50 CO/PES 300g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	3	Yanma yok
180°C/2dk	5	49
180°C/2dk	4	Yanma yok
180°C/2dk	5	Yanma yok
180°C/2dk	6	Yanma yok
180°C/2dk	7	46,1

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	5	Yanma yok
180°C/3dk	10	44,1
180°C/3dk	7	Yanma yok
180°C/3dk	8	Yanma yok
180°C/3dk	9	44,6
180°C/3dk	6	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	5	Yanma yok
190°C/2dk	10	47,9
190°C/2dk	8	46,8
190°C/2dk	7	45,8
190°C/2dk	6	44,7
190°C/2dk	5	Yanma yok

Çizelge A.7: %50/50 CO/PES 400g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	5	Yanma yok
180°C/2dk	10	Yanma yok
180°C/2dk	15	36,0
180°C/2dk	14	Yanma yok
180°C/2dk	15	Yanma yok
180°C/2dk	20	Yanma yok

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	5	Yanma yok
180°C/3dk	10	Yanma yok
180°C/3dk	15	Yanma yok
180°C/3dk	20	Yanma yok
180°C/3dk	20	Yanma yok
180°C/3dk	20	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	5	Yanma yok
190°C/2dk	10	Yanma yok
190°C/2dk	15	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok

Çizelge A.8: %50/50 CO/PES 450g/L Fireoff apreli kumaşların yanma testi sonuçları.

a) 180°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/2dk	5	Yanma yok
180°C/2dk	10	Yanma yok
180°C/2dk	15	Yanma yok
180°C/2dk	20	Yanma yok
180°C/2dk	20	Yanma yok
180°C/2dk	20	Yanma yok

b) 180°C/3dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
180°C/3dk	5	Yanma yok
180°C/3dk	10	Yanma yok
180°C/3dk	15	31,1
180°C/3dk	14	Yanma yok
180°C/3dk	15	Yanma yok
180°C/3dk	20	Yanma yok

c) 190°C/2dk Termofiksaj sıcaklığı ve süresi.

Termofiksaj sıcaklığı ve süresi	Alev Tatbik Süresi (s)	Alev uzaklaştıktan sonra yanma süresi (s)
190°C/2dk	5	Yanma yok
190°C/2dk	10	Yanma yok
190°C/2dk	15	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok
190°C/2dk	20	Yanma yok

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad : Azize Bical
Doğum Yeri ve Tarihi : Midyat 17/07/1984
E-Posta : bicalazize@itu.edu.tr

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2009, Gaziantep Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü
- **Yükseklisans** : 2013, İstanbul Teknik Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Tekstil Mühendisliği Programı

TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Bical A., Çelebi E., Özcan G., Soydan N., Saraç A. S., 2014. Durability Improvement of CO/PES Blends Flame Retardancy with Modified Polyester Resin. *25th Annual Conference on Recent Advances in Flame Retardancy of Polymeric Materials*, 18-21 Mayıs, 2014 Stamford, Amerika/Poster Sunumu.
- Bical A., Özcan G., Çelebi E., Soydan N., Saraç A. S., 2014. An Alternative Flame Retardant Finish For Cotton/Polyester Blends. *14th AUTEX World Textile Conference* 26-28 Mayıs, 2014 Bursa, Türkiye/Sözlü Sunum.