

**T.C.**  
**PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**

**HUNTİT-HİDROMANYEZİT KATKILI NANOSOLLER İLE İŞLEM  
GÖREN PAMUKLU KUMAŞIN GÜÇ TUTUŞURLUK  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HÜSEYİN TOPÇU**

**DENİZLİ, TEMMUZ - 2019**

**T.C.**  
**PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**  
**TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI**



**HUNTİT-HİDROMANYEZİT KATKILI NANOSOLLER İLE İŞLEM  
GÖREN PAMUKLU KUMAŞIN GÜÇ TUTUŞURLUK  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**HÜSEYİN TOPÇU**

**DENİZLİ, AĞUSTOS - 2019**

**Bu tez çalışması Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon birimi tarafından 2018FEBE070 tarafından nolu proje ile desteklenmiştir.**

**Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu alıřmanın dođrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan alıřmalara atfedildiđine beyan ederim.**

**Hüseyin TOPÇU**

## ÖZET

**HUNTİT-HİDROMANYEZİT KATKILI NANOSOLLER İLE İŞLEM  
GÖREN PAMUKLU KUMAŞIN GÜÇ TUTUŞURLUK ÖZELLİKLERİNİN  
ARAŞTIRILMASI  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
HÜSEYİN TOPÇU  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
TEKSTİL MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
(TEZ DANIŞMANI:DOÇ.DR. NURHAN ONAR ÇAMLİBEL)  
DENİZLİ, AĞUSTOS - 2019**

Yaşamın her alanında kullandığımız araç gereçlerin yangın riskine karşı iyi korunması gerekmektedir. “Yanabilirlik” bu ürünlerin en önemli dezavantajı konumundadır. Güç tutuşurluk maddelerinin eklenmesi ile herhangi bir yangın kazası durumunda zararlar ve kayıplar engellenebilmektedir. Bu nedenle yaşamsal alanda kullanılan ürünlere eklenen güç tutuşurluk maddeleri giderek önem kazanmaktadır. Huntit-hidromanyezit mineral karışımı; güç tutuşurluk malzemesi, boya, plastik, polimer, özel lastik ve ilaç sanayisinde kullanılmaktadır. Huntit-hidromanyezit karışım mineralinin en önemli özelliği güç tutuşurluk etkinliği olmasıdır. Literatürde huntit-hidromanyezit karışımlarının polimer kompozitlere güç tutuşurluk dolgu maddesi olarak ilave edildiği çalışmalar bulunmasına rağmen tekstil malzemelerine sol-jel yöntemi kullanılarak aktarıldığı az sayıda çalışma bulunmaktadır.

Bu tez çalışmasında, pamuklu kumaşlara güç tutuşurluk özelliği kazandırmak için sol-jel yöntemi ile güç tutuşurluk özelliğine sahip huntit-hidromanyezit minerali ilave edilerek nanosoller hazırlanıp pamuklu kumaşlara aktarılmıştır. Bu amaç için öncelikle huntit-hidromanyezit tozlarının silanlar ve yükseltgen maddeler kullanılarak yüzey modifikasyonu yapılmıştır. Ardından yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiş huntit-hidromanyezit katkı ve silan esaslı nanosoller hazırlanarak pamuklu kumaşlara emdirme-kurutma-fiksaj yöntemi ile kaplama yapılmıştır. Kaplanmış kumaşların morfolojik yapısını belirlemek için FTIR-ATR ve SEM-EDS cihazları kullanılarak analizler yapılmıştır. Güç tutuşurluk özelliklerini belirlemek için kaplanmış kumaşların LOI testi, DTA-TG analizleri, koni kalorimetre analizi, dikey güç tutuşurluk testi, kül içeriği tespiti ve piroliz gaz kromatografisi-kütle spektroskopisi analizi gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kaplanmış kumaşların kütleli artış, beyazlık ve sarılık ve mukavemet değerlerini belirlemek için analizler yapılmıştır.

**ANAHTAR KELİMELER:** Sol-jel teknolojisi, nanoteknoloji, huntit-hidromanyezit, güç tutuşurluk, pamuklu kumaş

## **ABSTRACT**

### **INVESTIGATION THE FLAME RETARDANCY PROPERTIES OF COTTON FABRIC TREATED WITH NANOSOLS CONTAINING HUNTITE-HYDROMAGNESITE**

**MSC THESIS**

**HÜSEYİN TOPÇU**

**PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE**

**TEXTILE ENGINEERING**

**(SUPERVISOR:ASSOC. PROF. DR. NURHAN ONAR ÇAMLİBEL)**

**DENİZLİ, AUGUST 2019**

In all fields of life the tools and equipment we used must be well protected against fire risk. “Flammability” is the major disadvantage of these products. The addition of flame retardants to the products can prevent damages and losses in case of a fire accident. Therefore, adding flame retardants to products are becoming increasingly important to use of them. Huntite-hydromagnesite mixture is used in flame retardant, dying, plastic, polymer, special rubber and pharmaceutical industries. Flame retardancy is the most important property of huntite-hydromagnesite mixture. In literature, there are studies where huntite-hydromagnesite mixtures were added to polymer composites as flame retardant fillers. However, there is limited reported study in which huntite-hydromagnesite mixture are transferred to textile materials by sol-gel method.

In this thesis, nanosols consisting of huntite-hydromagnesite mineral and silanes were prepared by sol-gel method and transferred to cotton fabric to achieve flame retardant coated cotton fabrics. For this purpose, the surface modification of huntite-hydromagnesite powders has been carried out using silanes and oxidizing agents. After that, surface modified huntite-hydromagnesite powders and silane based nanosols were prepared and coated to cotton fabrics by pad-dry-cure method. Morphological structures of coated fabric were determined by FTIR-ATR and SEM-EDS instruments. LOI test, DTA-TG analysis, cone calorimeter analysis, vertical flame retardancy test, ash content analysis and pyrolysis gas chromatography-mass spectroscopy analysis were carried out to determine flame retardancy properties of coated fabrics. In addition, tensile strength, add-on, whiteness and yellowness index values of coated fabrics were measured.

**KEYWORDS:** Sol-gel technology, nanotechnology, huntite, huntite-hydromagnesite, fire retardancy, cotton fabric

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

<b>ÖZET</b> .....	<b>i</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>ii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>iii</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>iv</b>
<b>TABLO LİSTESİ</b> .....	<b>vi</b>
<b>KISALTMA ve SİMGELER</b> .....	<b>vii</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>ix</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
1.1 Güç Tutuşurluk Bitim İşlemleri Hakkında Genel Bilgi .....	2
1.2 Güç Tutuşurluk Test Yöntemleri Hakkında Genel Bilgi .....	8
1.3 Sol-Jel Teknolojisi Hakkında Genel Bilgi .....	10
1.4 Huntit-Hidromanyezitin Özellikleri ve Kullanım Alanları .....	17
1.5 Literatür Özeti .....	21
<b>2. YÖNTEM</b> .....	<b>30</b>
2.1 Materyal ve Metod.....	30
2.2 Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri .....	33
2.2.1 Kütleli Artış Tespiti.....	34
2.2.2 Kül İçeriği Tespiti .....	34
2.2.3 pH Ölçümü.....	35
2.2.4 Beyazlık ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü.....	35
2.2.5 Kopma Mukavemeti Analiz.....	35
2.2.6 Limit Oksijen İndeksi (LOI) .....	36
2.2.7 Dikey Yakma Güç Tutuşurluk Testi .....	36
2.2.8 Diferansiyel Termal Analiz ve Termogravimetrik Analiz.....	36
2.2.9 Piroliz Gaz Kromatografisi (Pyrolysis GC-MS) Analizi.....	37
2.2.10 Koni Kalorimetresi Analizi.....	37
2.2.11 Tarama Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) Analizi.....	37
2.2.12 Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopi ile (FTIR-ATR) Yapısal Analiz .....	38
<b>3. BULGULAR</b> .....	<b>39</b>
3.1 Kumaşların Kütleli Artış Değerleri .....	39
3.2 Kumaşların Kül İçeriği Sonuçları.....	40
3.3 Kumaşların Beyazlık ve Sarılık İndeksleri .....	41
3.4 Kumaşların Kopma Mukavemeti Sonuçları.....	42
3.5 LOI Test Sonuçları .....	43
3.6 Dikey Yakma Güç Tutuşurluk Test Sonuçları .....	45
3.7 Koni Kalorimetre Test Sonuçları.....	46
3.8 DTA-TG Test Sonuçları.....	50
3.9 Piroliz GC-MS Analizi Sonuçları.....	53
3.10 SEM-EDS Analizi Sonuçları.....	58
3.11 FTIR-ATR Analizi Sonuçları.....	60
<b>4. SONUÇ VE ÖNERİLER</b> .....	<b>64</b>
<b>5. KAYNAKLAR</b> .....	<b>68</b>

## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

<b>Şekil 1.1:</b> Güç tutuşurluk malzemesi kullanılmayan bir ortamda yangın anı başlangıcı.....	3
<b>Şekil 1.2:</b> Güç tutuşurluk kullanılmış bir ortamda yangın başlangıç anı .....	3
<b>Şekil 1.3:</b> Selülozun pirolizi sonucu açığa çıkan bazı maddeler .....	5
<b>Şekil 1.4:</b> Pamuğun ısı ile ısıl degradasyonunun şematik gösterimi .....	6
<b>Şekil 1.5:</b> Tekstillerin yanma döngüsü şeması.....	7
<b>Şekil 1.6:</b> LOI testi .....	8
<b>Şekil 1.7:</b> Dikey güç tutuşurluk testi cihazı (a)alttan yakma (b) kalıntı türü.....	9
<b>Şekil 1.8:</b> Koni kalorimetre testi görüntüleri. ....	10
<b>Şekil 1.9:</b> Sol-jel prosesi aşamaları .....	11
<b>Şekil 1.10:</b> Sol ve jel oluşumunun şematik gösterimi. ....	12
<b>Şekil 1.11:</b> Sol-jel prosesinde kullanılan katalizörler.....	13
<b>Şekil 1.12:</b> Sol-jel prosesinin (a)asidik ve (b)bazik hidroliz reaksiyon adımlarının gösterimi. ....	13
<b>Şekil 1.13:</b> Hidroliz (a) , (b) ve (c) metal alkoksitlerin kondenzasyonu .....	14
<b>Şekil 1.14:</b> Başlatıcı olarak TEOS kullanılarak elde edilen 3 boyutlu ağ oluşumu. ....	14
<b>Şekil 1.15:</b> Sol-jel yöntemi ile farklı formlarda malzeme üretimi .....	15
<b>Şekil 1.16:</b> Polimerik jel ve koloidal jel ile farklı formlarda materyaller eldesi .....	15
<b>Şekil 1.17:</b> Çeşitli tekstil yüzeyleri ile başlatıcıların reaksiyonu .....	16
<b>Şekil 1.18:</b> Nanosollerin farklı yöntemlerle (a), (b) tekstil materyaline aktarılması .....	16
<b>Şekil 1.19:</b> Tekstil materyalleri için sol-jel uygulamaları .....	17
<b>Şekil 1.20:</b> Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin uygulama olanakları.....	17
<b>Şekil 1.21:</b> Huntit(a) ve hidromanyezit (b) partiküllerinin SEM görüntüsü.....	18
<b>Şekil 1.22:</b> Sırasıyla doğal hidromanyezit(a), huntit(b) ve yaklaşık 60:40 doğal hidromanyezit ve huntit karışımı(Ultracarb)'nın TGA analizleri. ....	19
<b>Şekil 1.23:</b> Farklı zincir uzunluklarına sahip başlatıcılar. ....	23
<b>Şekil 1.24:</b> Farklı sayıda hidrolize edilebilir gruba sahip başlatıcılar. ....	23
<b>Şekil 1.25:</b> Farklı daldırma sürelerinde işlem gören kumaş örneklerinin dikey yakma testi sonrası görüntüleri. ....	24
<b>Şekil 2.1:</b> Sol-jel yöntemi ile kumaşların kaplanması için işlem akışının şematik gösterimi.....	33
<b>Şekil 3.1:</b> Kaplanmış kumaşların kütle artışı grafiği.....	40
<b>Şekil 3.2:</b> Kumaş numunelerinin kül içeriği grafiği (%) .....	41
<b>Şekil 3.3:</b> İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların beyazlık ve sarılık indeks analizleri grafiği.....	42

<b>Şekil 3.4:</b> Kumaş numunelerinin kopma mukavemeti değerleri grafiği.....	43
<b>Şekil 3.5:</b> LOI sonuçları grafiği .....	44
<b>Şekil 3.6:</b> LOI analizi sonrası numunelerin görüntüleri .....	44
<b>Şekil 3.7:</b> Dikey yakma güç tutuşurluk testi sonrası numunelerin yanma değerleri .....	45
<b>Şekil 3.8:</b> Dikey yanma testi sonrası numunelerin görüntüleri.....	46
<b>Şekil 3.9:</b> Koni kalorimetre testi sonucunda kumaş numunelerinin görüntüleri .....	48
<b>Şekil 3.10:</b> Kumaş numunelerinin zamana karşı THR(MJ/m <sup>2</sup> ) grafiği .....	49
<b>Şekil 3.11:</b> Kumaş numunelerinin zamana karşı HRR (kW/m <sup>2</sup> ) grafiği .....	49
<b>Şekil 3.12:</b> Kumaş numunelerinin zamana karşı TSR (m <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> ) grafiği .....	50
<b>Şekil 3.13:</b> İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaş numunelerinin DTG grafiği .....	51
<b>Şekil 3.14:</b> İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaş numunelerinin TG grafiği.....	52
<b>Şekil 3.15:</b> (a) İşlemsiz kumaş, (b) HH1 ve (c) HH8 reçete ile kaplanmış numunenin py-GC-MS grafiği .....	57
<b>Şekil 3.16:</b> İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların SEM görüntüleri .....	58
<b>Şekil 3.17:</b> İşlem görmemiş ve kaplanmış numunelerin FTIR-ATR grafikleri.....	61
<b>Şekil 3.18:</b> HH1, HH2, HH3 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.....	61
<b>Şekil 3.19:</b> HH4, HH5 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.....	62
<b>Şekil 3.20:</b> HH6 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.....	62
<b>Şekil 3.21:</b> HH7, HH8 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.....	63

## TABLO LİSTESİ

### Sayfa

<b>Tablo 1.1:</b> Bazı liflerin ısı parametreleri ve LOI değerleri .....	4
<b>Tablo 1.2:</b> Dönemsel olarak güç tutuşurluk malzemelerinde gelişmeler .....	6
<b>Tablo 1.3:</b> Metal alkoksitlerin adlandırılması .....	12
<b>Tablo 2.1:</b> Sol-jel ile yapılacak kaplamanın iş akış tablosu .....	32
<b>Tablo 3.1:</b> Kumaş numunelerinin kütleli artış, beyazlık ve sarılık indeksleri, kopma mukavemeti artış/azalış miktarları, LOI, kül içeriği değerleri ve dikey yakma testi sonuçları .....	39
<b>Tablo 3.2:</b> HH1, HH8 reçete ile kaplanmış ve işlem görmemiş kumaş numunelerinin koni kalorimetri analizi sonuçları.....	47
<b>Tablo 3.3:</b> İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların DTA ve TG sonuçları.....	50
<b>Tablo 3.4:</b> İşlem görmemiş pamuklu kumaşın pirolizden elde edilen ürünler .....	54
<b>Tablo 3.5:</b> HH1 reçete ile kaplanmış numunenin pirolizden elde edilen ürünler .....	55
<b>Tablo 3.6:</b> HH8 reçete ile kaplanmış numunenin pirolizden elde edilen ürünler .....	56
<b>Tablo 3.7:</b> HH1, HH8 reçeteleri kaplanmış numunelerin ve işlem görmeyen pamuklu numunenin piroliz ürünlerinin tipleri ve yüzdeleri.....	57
<b>Tablo 3.8:</b> Kumaş numunelerinin EDS analizi sonucu element bileşimleri.....	59

## KISALTMA ve SİMGELER

<b>APS</b>	:	Amonyum persülfat
<b>aSPR</b>	:	Ortalama duman üretim hızı
<b>aMLR</b>	:	Ortalama kütle kayıp oranı
<b>aSEA</b>	:	ortalama spesifik sönüm oranı
<b>°C</b>	:	Santigrat derece
<b>CaO</b>	:	Kalsiyumoksit
<b>CO</b>	:	Karbonmonoksit
<b>CO<sub>2</sub></b>	:	Karbondioksit
<b>DTA</b>	:	Diferansiyal Termal Analiz
<b>DTG</b>	:	Diferansiyal Termal Gravimetri
<b>EDS</b>	:	Enerji Dağılım Spektroskopisi
<b>EHC</b>	:	Efektif Yanma Isısı
<b>FTIR</b>	:	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
<b>FO</b>	:	Alev sönme süresi
<b>GPTMS</b>	:	Glisidiloksipropil trimetoksi silan
<b>g</b>	:	gram
<b>g/s</b>	:	gram/saniye
<b>gr</b>	:	gram
<b>gr/m<sup>2</sup></b>	:	gram/metre kare
<b>HH</b>	:	Huntit-hidromanyezit
<b>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></b>	:	Hidrojen Peroksit
<b>HRC</b>	:	Isı serbest bırakma kapasitesi
<b>HRR</b>	:	Isı salım oranı
<b>kg</b>	:	Kilogram
<b>kg/kg</b>	:	Kilogram/Kilogram
<b>kW/m<sup>2</sup></b>	:	Kilowatt/metre kare
<b>LOI</b>	:	Sınırlayıcı oksijen indeksi
<b>m<sup>2</sup></b>	:	metre kare
<b>m<sup>2</sup>/m<sup>2</sup></b>	:	metre kare/metre kare
<b>m<sup>2</sup>/s</b>	:	metre kare/saniye
<b>m<sup>2</sup>/kg</b>	:	metre kare/kilogram
<b>MARHE</b>	:	Maksimum ortalama ısı serbest bırakma
<b>mH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>+VTES</b>	:	HH2 reçetesinde huntit-hidromanyezitin öğütülerek kullanıldığını ifade eder.
<b>MJ/kg</b>	:	Mega jül/kilogram
<b>MJ/m<sup>2</sup></b>	:	Mega jül/metre kare
<b>MgO</b>	:	Magnezyum oksit
<b>ml</b>	:	Mililitre
<b>ML</b>	:	Kütle kaybı
<b>MLR</b>	:	Kütle kayıp oranı
<b>N</b>	:	Newton
<b>pkHRR</b>	:	Isı serbest bırakma piki
<b>PP</b>	:	Potasyum Permanganat/KM <sub>n</sub> O <sub>4</sub>
<b>SEA</b>	:	Spesifik sönme alanı
<b>s/sn</b>	:	saniye
<b>SEM</b>	:	Tarama Elektron Mikroskobu
<b>SPR</b>	:	Duman üretim hızı

<b>Tc</b>	:	Yanma sıcaklığı
<b>TEOS</b>	:	Tetraetoksisilan
<b>THR</b>	:	Toplam ısı serbest bırakma
<b>Tg</b>	:	Camlaşma sıcaklığı
<b>TG</b>	:	Termo gravimetri
<b>TGA</b>	:	Termo gravimetrik analiz
<b>Tm</b>	:	Erime sıcaklığı
<b>Tmax</b>	:	Maksimum ağırlık kaybı sıcaklığı
<b>Tp</b>	:	Piroliz sıcaklığı
<b>Tonset</b>	:	Kütle kaybının gerçekleştiği sıcaklık
<b>TSR</b>	:	Toplam duman serbest bırakma
<b>TSP</b>	:	Toplam duman üretimi
<b>TTI</b>	:	Tutuşma süresi
<b>VTES</b>	:	Viniltrietoksisilan



## ÖNSÖZ

Tez çalışmamın her aşamasında beni cesaretlendiren, yardımcı olan ve desteğini esirgemeyen değerli danışman hocam Sayın Doçent Doktor Nurhan Onar Çamlıbel'e teşekkürlerimi bir borç bilirim. Tez çalışmam esnasında deneylerime katkı ve yardımda bulunan Pamukkale Üniversitesi Doktor Öğretim Üyesi Buket Arık'a teşekkürlerimi sunarım.

Pamukkale Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine (2018FEBE070) ve tezimin test aşamasında Py-GSMS analizi için desteklerinden dolayı Ondokuz Mayıs Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği bölümünden Doçent Doktor Selim Ceylan'a teşekkür ederim. Ayrıca yaklaşık 3 yıldır çalışmakta olduğum Gökhan Tekstil A.Ş. Boyahanesi çalışma arkadaşlarıma ve saygıdeğer müdürüm Ayşegül Öğüt'e yardım ve desteklerinden dolayı çok teşekkür ederim.

Son olarak hayatımın her döneminde maddi, manevi yanımda olan ve sonsuz desteklerinden dolayı annem Nedret Topçu'ya, babam Mehmet Topçu'ya, abim Gürses Topçu'ya ve desteğini benden hiç esirgemeyen kız arkadaşım Merve Coşgun'a sonsuz teşekkür ederim.

# 1. GİRİŞ

Tekstil materyallerinin yüzey modifikasyonunda sol-jel teknolojisinin kullanımı malzeme bilimlerindeki gelişmelerle son 10 yılda büyük önem kazanmıştır. Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin kullanımı ile tekstil materyallerine fotokromik, elektrokromik ve termokromik, aşınma dayanımı, filtrasyon, adsorpsiyon ve seçici-geçirgenlik, UV-koruyucu, antistatik, antimikrobiyal, kendi-kendini temizleme, buruşmazlık, süperhidrofobluk, su-kir-yağ iticilik ve güç tutuşurluk özellikleri gibi çok çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılabilir. Tekstil işletmesine de kolaylıkla uygulanabilen ve basit bir uygulama yöntemine sahip olan sol-jel teknolojisi ile nanoboyutta kaplanan filmler ile tekstil materyaline fonksiyonel özellikleri tek bir proses ile kazandırılmaktadır. Bu tez çalışmasında; sol-jel teknolojisi kullanarak huntit-hidromanyezit karışımı katkısı ile inorganik kondense fazda etkinlik gösteren halojen içermeyen çevre dostu güç tutuşurluk maddelerinin kalıcı olarak pamuklu kumaşa aktarılması ile güç tutuşur özellik kazandırılması ve bu özelliğin geliştirilmesi amaçlanmıştır.

Günümüzdeki konvansiyonel bitim işlemlerinin çok yüksek konsantrasyonda (300-500 g/l) kimyasal madde, su ve enerji sarfiyatına neden olması ve çevreye ve/veya insan sağlığına zararlı atıklara sebep olur. Bu atıklar absorbe edilebilir organik halojenler ve/veya formaldehit içerikli/açığa çıkaran (AOX) çok miktarda atık yükü oluşturması ve çoğu bitim maddesinin yurt dışı menşeli firmalar tarafından üretilmesi ve yurtdışına bağımlılığı artırması gibi çok fazla dezavantajı vardır. Bu tez çalışmasında kullanılan nanosoller ve en önemli kaynakları Türkiye ve özellikle Denizli’de çıkarılıyor olan huntit-hidromanyezitin kullanılması ile bu dezavantajların ortadan kaldırılması mümkündür. Sol-jel teknolojisi ile tek adımda ve daha az kimyasal madde/su/enerji kullanarak tekstil materyallerine etkili ve dayanıklı güç tutuşurluk özelliği kazandırılmaktadır. Böylece katma değeri ve rekabet edebilirliği yüksek ürünler sol-jel teknolojisi ile üretilebilmektedir. Sol-jel teknolojisi kanserojen içerikli insan sağlığına ve çevreye zararlı AOX içermez. Ayrıca halojen içermeyen ve formaldehit açığa çıkarmayan ürünler üretebilen bir yöntemdir.

Günümüzde özellikle ihraç ürünlerinde Avrupa Birliğinin getirmiş olduğu kimyasal madde sınırlamaları gittikçe artmakta ve pek çok ürün reklamasyona uğrayarak firmaların zarar etmesine neden olmaktadır. Bu nedenle nanoteknolojik ve çevre dostu uygulamaların önemi günden güne artmaktadır. Geliştirilen bu ürünler Türkiye ve Dünya pazarında yüksek rekabet edebilirliğe ve katma değere sahip olacaktır.

Literatürde özellikle sol-jel teknolojisi ile fosfor (P), azot (N) ve silika (SiO<sub>2</sub>) içeren başlatıcılar kullanılmıştır. Bu başlatıcıların sinerjik güç tutuşurluk etkilerinden faydalanmak amacı ile tekstil materyallerine güç tutuşurluk özellik kazandırılmaya çalışılmıştır. Fakat güç tutuşur özellikleri bilinen ve en fazla kaynağının Türkiye (Denizli) ve Yunanistan'da bulunduğu huntit-hidromanyezit karışımının kompozit polimerlere katkı maddesi olarak kullanılmasına rağmen tekstil malzemelerine aktarılması üzerine ayrıntılı bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır. Sol-jel yöntemi ile kumaşlara güç tutuşur özellik kazandırmak özellikle döşemelikler, perdeler ve masa örtüleri gibi ev tekstil ürünlerinde ve askeri tekstiller gibi teknik tekstil ürünlerde kullanım alanı bulacaktır.

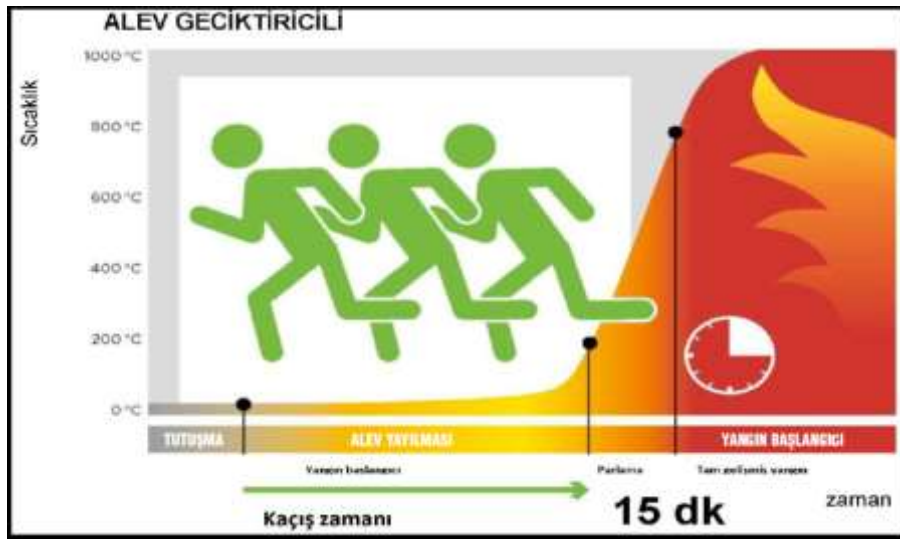
## **1.1 Güç Tutuşurluk Bitim İşlemleri Hakkında Genel Bilgi**

Güç tutuşurluk bitim işlemi tekstil malzemelerinin önemli bir bitim işlemidir. Yangınlarda dünya çapında her yıl binlerce insanın ölmesinden dolayı güç tutuşurluk işlemleri her zaman büyük bir öneme sahip olmuştur. Sofa veya paspasa düşen sigaradan, mumla temas eden perdeden vs. evde çıkan yangınları sık sık duyulmaktadır (Mahltig ve diğ. 2005<sup>a</sup>). İngiltere'de her yıl yangınlar sonucu 800-900 kişi hayatını yitirmekte ve 15000 kişi yaralanmaktadır. Ölümlerin çoğu dumanın ve karbonmonoksit gibi toksik gazların solunması ile yaralanmaların çoğu ise yanma sonucu açığa çıkan ısı sonucu meydana gelmektedir (Price ve diğ. 2001). Günlük yaşamımızda tekstiller halılardan döşemeliklere, yatak örtülerinden perdeler ve günlük kıyafetlerimize kadar pek çok kullanıma sahiptirler ve tekstil materyallerinin çoğu organik ve kolay tutuşur özelliğe sahiptir. Tutuşmada birincil kaynak tekstillerdir. Tekstiller alevin hızla yayılmasına katkıda bulunmaktadır. Fakat tekstiller olmaksızın istenen estetik özelliklere ve konfora sahip bir oda yapmak mümkün değildir. Dolayısıyla tekstil materyallerine güç tutuşurluk özelliği kazandırmak önemlidir.

Güç tutuşurluk malzemeleri eklendiği materyalin alevlenebilirliğini azaltmaktadır. Klasik ürünlerin kullanımından çıkan yangınlarda 5 dakika olan yangından kaçış zamanının, güç tutuşurluk malzemesi katkılı ürünlerde 15 dakika olduğu literatürde belirtilmiştir (Şekil 1.1 ve Şekil 1.2). Güç tutuşurluk malzemeleri; yangının başlama riskini azalttığı gibi yangının yayılma riskini de azaltmaktadır. Bu fonksiyon ile kaçış zamanını arttırarak can kayıplarını ve yaralanmaları azaltmakta, aynı zamanda ciddi maliyet kayıplarının ve olumsuz çevresel etkilerin önüne geçmektedirler (Yücel ve Gül 2017).



Şekil 1.1: Güç tutuşurluk malzemesi kullanılmayan bir ortamda yangın anı başlangıcı (Yücel ve Gül 2017).



Şekil 1.2: Güç tutuşurluk kullanılmış bir ortamda yangın başlangıcı (Yücel ve Gül 2017).

Yanma; yakıt, ısı ve oksijene ihtiyaç duyan ekzotermik bir reaksiyondur. Tekstil materyallerinin yanış özellikleri lifin tipine, karışım özelliklerine, kumaşın yapısı ve üzerindeki terbiye maddelerinin cinsine ve alev kaynağının yapısı, temas süresi ve kumaş ile temas noktası (kumaşın yüzü, altı gibi) ve kumaşın yanış açısı gibi özelliklere bağlıdır (Schindler ve Hauser 2004; Pabelina ve diğ. 2012; Ömeroğulları ve Kut 2012; Horrocks 2001). Doğal lifler termoplastik değildir, dolayısıyla ısı kaynağına maruz bırakıldıklarında, yumuşama veya erime olmadan ısıl bozunma (piroliz) ve sonra yanma gerçekleşir. Fakat termoplastik özellikte sentetik lifler ısı kaynağı maruziyeti ile piroliz sıcaklığına ulaşmadan önce erir, damlayarak alevden uzaklaşır. Dolayısıyla farklı liflerin camlaşma, erime, kendiliğinden tutuşma ve kritik tutuşma sıcaklıkları ve dolayısıyla Limit Oksijen İndeksi (LOI) değerleri farklıdır. Tablo 1.1’de bazı liflerin ısıl parametreleri ve LOI değerleri görülmektedir. 24 ve üzeri LOI değerleri liflerin güç tutuşurluk özelliklerini göstermektedir.

**Tablo 1.1:** Bazı liflerin ısıl parametreleri ve LOI değerleri (Horrocks ve Tunc 1989; Çoban 1999).

Lif Cinsi	Tg <sup>1</sup> (°C)	Tm <sup>2</sup> (°C)	Tp <sup>3</sup> (°C)	Tc <sup>4</sup> (°C)	LOI(%)	Termoplastik
Yün	-	-	245	600	25	-
Pamuk	-	-	350	350	18.4	-
Viskon rayon	-	-	350	420	18.9	-
Naylon 6	50	215	431	450	20-21.5	+
Naylon 6.6	50	265	403	530	20-20.1	+
Polyester	85	255	420-427	480	20-21	+
Poliakrilonitril	100	220	290	250	18.2	+
Polipropilen	-20	165	469	550	18.6	+
Modakrilik	80	240	273	690	29-30	+
PTFE	126	327	400	560	95	+
Nomeks	275	325	410	500	28.5-30	+
Kevlar	340	-	590	550	29	-
PBI	400	-	500	500	40-42	-

-:Termoplastik yapıda değil;

+:Termoplastik yapıda

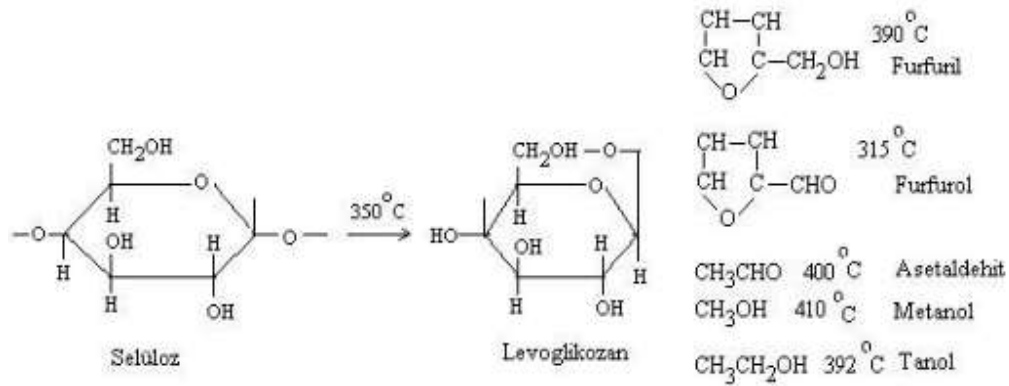
<sup>1</sup> Tg: Camlaşma sıcaklığı

<sup>2</sup> Tm: Erime sıcaklığı

<sup>3</sup> Tp: Kritik tutuşma sıcaklığı (piroliz)

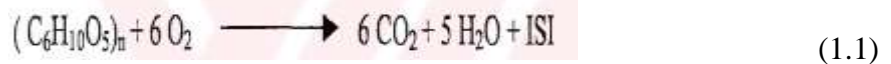
<sup>4</sup> Tc: Kendiliğinden tutuşma sıcaklığı

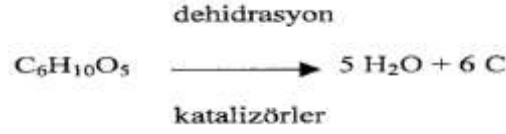
Selülozun piroliz reaksiyonu iki basamakta meydana gelmektedir. Birinci basamakta sıcaklık 300 °C'den daha düşüktür. Meydana gelen temel prosesler molekül ağırlıklarında ve polimerizasyon derecesinde düşme, serbest radikallerin oluşumu, suyun açığa çıkması ve karbonil ile karboksil gruplarının oluşmasıdır. Bu olaylar esnasında ortama CO yanıcı ve CO<sub>2</sub> gibi yanıcı olmayan gazların salımı artar ve geriye kömürleşmiş atık kalır. Glikozun termal parçalanması sonucu Levoglukoza ve levoglukozenon ürünleri oluşur. Levoglukoza oluşumu yanıcı gazların ve yanıcı ürünlerin oluşumunu artırır. Şekil 1.3'te selüloz pirolizi sonucu furfural, furfural, asetaldehit, metanol ve etanol gibi çeşitli yanıcı maddeler açığa çıkmaktadır. İkinci basamakta 350 °C sıcaklıkta eğer dışarıdan bir kıvılcım etkisi varsa, karışım tutuşmaya başlar, dolayısıyla 350 °C sıcaklık, pamuk lifi için kritik tutuşma sıcaklığıdır. Pamuk lifi 400 °C'ye kadar ısıtıldığında açığa çıkan yanıcı gaz karışımı aşırı derecede artacağından, dışarıdan herhangi bir etki olmaksızın lif kendiliğinden tutuşur (Çoban 1999).



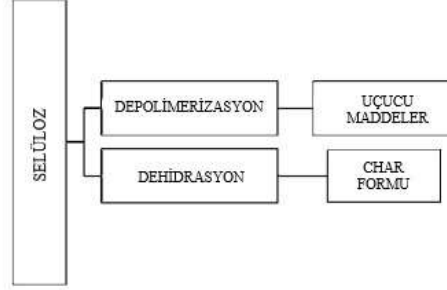
Şekil 1.3: Selülozun pirolizi sonucu açığa çıkan bazı maddeler (Çoban 1999).

Selülozun ısı maruziyeti sonucunda 2 farklı reaksiyon gerçekleşebilir. Bu reaksiyonlar (1.1), (1.2) ve Şekil 1.4'te gösterilmiştir. Normalde bu iki reaksiyon birlikte gerçekleşir. Fakat güç tutuşurluk kimyasallarının kullanılması ile reaksiyon dehidrasyon reaksiyonu yönüne kaymakta ve bu da liflerin yanış özelliklerini değiştirmektedir. Dehidrasyonda piroliz daha düşük bir sıcaklıkta başlar, malzemelerin DTA-TG analizinde T<sub>onset</sub> sıcaklıkları daha düşük sıcaklıklara düşer ve daha az ısı açığa çıkar ve daha az uçucu ve yanıcı gaz üretilir ve kömür oluşumu artar (Car 1995).





(1.2)



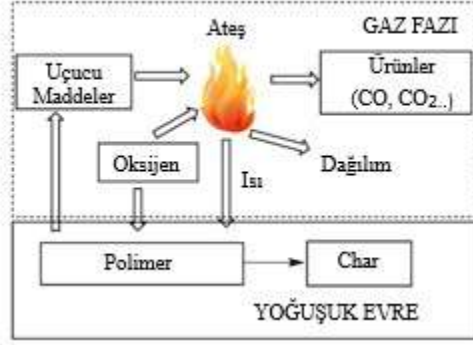
**Şekil 1.4:** Pamuğun ısı ile ısıl degradasyonunun şematik gösterimi (Alongi ve Malucelli 2015).

Endüstriyel kullanım sürecinde güç tutuşurluk malzemelerinin gelişiminde neden olan olaylar ve çözümleri Tablo 1.2’de verilmiştir.

**Tablo 1.2:** Dönemsel olarak güç tutuşurluk malzemelerinde gelişmeler (Yücel ve Gül 2017).

Güç tutuşurluk Malzemelerinin Geliştirilmesi Süreci		
10 Yıllık Dönemler	Olaylar	Çözümler
1960	Ciddi yangınlara sebep olan ucuz polimer ürünler	Tutuşma sıcaklığının indirilmesi
1970	Kaçış için yangın dumanının ana faktör olması	Dumanın Azaltılması
1980-1990	Isı dağılımını ölçmek için koni kalorimetrenin gelişmesi	Zirve ısılarını indirme
2000	Çevreye zararlı halojen gazların bulunması	Halojensiz ürün kullanımı
2010	İklim değişikliği ve diğer çevresel duyarlılıkların ana akım olması	Sürdürülebilir ekosistem

Tekstil malzemelerini güç tutuşur yapmak için çeşitli yöntemler vardır. Bazı organik (Aromatik poliamidler, Kevlar, PVC, Nomex, karbon lifleri) ve inorganik (cam lifleri) lifler kendi yapılarından dolayı güç tutuşur özellik göstermektedirler. Bazı liflerin üretimlerinde kopolimerizasyon aşamasında veya lif çekimi sırasında modifikasyonlar veya güç tutuşur madde ilavesi gerçekleştirilebilir (Hilado 1974). Güç tutuşurluk maddelerinin ilavesi ile Şekil 1.5’de görülen yanma döngüsü kırılabilir ve gaz fazında (halojen içeren maddeler) veya kondense fazda (halojen içermeyen maddeler, fosfor içerikli bileşikler ve kömür oluşumunu artırıcı inorganik tozlar) güç tutuşurluk etkisi gösterebilirler.



Şekil 1.5: Tekstillerin yanma döngüsü şeması (Malucelli 2016).

Genel olarak, güç tutuşur maddelerin işlevlerini sıralayacak olursak; piroliz prosesini değiştirerek, açığa çıkan yanıcı gazların miktarını azaltabilir ve aynı zamanda karbon kalıntısı gibi kömür oluşumunu sağlayarak tekstil materyali ve alev arasındaki ısı ve kütle transferini kontrol edip sınırlanabilmektedir. Klorlu veya bromlu bileşenler gibi maddelerle güç tutuşur etki ile tutuşma geciktirilebilir. Tekstil materyali alev veya ısı kaynağıyla etkileşime geçtiğinde alev ısısı ile reaksiyona girerek şişen bir koruyucu tabaka (termal bariyer) oluşumu veya kömürleşme oluşumu sağlanabilir (Salmeia 2016). Yani güç tutuşurluk sağlayıcı kimyasal malzemeler ile kumaşın piroliz rotasını değiştirerek, depolimerizasyonu en aza indirip, yanıcı atıkların oluşumunu (örneğin selüloz için levo-glukozan) azaltıp, dehidrasyonu teşvik ederek su ve katı kül oluşumunu arttırabilirler.

Güç tutuşurluk katkı maddeleri, yanmayı gerçekleştiren veya körükleyen koşulları engelleme yönünde işlev görmektedirler. Güç tutuşurluk katkı maddeleri, ortamdaki oksijeni yok ederek alevi söndürür veya ısıyı absorblayarak su buharı ve/veya karbondioksit açığa çıkarır ve sıcaklığı düşürür. Çeşitli güç tutuşurluk katkı maddeleri sinerjik etkilerinden dolayı, birlikte kullanılırlar. Araştırmalar, yangın sırasında insan için en tehlikeli unsurun alev veya sıcaklığın olmadığı; gerçek tehlikenin yanma sırasında açığa çıkan zehirli ve yoğun duman olduğunu ortaya koymuştur. Yangın sırasında hem alevin geciktirilmesi, hem de zararlı gazlar ve dumanın önlenmesi, söz konusu güç tutuşurluk maddelerinin kullanımı ile mümkün olabilmektedir (Kangal 2004).

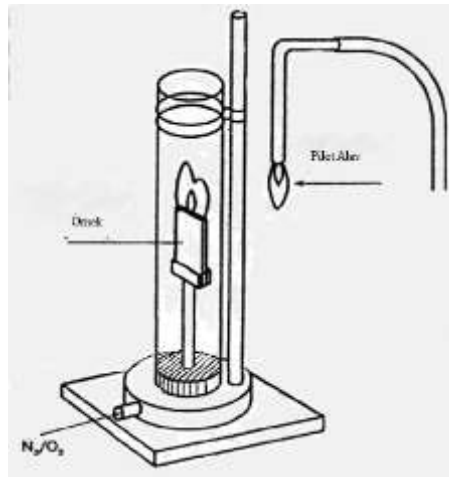
Tekstil materyallerin güç tutuşurluk işlemleri için kullanılan çeşitli kimyasal maddeler; karbonatlar, borat ve amonyum tuzları, boraks/borik asit, diamonyum fosfat, çinko klorür gibi bileşikler, fosfor ve azot bileşikleri (sinerjik etki),

aliminyumhidroksit, aliminyumtrihidrat ve kalsiyumkarbonat, antimon oksiklorit, halojen içerikli güç tutuşurluk maddeleri ve ticari bir güç tutuşurluk maddesi olan Tetrakis (hidroksimetil) fosfonyum kloritdir (THPC) (Proban işlemi).

## 1.2 Güç Tutuşurluk Test Yöntemleri Hakkında Genel Bilgi

Tekstil materyallerinin güç tutuşurluk özelliklerini tespit etmek kullanılan testler ise LOI testi (ISO 4589 ve ASTM D2863), dikey güç tutuşurluk testi (DIN54336, BS 5438 ve EN ISO 6941), alev yayılması (UL-94, EN 60695 11-10, ASTM D 635-03 ve D 3801-00), mikro-yanma kalorimetresi (ASTM D7309-13), DTA-TG analizi ve koni kalorimetre (ISO 5660) testleri olarak sıralanabilir (Salmeia 2016).

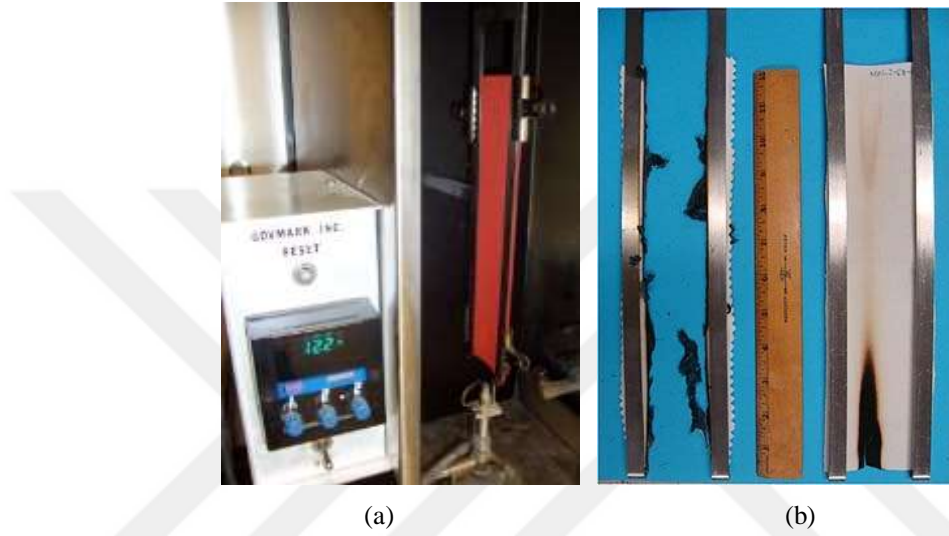
LOI, bir malzemenin yanması için ortamda bulunması gereken hava karışımındaki oksijen yüzdesi olarak ifade edilmektedir. Yani LOI testi oksijen/(azot+oksijen) oranıdır (Şekil 1.6). Bu değer yükseldikçe malzemenin yanıcılığı da doğal olarak düşmektedir. Tekstil materyalleri LOI değerleri hacimce % 21 seviyesine kadar hızlıca, LOI değeri hacimce % 21-25 arasında ise yavaşça yanmaktadır. LOI değeri hacimce % 26 üzerinde olduğunda ise güç tutuşurluk özellikleri olduğunu göstermektedir. (Salmeia 2016).



Şekil 1.6: LOI testi (Web1 2017).

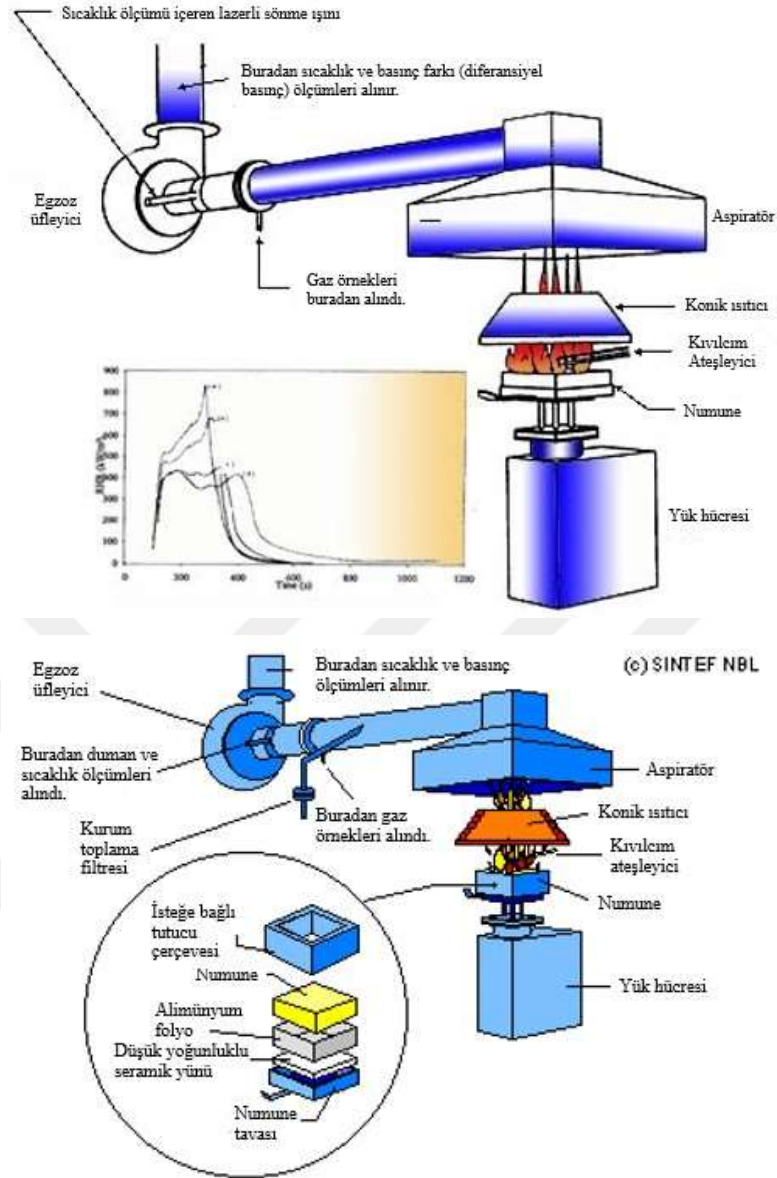
Bir tekstil materyalinin yanıcılığını değerlendirmek için, basit ateşleme testleri (BS 5438 ve EN ISO 6941 gibi pek çok standartta kullanılır) başka bir olağan yaklaşımı temsil eder. Daha spesifik olarak, dikey olarak yönlendirilmiş bir kumaş

numunesinin yüzüne veya alt kenarına standart bir gaz alevi uygulanır. Ateşleme gözle yapılan gözleme dayalıdır ve örnek kumaşın yanması için gereken süre kaydedilir. Ateşleme kaynağı uzaklaştırıldıktan sonra alev numunenin sonundaki herhangi bir ucuna ulaştığında tekstil materyali testi geçemez. Alev söndüğünde; alevli yanma süresi (afterflame), parıltılı yanma süresi (afterglow), son parıltı sonrası kömür uzunluğu, deliklerin boyutu ve herhangi bir kalıntı türü (erimiş damla vb.) iyice değerlendirilir (Şekil 1.7) (Salmeia 2016).



Şekil 1.7: Dikey güç tutuşurluk testi cihazı (a) alttan yakma (b) kalıntı türü (Web2 2018; Nguyen 2012).

Koni kalorimetre testleri (ISO 5560'a göre) erken yanmaya ilişkin standart laboratuvar tezgah ölçekli model haline gelmiştir. Kontrollü radyan ısı kaynağına maruz kalmış bir yanan materyalin ısı yayma hızını ve tutuşmanın etkili ısısını değerlendirir. Genellikle, Tutuşma Süresi (TTI), Toplam Isı Yayınımı (THR), Isı Yayınım Oranı ve bu tekabül eden zirve (HRR ve pkHRR), Yanmanın Efektif Isısı (EHC), Kütle Kaybı (ML) ve Kütle Kaybı Oranı (MLR) gibi parametreleri değerlendirebilir. Koni kalorimetresi, duman üretimini değerlendirmek için de kullanılabilir. Bu durumda CO ve CO<sub>2</sub> konsantrasyonlarının belirlenmesinin yanı sıra duman yoğunluğunun değerlendirilmesi gibi parametreleri de içerir (Şekil 1.8) (Salmeia 2016).

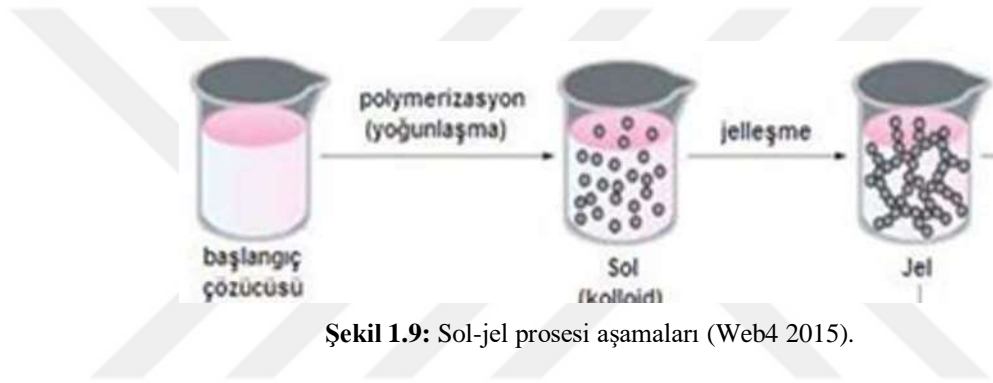


Şekil 1.8: Koni kalorimetre testi görüntüleri (Web3 2018).

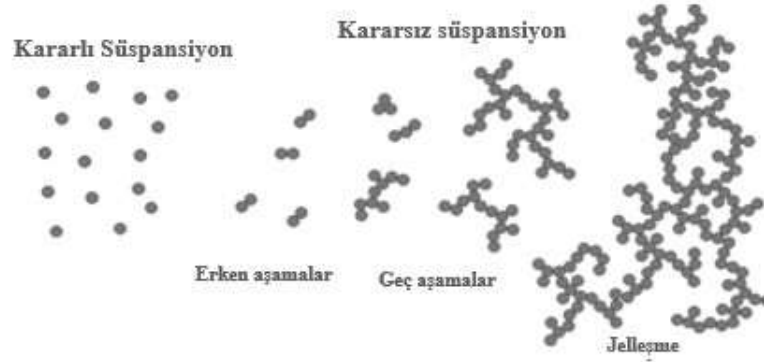
### 1.3 Sol-Jel Teknolojisi Hakkında Genel Bilgi

Tekstil bitim işlemleri ile tekstil materyallerine çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılmaktadır. Son yıllarda tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojisinin kullanımı ile tekstil materyallerine fonksiyonel özellikler kazandırmak üzerine çok sayıda araştırma yapılmıştır. Sol-jel teknolojisinin bitim işlemlerinde kullanılması daha düşük konsantrasyonda kimyasal madde kullanımı, daha düşük sıcaklıkta çalışma, düşük maliyet, yüksek etkinlik ve dayanıklılık, çevre dostu uygulama olması, tek adımda pek çok fonksiyonel özelliğin tekstil materyaline kazandırılabilmesi, kolay

aplikasyon ve tekstil işletmelerinde kolay uygulanabilirlik ve özel ekipman gerektirmeme gibi avantajlara sahiptir (Ismail 2016). Bununla birlikte başlatıcı maddelerin fiyatlarının yüksek olması bu işlemin bir dezavantajı olmasına karşın, nanoteknolojik bir uygulama olan sol-jel prosesinde kimyasal maddelerin düşük konsantrasyonda kullanılarak yüksek etkinlik sağlaması bu dezavantajını ortadan kaldırmaktadır. Sol-jel prosesinin tanımına geçmeden önce sol ve jelin tanımını yapmakta fayda vardır. Sol, bir sıvı ile kolloidal katı partiküllerin stabil süspansiyonuna denir. 3-boyutlu olarak birbirine bağlanmış inorganik ağ yapısı jeli oluşturur. Jel, sıvı ile katı arasında bir formdur. Polimerik yapıda ya da sol partikülleri ile kolloidal yapıda jel üretmek mümkündür. Sol- jel prosesi ise sıvı bir “sol” fazdan katı bir “jel” faza sol bileşiminin geçişini içerir (Şekil 1.9).



Sol-jel prosesinde kullanılan bileşenler, başlatıcılar (prekürsör)(tetraetoksi silan, titanyum isopropoksit, vb.) çözücüler (metanol, etanol, su) ve katalizörlerdir (HCl, NaOH, vb.). İnorganik sol veya jelde bir metal (M) katyonu içeren başlatıcı, kimyasal ön başlatıcı olarak adlandırılır (Metal tuzu, metal alkoksiti). Jel oluşum reaksiyonları ile sol içindeki yoğun kolloidal parçacıkların kontrollü dağılımı ve belirli bir polimerizasyon derecesinden sonra jel oluşumu sağlanır (Şekil 1.10). Metal tuzlarının genel formülü  $M_mX_n$  şeklindedir. Burada M metal, X bir anyonik grup, m ve n de stokiometrik sabitlerdir. Metal tuzlarına örnek olarak alüminyum klorür ( $AlCl_3$ ), gümüş nitrat ( $AgNO_3$ ), indiyum sülfat verilebilir (Pierre 1998). Metal alkoksitler  $M(OR)_n$  genel formülü ile ifade edilirler. Metal alkoksitlere alüminyum etoksit ( $Al(OC_2H_5)_3$ ), tetraetoksi silan (TEOS), titanyum isopropoksit, vb. örnek olarak verilebilir (Kloskowski 2010; Niederberger ve Pinna 2009; Livage 1997; Livage ve Ganguli 2001).  $M(OR)_n$ , OR: alkoksi grubudur. Metal alkoksitlerin adlandırılması Tablo 1.3’de gösterilmiştir.



Şekil 1.10: Sol ve jel oluşumunun şematik gösterimi (Web5 2012).

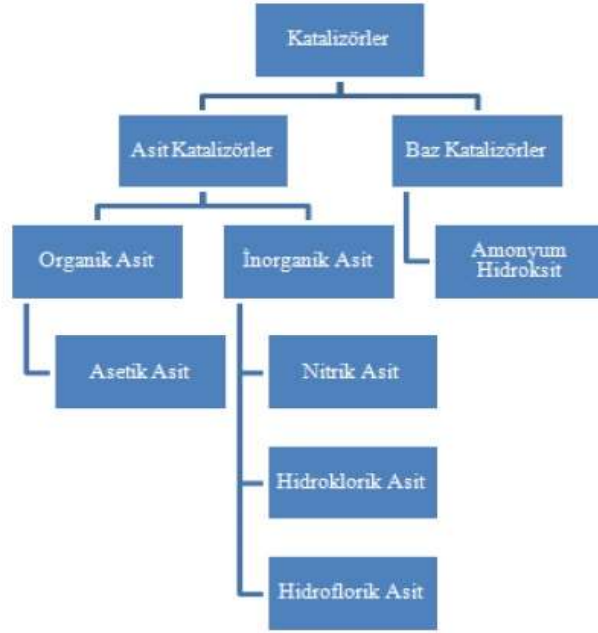
Tablo 1.3: Metal alkoksitlerin adlandırılması (Pierre 1998; Toygun 2013).

Alkol R(OH)	Alkoksit	"OR" kısaltması
Metanol CH <sub>3</sub> OH	Metoksit	OMe
Etanol C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	Etoksit	OEt
1, propanol (n- propanol) C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> OH	1-propoksit (n- propoksit)	OPr <sup>1</sup>
2, propanol (izo- propanol) C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> OH	2- propoksit (izo-propoksit)	OPr <sup>2</sup>
1, butanol (n-butanol) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH	1 bütoksit (n- bütoksit)	OBu <sup>1</sup>
2, butanol C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH	2 bütoksit (sec- bütoksit)	OBu <sup>2</sup>
2, metil propanol (izo- bütanol) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OH	2, metil propoksit (izo- bütoksit)	OBu <sup>3</sup>
2, metil- prop.2.ol (tertio- bütanol) C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (OH)	Tertio bütoksit	OBu <sup>4</sup>

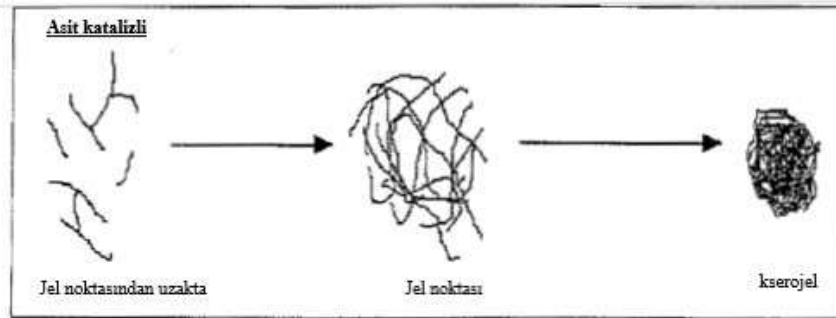
Metal tuzları ve metal alkoksitlerin çözelti kimyası oldukça farklı olduğundan ön başlatıcının türüne göre çözücü seçimi yapılmalıdır. Çözücü, su veya bir organik çözücü olabilir. Alkoksit ve su birbiri ile karışmadığından sol-jel prosesinde reaksiyonların gerçekleşmesi için uygun bir çözücüye ihtiyaç vardır. Çözücü olarak metal tuzları için su, metal alkoksitler için alkol kullanılır. CH<sub>3</sub>OH (metanol), C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (etanol), C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH (propanol), C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>OH (butanol) gibi alkoller sol-jel yönteminde çözücü olarak kullanılırlar ve metal alkoksitlerle reaksiyona girerler (Brinker ve Scherer 1989).

Sol-jel prosesinde asit veya baz katalizörler kullanılabilir (Şekil 1.11). Sol-jel prosesinde hidroliz kullanılan katalizöre bağlı olarak asidik hidroliz ve bazik hidroliz reaksiyonları şekilde gerçekleşebilmektedir. Asidik hidrolize uğrayan nanosoller, daha yoğun bir tabaka yapısı ve çapraz bağlanan kondenzasyon ürünleri verir. Bazik

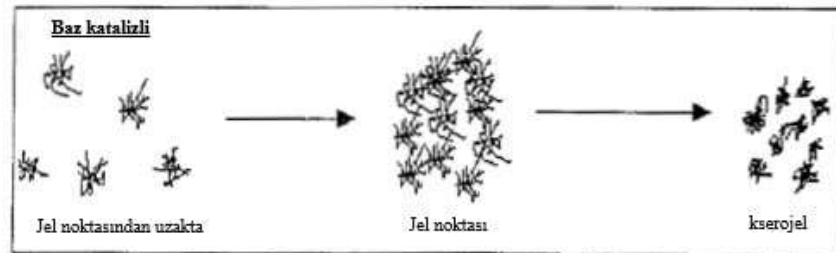
hidrolize uğrayan nanosoller ise, daha büyük gözenekler ile partikül agregatları oluşturur (Şekil 1.12).



Şekil 1.11: Sol-jel prosesinde kullanılan katalizörler (Toygun 2013).



(a) Asit katalizli hidroliz

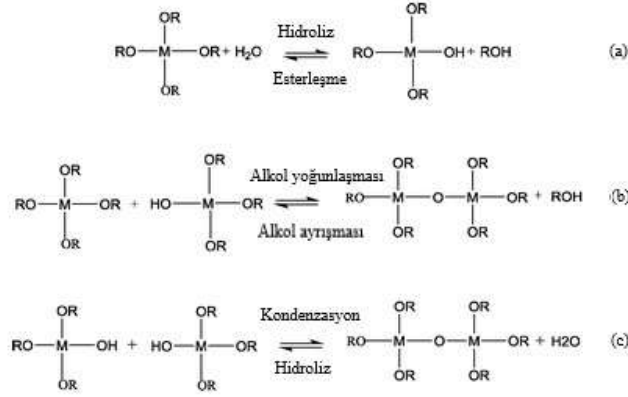


(b) Baz katalizli hidroliz

Şekil 1.12: Sol-jel prosesinin (a)asidik ve (b)bazik hidroliz reaksiyon adımlarının gösterimi (Toygun 2013).

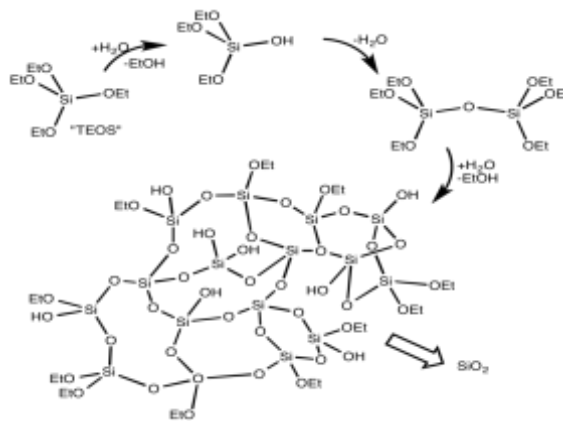
Reaktif alkoksit grupları (-OR) içeren metal alkoksitler, bir inorganik asit veya katalizör varlığında suda kolayca hidroliz reaksiyonları gerçekleştirebilirler. Hidroliz reaksiyonunda alkoksit grupları ile hidroksil (-OH) veya (-O-) ile yer değiştirir. Daha

sonra gerçekleşen kondenzasyon reaksiyonuyla metaloksan bağları (M-O-M) oluşur (Şekil 1.13). Polimerler tüm çözelti boyunca genişlediğinde, polimerler geri dönüşümsüz olarak jel formunu alırlar. Daha sonra jel kurutularak amorf xerogel gözenekli yapı (kuru jel) elde edilir (Nalwa 2003).

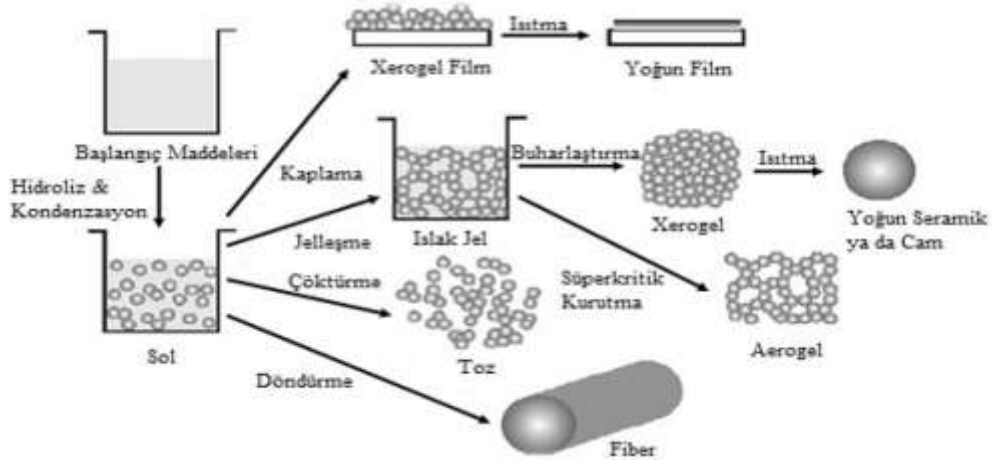


Şekil 1.13: Hidroliz (a) , (b) ve (c) metal alkoksitlerin kondenzasyonu (Liao 2013).

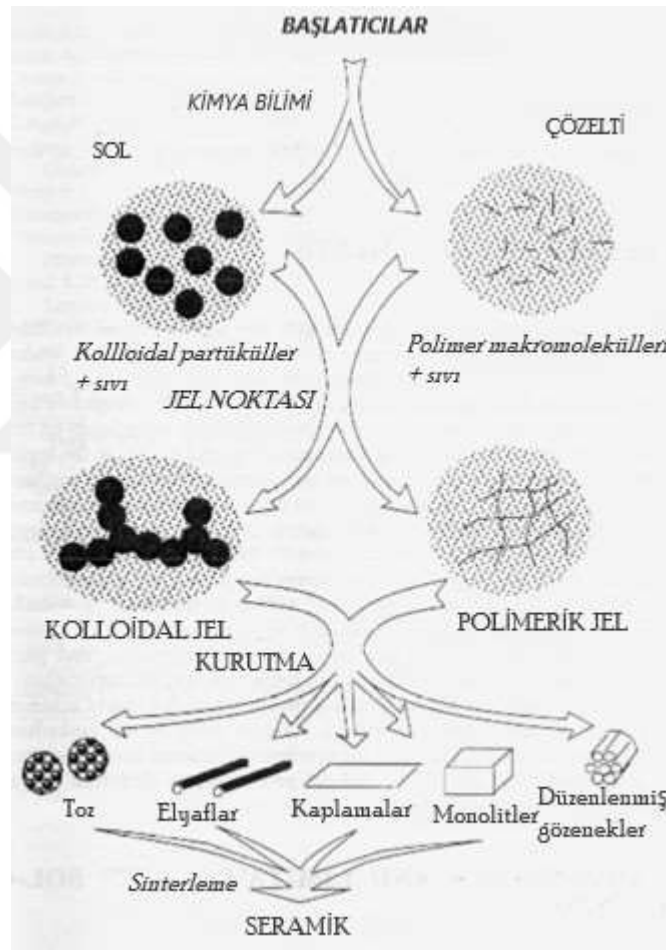
Sol-jel teknolojisi ile üç boyutlu ağ oluşumu Şekil 1.14’da gösterilmiştir. Sol-jel prosesi sonucu film, kaplama, seramik, cam, toz, lif veya aerojel formunda malzeme üretmek mümkündür (Şekil 1.15 ve 1.16). Sol-jel teknolojisi ile film, toz vb. üretiminde temel proses parametreleri başlatıcı/su molar oranı, pH (asidik ve bazik koşullar), sıcaklık ve termal işlem süresi, nem, sol-jel başlatıcılarının kimyasal yapısı (yani; zincir uzunluğu ve hidrolize edilebilir grup sayısı), başlatıcı tipi olarak sayılabilir (Alongi 2014).



Şekil 1.14: Başlatıcı olarak TEOS kullanılarak elde edilen 3 boyutlu ağ oluşumu (Web6 2013).

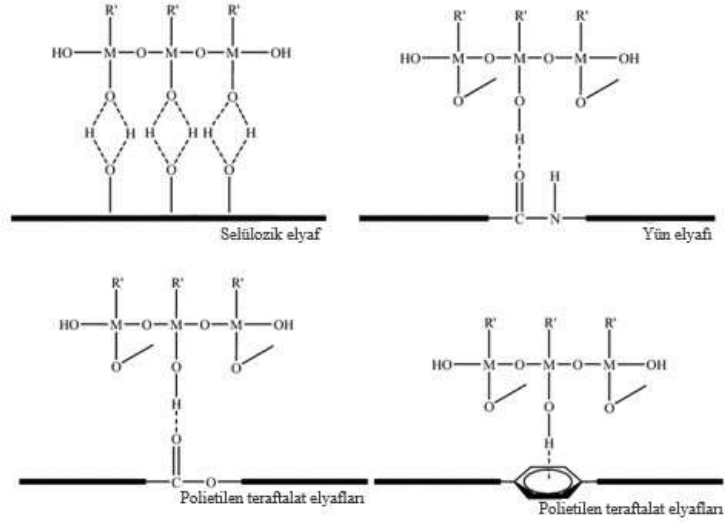


Şekil 1.15: Sol-jel yöntemi ile farklı formlarda malzeme üretimi (Brinker ve Scherer 1989).

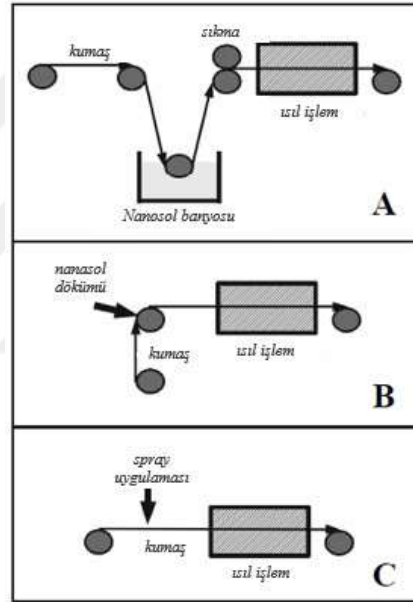


Şekil 1.16: Polimerik jel ve koloidal jel ile farklı formlarda materyaller eldesi (Pierre 1998).

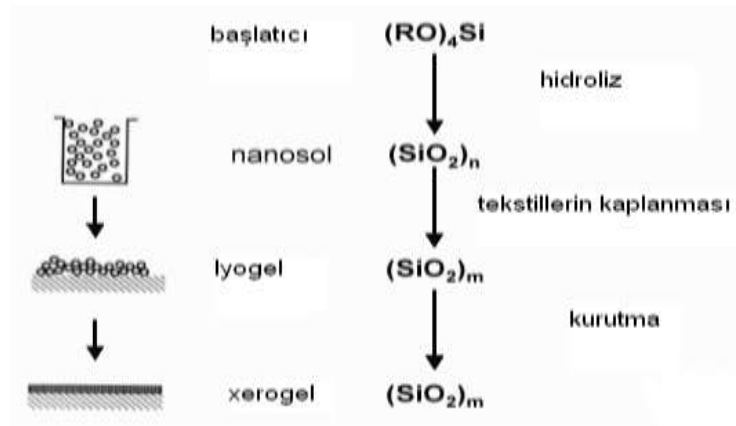
Kondenzasyon reaksiyonunda çeşitli tekstil lifleri ile başlatıcının M-OH grubu arasında gerçekleşen kovalent bağ reaksiyonu Şekil 1.17’de gösterilmiştir. Şekil 1.18’de ise nanosollerin tekstile aktarılması için farklı yöntemler gösterilmiştir.



Şekil 1.17: Çeşitli tekstil yüzeyleri ile başlatıcıların reaksiyonu (Ismail 2016).



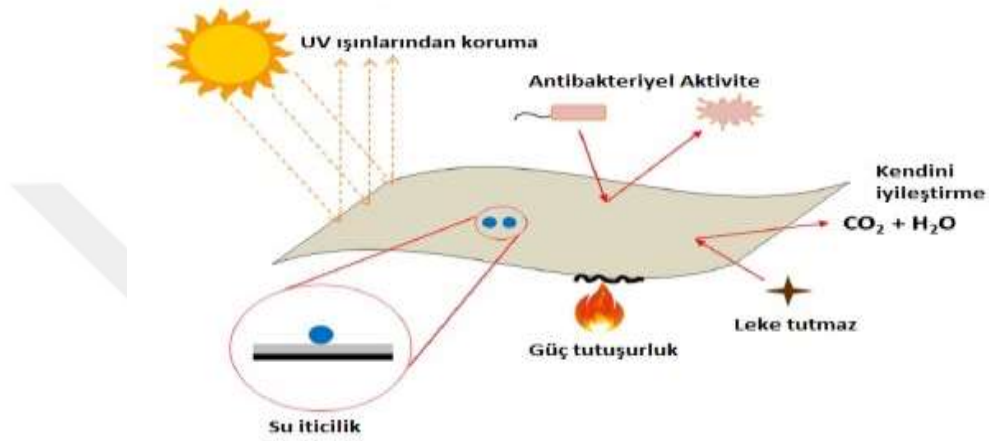
(a)



(b)

Şekil 1.18: Nanosollerin farklı yöntemlerle (a), (b) tekstil materyaline aktarılması (Mahtig 2008).

Sol-jel teknolojisi ile tekstil materyallerine güç tutuşurluk, su-, yağ- ve kir-iticilik (Colleoni 2015), antibakteriyel etkinlik (Poli 2015), böcek iticilik (Ardanuy 2014), buruşmazlık, kolay bakım özellikleri (Huang 2006), UV-koruyuculuk, kendi kendini temizleme, fotokatalitik etki (Colleoni 2012), haslık geliştirme, aşınma dayanımı, kopma dayanımı gibi mekanik özelliklerin geliştirilmesi gibi çok çeşitli fonksiyonel özellikler kazandırılabilir (Şekil 1.19, 1.20).



Şekil 1.19: Tekstil materyalleri için sol-jel uygulamaları (Ismail 2016).



Şekil 1.20: Tekstil bitim işlemlerinde sol-jel teknolojinin uygulama olanakları (Mahltig ve diğ. 2005<sup>b</sup>).

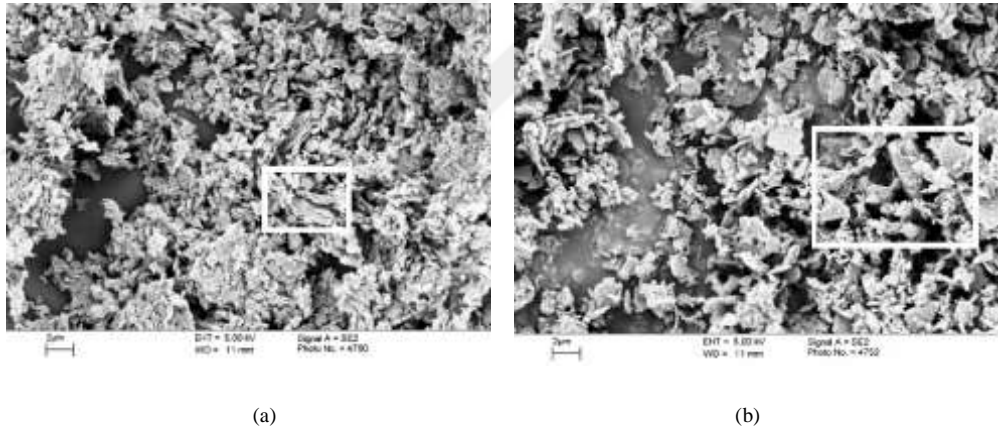
#### 1.4 Huntit-Hidromanyezitin Özellikleri ve Kullanım Alanları

Huntit; bir kalsiyum magnezyum karbonat minerali olup karbonatlar sınıfı altında dolomit grubu içerisinde yer almaktadır. Kimyasal formülü;  $\text{CaMg}_3(\text{CO}_3)_4$ ; molekül ağırlığı 353,03 gr'dır (% 15,88 CaO, %3 4,25 MgO ve % 49,87 CO<sub>2</sub>).

Elektron mikroskobu altında altında 1-2  $\mu$  boyunda, dikdörtgen-kare levhacık kristalleri yığılımı halinde görülür.

Hidromanyezit; sulu bir magnezyum karbonat bileşiği olup, kimyasal formülü:  $Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4(H_2O)$  şeklindedir (% 43,09 MgO, % 19,26 H<sub>2</sub>O, % 37,64 CO<sub>2</sub>). Mineral; renksiz veya beyaz, floresans özellikli, iğnemsiz, saydam, ipeksidir (Yücel ve Gül 2017).

Araştırmacılar doğal huntit ve huntit-hidromanyezit karışım minerallerin partiküllerini görebilmek için elektron mikroskobu kullanarak gerçekleştirilmiştir (Şekil 1.21) (Hollinbery ve Hull 2010). Huntit dağınık, saf beyaz görünümlüdür ve çoğunlukla hidromanyezit ve/veya manyezitle birlikte bulunur. Huntit, dolomit ( $CaMg(CO_3)_2$ ) ve manyezitin ( $MgCO_3$ ) değişimi sonucunda oluşmuş, mineralin fiziksel görünüşünü manyezite benzese de alev testi sonunda farklılıklar gösterir (Kangal 2004; Hollingberry ve Hull 2010).



**Şekil 1.21:** Huntit(a) ve hidromanyezit (b) partiküllerinin SEM görüntüsü (Hollinbery ve Hull 2010).

Huntit baskın beyaz renk özelliğinden dolayı tarihte Eski Mısır anıt mezarlarındaki boyanmış resimler/figürlerde kullanılmıştır. Roma imparatorluğu dönemine ait kargo gemi batığında bulunan ahşapta huntitin tespit edilmesi ve 12. yy İran tarihi sanat eserlerinin analizi sonucunda peyaz pigment tespiti huntitin tarihsel dönemlerde kullanıldığı tespit edilmiştir. Günümüzde huntit ve hidromanyezit minerallerinin fiziksel ve kimyasal özelliklerini bağlı olarak yüksek parlaklığı ve beyazlığından dolayı emülsiyon boyalarda ve kağıt sanayisinde kaplama malzemesi

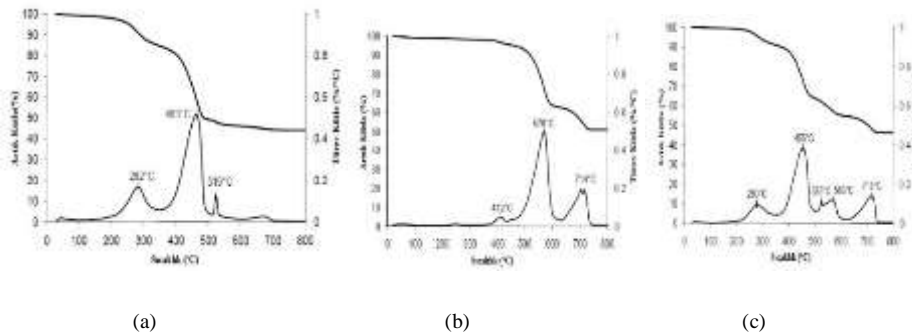
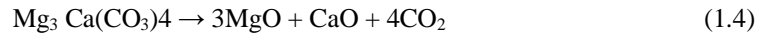
olarak, dolgu genişletici, özel bağlayıcı ve yapıştırıcı, özel tip lastiklerde dolgu sertleştirici olarak kullanılmaktadır (Yücel ve Gül 2017).

Huntit-hidromanyezitin en önemli özelliği güç tutuşur olmasıdır. Huntit-hidromanyezit mineral esaslı güç tutuşur kategorisine girer ve bu kategori; Alüminyum Trihidrat (ATH), magnezyum hidroksit ve huntit-hidromanyezitten oluşmaktadır. ATH, diğer güç tutuşur katkı maddeleri arasında kullanılan en eski güç tutuşur katkı maddesi olup 1970'li yılların başından beri kullanımı devam etmektedir. Magnezyum hidroksit ve huntit-hidromanyezit ise 1980'li yılların sonlarına doğru alev geciktirici katkı maddesi olarak pazara girmiştir (Kangal 2004).

Doğal hidromanyezit parçacıkları bloklu bir morfolojiye sahiptir ve bir kez işlendiğinde, partiküllerin çoğunluğu işleme bağlı olarak genellikle 1 ila 10 mm arasındadır. İki aşamada yaklaşık 220 °C ile 550 °C arasında endotermik olarak ayrışır, başlangıçta su daha sonra karbondioksit salar ve katı bir magnezyum oksit kalıntısı bırakır. Bu endotermik ayrışma ve inert gazların salımı, hidromanyezite güç tutuşurluk özelliklerini verir. Gerçekleşen reaksiyon (1.3)'de gösterilmiştir.



Huntit partikülleri bir plati (birden çok katmanlı görünüm) morfolojiye sahiptir ve hidromanyezit partiküllerinden çok daha küçüktür. Huntit iki aşamada yaklaşık 450 °C ve 750 °C arasında endotermik olarak ayrışır, sadece karbondioksit açığa çıkarır, katı bir magnezyum oksit ve kalsiyum oksit kalıntısı bırakır. Gerçekleşen reaksiyon (1.4)'de verilmiştir.



Şekil 1.22: Sırasıyla doğal hidromanyezit(a), huntit(b) ve yaklaşık 60:40 doğal hidromanyezit ve huntit karışımı(Ultracarb)'nın TGA analizleri (Hollinbery ve Hull 2010).

Şekil 1.22'de doğal huntit, hidromanyezit ve ticari olarak Minelco tarafından tedarik edilmiş Ultracarb ticari isimli huntit/hidromanyezit karışımının TGA analizi sonucu grafikleri verilmiştir. Hidromanyezitin ayrışması yaklaşık 220 °C'de gerçekleşmeye başlar ve iki ana kütle kaybı ile ilerler. Huntit yaklaşık 450 °C'de ayrışmaya başlar ve yine iki büyük kütle kaybıyla ilerler. Hidromanyezit ve huntit karışımı, yaklaşık 220 °C'den başlayan ve yaklaşık 740 °C'de tamamlanan geniş bir ayrışma aralığı sağlar. Bu ayrışma reaksiyonları sırasında, hidromanyezit ve huntit karışımının orijinal kütlelerinin yaklaşık % 54'ü karbondioksit ve su olarak salınmaktadır (Hollingberry ve Hull 2010; Hollingberry ve Hull 2012<sup>a</sup>).

Hidromanyezit ( $Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$ ) ve huntit ( $Mg_3Ca(CO_3)_4$ ) karışımının ısı parçalanması sırasıyla 220-550 °C ve 400-850 °C'de endotermik olarak gerçekleştirilir ve ısı parçalanma sonucu su ve CO<sub>2</sub> açığa çıkar (Hollingberry ve Hull 2010). Huntit-hidromanyezit karışımının güç tutuşurluk etkisi aynı zamanda kömür oluşumu ile izlenebilir ve oluşan kömür ısı bariyer etkisi gösterebilir. Isı ve aleve karşı polimerin izolasyonunu sağlayabilir (Hollingberry ve Hull 2012<sup>a</sup>). Ayrıca kömürün dumanı absorbe etmesi ile daha az duman yoğunluğu elde edilebilir (Atay ve Çelik 2010). İyi bir güç tutuşurluk etkisi için huntit-hidromanyezit karışımının piroliz sıcaklığının, kaplama veya kompozit üretimi için kullanılan polimerin piroliz sıcaklığına yakın olması gerekmektedir. Dolayısıyla huntit-hidromanyezit karışımı, pamuklu kumaşın güç tutuşurluk kaplamalarında uygun bir güç tutuşurluk katkı maddesi olabilir. Güç tutuşurluk malzemeleri kondense faz ve gaz fazında aktivite gösterebilirler. Kondense fazda etkinlik gösteren güç tutuşurluk maddelerine; halojen içermeyen huntit-hidromanyezit karışımı ve fosfor içerikli bileşikler örnek olarak verilebilir. Gaz fazında etkinlik gösteren güç tutuşurluk maddelerine örnek olarak ise halojen içeren güç tutuşurluk maddeleri örnek verilebilir (Atay ve Çelik 2012). Alternatif olarak huntit-hidromanyezit karışımı, halojen içeren güç tutuşurluk maddeleri ve alüminyum hidroksit (ATH) ve magnezyum hidroksit gibi endüstride yaygın olarak bilinen minerallere göre daha ekolojik ve çevre dostu olması avantajına sahiptir (Hollingberry ve Hull 2012<sup>b</sup>).

## 1.5 Literatür Özeti

Tekstil materyallerine güç tutuşurluk kazandırmak amacıyla yapılmış çeşitli çalışmalar literatürde bulunmaktadır. Fosfat esterleri gibi fosfor içeren maddeler koruyucu bariyer olarak davranan güç tutuşurluk maddeleri olarak kullanılmıştır (Song ve diğ. 2005).  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gibi metal oksit sollarının veya bunların karışımlarının kullanımının 300 °C'ye kadar tekstil filtrelerinin ısı dayanımını geliştirdiği bildirilmiştir (Benfer ve diğ. 2002). Nanosol uygulaması ile bu filtrelerin hava geçirgenliği az miktarda azaltılmış veya hiç azalmamıştır. Bununla birlikte tekstil filtrelerinin aşınma dayanımı geliştirilebilmiştir. Florlanmış silan bileşikleri ile modifiye edilen basit silika sol kaplamalar naylon halıların güç tutuşurluğunu artırmak için kullanılmışlardır (Satoh ve diğ. 2004). Fosfor içeren güç tutuşurluk bileşiklerinin nanosol kaplamalarına ilavesi ile ve bu nanosollerin tekstil malzemelerine uygulanması ile güç tutuşurluk ve ısı dayanımı özelliklerinin gelişmesi beklenmiştir (Horrocks ve diğ. 2000). Ortofosforik asit veya diamonyum hidrojen fosfat gibi fosfor bileşikleri ile farklı silika sollarının kombinasyonu ile pamuklu kumaşa mükemmel güç tutuşurluk değerleri başarılabilmektedir (Chapple ve diğ. 2006).

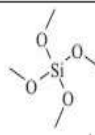
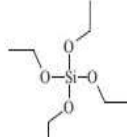
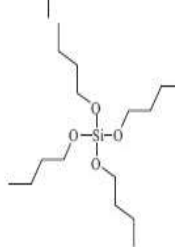
Vroman ve diğ. (2004), dihidrojen fosfat esaslı (DGHP) veya monoguanidin dihidrojen fosfat esaslı bir reçine (melamin) ile veya 3-amino propiletoksisilan (APS) ile kombinasyon ile ve tek başına farklı formülasyonlar kullanarak pamuklu kumaşları kaplamışlardır. En etkili güç tutuşurluk maddesinin pH 4 koşullarında hazırlanan ve APS içeren (fosforik asit varlığında) çözelti ile elde edildiği bulunmuştur. Hacimsel % 60'dan daha yüksek LOI değeri ve % 10 (ağırlıksal) kömür verimi elde etmişlerdir (Vroman ve diğ. 2004).

Lecoeur ve diğ. (2006), bir çalışmalarında monoguanidin dihidrojen fosfat (MGHP) ve 3-amino propiletoksisilan gibi azot ve fosfor içeren farklı formülasyonlar ile pamuklu kumaşı kaplamışlardır. Bu kumaşlardan bazılarının (MGHP, APS ve melamin içeren, pH 4 daldırma testine dayanıklı güç tutuşurluk sonuçları verdiğini tespit etmişlerdir (Lecoeur ve diğ. 2006).

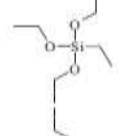
Alongi ve diğ. (2011), başlatıcı olarak tetrametilortosilikat (TMOS), çözücü olarak etanol ve su, katalizör olarak hidroklorik asit ve dibutilin diasetat ile hazırladıkları nanosoller ile sol-jel yöntemi ile kaplanan pamuklu kumaşlara güç tutuşurluk özelliği

kazandırmışlardır. Ayrıca kaplanan kumaşların güç tutuşurluk özellikleri üzerine başlatıcı:çözücü molar oranının ve işlem sıcaklığının etkisini incelemişlerdir. Koni kalorimetre testleri sonuçlarına göre, sol-jel yöntemi kullanılarak 1:1 TMOS (tetrametilortosilikat):H<sub>2</sub>O molar oranı kullanılarak 80 °C'de 15 saat kurutma gerçekleştirildiğinde pamuklu kumaşlar için en yüksek güç tutuşurluk etkinliği elde edilmiştir. Bu koşullarda çalışıldığında toplam yanma süresinin (TTI) % 56 arttığı ve ısı yayma hızının (HRR) % 15 azaldığı tespit edilmiştir (Alongi ve diğ. 2011).

Alongi ve diğ. (2012), başlatıcıların zincir uzunluğunu (Şekil 1.23) ve ayrıca hidrolize edilebilir grup (Şekil 1.24) sayısını değiştirerek, sol-jel ile işlem ile kaplanan pamuklu kumaşların farklı yanma davranışları sergilediğini tespit etmişlerdir. İşlem görmemiş kumaş için toplam yanma süresi 40 sn iken, tetrametil ortosilikat (TMOS), tetraetil ortosilikat (TEOS) ve tetrabutil ortosilikat (TBOS) işlem gören kumaşlar için sırasıyla 70 sn, 57 sn ve 57 sn'ye artmıştır. Hidrolize edilebilir grup sayısının etkisi göz önüne alındığında, TEOS'un davranışı ile 2 ila 6 arasında etoksi grup sayısına sahip dietoksi (metil) fenilsilan (DEMPHS), 3-aminopropil trietoksisilan (APTES), trietoksi (etil) silan (TEES), 1,4- bis(trietoksisilil)benzen (bTESB) ve 1,2-bis(trietoksisilil)etanin (bTESE) davranışı karşılaştırılmıştır. Çok sayıda alkoksi işlevsellik taşıyan bTESB ve bTESE, kumaşların yanma özelliğini önemli ölçüde değiştirir: Özellikle bTESB ile işlem görmüş kumaşlar, 5 saniye alev uygulamasının 10 defa tekrarlanması sonrasında dahi yanmamıştır. Kalıntı miktarları karşılaştırıldığında işlem görmemiş pamuklu kumaşın kalıntı miktarı % 10 iken, TMOS, TEOS ve TBOS ile işlem görmüş kumaşların kalıntı miktarları sırasıyla % 48, % 35 ve % 33'e artmıştır (Alongi ve diğ. 2012).

Name	Code	Number and type of alkoxy functionalities	Chemical formula
Tetramethylorthosilicate	TMOS	4 (methoxy)	
Tetraethylorthosilicate	TEOS	4 (ethoxy)	
Tetrabutylorthosilicate	TBOS	4 (butoxy)	

Şekil 1.23: : Farklı zincir uzunluklarına sahip başlatıcılar (Alongi 2012).

Diethoxy(methyl)phenylsilane	DEMPHS	2 (ethoxy)	
Triethoxy(ethyl)silane	TEES	3 (ethoxy)	
3-Aminopropyl triethoxysilane	APTES	3 (ethoxy)	
1,4-Bis(triethoxysilyl)benzene	bTESB	6 (ethoxy)	
1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane	bTESE	6 (ethoxy)	

Şekil 1.24: Farklı sayıda hidrolize edilebilir gruba sahip başlatıcılar (Alongi 2012).

Alongi ve diğ. (2014), saf silika ve fosfor katkılı silika kaplamaların pamuklu kumaşa güç tutuşurluk etkilerini araştırmışlardır. Hazırladıkları sol-jel çözeltisini normal ve önhidrolizli (24 saat geri soğutucuda mekanik karıştırma) olarak hazırlayarak önhidrolizin güç tutuşurluk özellikleri üzerindeki etkilerini de ayrıca incelemişlerdir. Silika ve fosfor katkılı kaplamaların piroliz sıcaklığına etki ederek kalıntı miktarını arttırarak ve lif yüzeyinde oluşan termal bariyer sayesinde ortama yanıcı gaz çıkışını azalttığını tespit etmişlerdir. Ayrıca ön hidrolizle hazırlanmış sol-jel çözeltisiyle işlem gören pamuklu kumaşa daha iyi güç tutuşurluk sonuçları elde edildiği gözlenmiştir (Alongi ve diğ. 2014).

Alongi ve Malucelli (2015), yılına kadar sol-jel prosesi ile pamuklu kumaşlara güç tutuşur özellik kazandırmak üzere yapılan çalışmalarla ayrıntılı bir derleme bildirmişlerdir (Alongi ve Malucelli 2015).

Liu ve diğ. (2016), fosfor, silikon, ve nitrojen içeren yeni sentezledikleri inorganik-organik kaplama çözeltisini [di-(trietoksisililpropil) fenilfosfamid (PPD-PTES)] sol-jel yöntemi ile hazırlayıp, pamuklu kumaş 5, 10, 20 ve 30 dakika boyunca daldırmışlardır. Silikon ve fosfor elementlerinin dispers bir şekilde lif yüzeyine dağılması sayesinde kaplama, hem termal parçalanma sırasında koruyucu bariyer işlevi görmüş ve aynı zamanda bozulma evresinde yanıcı gazların salımını da engelleyerek pamuk kumaşların güç tutuşurluk özelliğini geliştirmişlerdir. Daldırma süresi arttıkça, kömür oluşumu artarken,  $T_{maks}$ ,  $pkHRR$  ve  $THR$  değerleri azalmıştır. FTIR sonuçlarına göre, işlem gören örneklerin yanması sonucu yanıcı olmayan bir gaz olan  $CO_2$ 'nin absorbands yoğunluğu önemli miktarda değişmezken, yanıcı gaz ve ürünlerde bulunan C=O ve C-O-C gruplarının yoğunluğunun işlem görmemiş örneklere göre azaldığı bulunmuştur. Şekil 1.25'de kumaşların dikey yakma testi sonrası görüntüleri verilmiştir (Liu ve diğ. 2016).



Şekil 1.25: Farklı daldırma sürelerinde işlem gören kumaş örneklerinin dikey yakma testi sonrası görüntüleri (Liu ve diğ. 2016).

Gu ve diğ. (2016), fosfor katkılı silika çözeltilerine (Si/P) pamuklu kumaşın yüzey enerjisini azaltmak için heksadesiltrimetoksisilan (HDTMS) ilavesi ile tek adımlı sol-jel metoduyla pamuk kumaşlara güç tutuşurluk ve su iticilik özelliği kazandırılmaya çalışılmıştır. Başlatıcı olarak metiltrimetoksisilan ve tetraetoksisilan ve sulu çözeltide katyonik/noniyonik yüzey aktif madde ve asit katalizörlüğü sağlamak için katkı maddesi olarak amonyum bifosfat kullanılmıştır. Sentezlenen sol HDTMS ile modifiye edilip pamuk kumaşa daldırma yöntemiyle uygulanmıştır. 600 °C'de DTA-TG analizi sonuçlarına göre, işlem görmemiş kumaşın % 13,3 ve Si/P ile işlem

gören kumaşın ise % 29,7 kalıntı oranına sahip olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak fosfor katkı silika kaplamanın yüzeyde fiziksel bir kömürleşme bariyeri oluşturarak ısı yayılımını azalttığı ve piroliz reaksiyonunu yavaşlatarak yanıcı ürünlerin açığa çıkmasını sınırladığı tespit edilmiştir. Si/P ile işlem gören örneklerin LOI değerleri % 29,4'e yükselirken, THR ve pkHRR değerleri düşmüştür. Bu sonuçlar Si/P ile işlem gören kumaşların mükemmel güç tutuşurluk özelliklerini göstermiştir. Ayrıca HDTMS katkısı ile Si/P ile işlem gören kumaşların 134,6° temas açısı değeri ile iyi su iticilik değerlerine sahip olduğu tespit edilmiştir (Gu ve diğ. 2016).

Kappes ve diğ. (2016), pamuklu, poliester ve poliester/pamuklu kumaşları (3-trimetoksisililpropil) dietilentriamin (TRIAMO) ile sol-jel yöntemiyle kaplamışlardır. Kaplanan ve kaplanmayan kumaşlar fenilfosfonik asit ile muamele edilmişlerdir. Kumaşlar alev uygulandıktan sonra delik oluşumu, üst ve yan kenarlara alev yayması ve yanma süresi EN ISO 15025 standardına göre yüzey ve kenar tutuşturma testleri ile değerlendirilmiştir. Pamuklu ve karışım kumaşların iki adım muamelesi güç tutuşurluk özelliklerini geliştirmiştir ve alev tutulmasından sonra yanma ve delik oluşumu gözlenmemiştir. Yalnızca sol-jel yöntemi ile veya yalnızca fenilfosfonik asit ile işlem gören kumaşlarda yanma ve delik oluşumu gözlenmiştir. İki adımlı prosesle ve yalnızca fenilfosfonik asit ile muamele edilen poliester kumaşlar alev ile temastan sonra yanma ve delik oluşumu göstermiştir, fakat kumaşın yanma sırasında alevden geri çekilmesi nedeniyle alev yan ve üst kenarlara ulaşmamıştır. Sol-jel prosesi alevle tutuşturmadan sonra yanma süresinin uzamasına ve istenilmeyen bir özellik olan kumaşın alevden geri çekilmesinin önlenmesine yol açmıştır. pkHRR değerleri tek ve iki adımda işlem gören tüm örnekler için işlem görmemiş kumaş örneklerine göre düşmüştür (Kappes ve diğ. 2016).

Sehic ve diğ. (2016), başlatıcı olarak 9,10-dihidro-9-oksa-10-fosfafenantren-10-oksit (DOPO)- modifiye viniltrioksasilan (VTES) ve TEOS kullanarak sol-jel prosesiyle işlem gören poliamid 6 kumaşlarının yüzeyinde Si- ve P- varlığının sinerjik etkisini araştırmışlardır. Kalıntı yüzdesindeki artış ve Tonset sıcaklığındaki azalma, HRC, pkHRR ve THR değerlerindeki azalma işlem gören kumaşın güç tutuşurluk özelliklerini göstermektedir. Dikey güç tutuşurluk testine (DIN 53906) göre alevli yanma (afterflow, AF) ve parıltılı yanma (afterglow, AG) süreleri tespit edilmiştir. Si- ve P- kombinasyonu ve yalnızca Si- varlığı damlayarak yanmayı önlemiş, yakılan örneğin altındaki pamuğun yanmasını önlemiş ve daha uzun AF süresi ve parlayarak

yanmanın olmamasına neden olmuştur. Bu çalışma ile kondense fazda Si- ve P-'un sinerjik etkisi kanıtlanmıştır (Sehic ve diğ. 2016).

Boukhriss ve diğ. (2016), sentezlenen 1-metilimidazolyum klorür propiltrioksasilan (MCPTS) ve 1-piridinyum klorür propiletoksasilan (PCPTS) tuzlarını içeren sollar ile işlem gören pamuklu kumaşların güç tutuşurluk ve su iticilik özelliklerini araştırmışlardır. İşlem gören kumaşların güç tutuşurluk ve su iticilik özellikleri gelişmiştir. Su alım miktarları % 340'dan % 50'ye azalmıştır. İşlem görmemiş kumaşa göre kalıntı miktarı % 1'den % 93'e artmıştır. 3 yıkama adımından sonra ise kumaşlar güç tutuşurluk özelliklerini kaybetmişler ve tamamıyla yanmışlardır (Boukhriss ve diğ. 2016).

Zhang ve diğ. (2016), güç tutuşurluk kazandırmak için TEOS ve borik asit kullanarak sol-jel prosesiyle ipekli kumaşları muamele etmiştir. Araştırmacılar kumaşların güç tutuşurluk özelliklerinin dayanımını geliştirmek için çapraz bağlayıcı madde olarak 1,2,3,4-butantetrakarboksilik asit (BTCA) kullanmışlardır. Sonuçlar göstermiştir ki, diğer liflere göre düşük yanıcılık özelliği ile P, N ve Si içeren ipekli kumaşların LOI değerleri; BTCA ile ve daha sonra borik asit içeren nanosoller ile muameleden sonra % 25,3'ten % 32,3'e artmıştır. Ayrıca ipekli kumaşların güç tutuşurluk özelliklerinin 30 yıkamaya dayanıklı olduğu bulunmuştur. İşlem gören kumaşların pkHRR, THR, kütle kaybı, serbest kalan duman yoğunluğu miktarları kontrol kumaşına göre azalarak düşük yanıcılık özelliği göstermiştir (Zhang ve diğ. 2016).

Ren ve diğ. (2016), TEOS ve polifosforik asit (PPA) kullanarak tek adımda sol-jel prosesi ile işlem gören poliakrilonitril (PAN) kumaşların güç tutuşurluk özelliklerini araştırmışlardır. Koni kalorimetre test sonuçlarına göre LOI ve kömür oluşumu değerleri sırasıyla % 30,2 ve % 69,48'e arttığı ve THR, pkHRR, ateş büyüme hız indeksi (FIGRA), ortalama kütle kayıp oranı (aMLR), duman üretim hız piki (pSPR) ve toplam duman üretimi (TSP) değerlerinin azaldığı bulunmuştur (Ren ve diğ. 2016).

Deh ve diğ. (2016), fosforik asit ve üre kullanarak fosforilasyon ve ardından TEOS kullanarak sol-jel prosesi ile işlem gören pamuklu kumaşların güç tutuşurluk özellikleri üzerinde fosfor içeren bileşiklere nitrojen ve silika ilavesinin sinerjik

etkisini arařtırmıřlardır. Fosforilasyon ve sol-jel prosesi ile iřlem gren kumařların 10 yıkamaya dayanım ile yksek LOI deęerlerine (>%25) sahip olduęunu bulmuřlardır. Azot ve fosfor ile birlikte silikanın varlıęı ısıl yalıtım saęlayan bir bariyer gibi davranarak kmr oluřumunda artıřa ve gç tutuřurluk etkinlięi iin istenen dehidrasyon prosesini ilerlememesine neden olan yan rnlerin azalmasına katkıda bulunmaktadır. Pamuęun dřk sıcaklıkta dehidrasyonunun kmr oluřumunu destekledięi ve sinerjik etkinin, ısıl paralanması yanıcı gazlar ve rnlerin oluřumuna neden olan levoglukozan oluřumunu azalttıęı gzlenmiřtir (Deh ve dię. 2016).

Aksit ve dię. (2016), nitrojen ve silika kaynaęı olarak (3-aminopropil) trietoksisilan, silika kaynaęı olarak (3-glisidiloksiopropil) trimetoksisilan ve fosfor kaynaęı olarak guanidine fosfat ile sol-jel yntemine gre muamele edilen pamuklu kumařların gç tutuřurluk zellikleri zerinde Si-, P- ve N-'un sinerjik etkisini kanıtlamıřlardır. İřlem gren kumařların LOI deęerinin % 45,7 olduęu saptanmıřtır (Aksit ve dię. 2016).

Grancaric ve dię. (2017), asidik kořullar iin ntralize edici olarak monoetanolamin (MEA) ile birlikte bařlatıcı olarak dietilfosfatoetiltrioksisilan (DPTES) kullanarak ve dayanımı artırmak iin TEOS ve (3-glisidiloksiopropil) trimetoksisilan (GPTMS) ilavesi ile ve bunlar olmaksızın pamuklu kumařları muamele etmiřlerdir. İřlem gren kumařlar % 29 LOI deęerine sahiptir ve alev ekildięinde kendi kendine snmektedir. İřlem gren kumařların Tmaks sıcaklıęındaki kalıntı miktarları iřlem grmeyen kumařa gre % 37,5'dan % 60'a artmıřtır. THR deęerleri 12 kJ/g'dan 4.2 kJ/g'a dřmřtr. Silika fazının termal koruma etkisi ve fosfor ve azotun sinerjik etkisiyle kmr oluřumu pamuklu kumařın gç tutuřurluk zelliklerini gstermektedir. Fakat iřlem gren kumařların LOI deęeri bir yıkama sonrasında % 29'dan % 21'e dřmřtr (Grancaric ve dię. 2017).

Huntit-hidromanyezit karıřımının polimer malzemelerde gç tutuřurluk malzemesi olarak kullanımı literatrde arařtırılmıřtır (Kangal ve Gney 2006; Hollingberry ve Hull 2012<sup>a,b</sup>).

Atay ve elik (2010), alıřmalarında huntit-hidromanyezit mineralini plastik bileřikler ile kompozitlere oluřturarak hem elektriksel zelliklerini hem de gç

tutuşurluk özelliklerini incelemişlerdir. Kompozit malzemeler elde edilmeden önce huntit-hidromanyezitin parçacık boyutları küçültülmüştür ve farklı oranlarda kullanılarak kompozit malzemeler elde edip incelemişlerdir. TGA analizi sonucunda huntit-hidromanyezit katkılı kompozit sadece % 56 kütle kaybına uğrarken polimer kompozit % 72 kütle kaybına uğramıştır. Huntit-hidromanyezitin parçacık boyutu küçüldükçe ve miktarı arttıkça hem termal stabilite geliştirilmiştir hem de LOI değerinin arttığını tespit etmişlerdir (Atay ve Çelik 2010).

Dike ve diğ. (2017), termoplastik poliüretan içine çinko borat (ZnB) ve huntit-hidromanyezit takviyesinin polimerin termal özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Termoplastik poliüretan reçinesinin LOI değeri % 21,2 iken huntit-hidromanyezit içeren kompozitin % 25,7'e ve ZnB içerikli kompozit malzemenin % 24,1'e arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca koni kalorimetre analizi sonucunda pkHRR, THE, pMLR, HRR değerlerinin düştüğü ve termoplastik poliüretan reçinesinin kalıntı miktarın % 6,2 iken huntit-hidromanyezit içeren kompozitin % 40,3 olduğunu tespit etmişlerdir (Dike ve diğ. 2017).

Savaş ve. diğ. (2018), lineer düşük yoğunlukta olan polietilenin güç tutuşurluk özelliklerini geliştirmek için farklı miktarlarda huntit-hidromanyezit kullanmışlardır. Ayrıca mekanik özellikleri geliştirmek için yüzey modifikasyonunu geliştirmek uyumlaştırıcı olarak etilen butil akrilat, sterik asit ve bağlayıcı olarak heksadesil trimetoksisilan ilave edilmiştir. Çözeltide huntit-hidromanyezit miktarı arttıkça LOI değerinin (% 17,6'dan % 25,0'a) arttığı gözlemlenmiştir. Ayrıca dikey yanma testinde yanma süresi azaldığını ve koni kalorimetre sonuçlarında ise pkHRR, aHRR, MLR, THE(toplam açığa çıkan ısı) değerlerinde düşüş tespit edilmiştir. Kalıntı miktarı artmıştır. Fakat yapılan mukavemet testlerinde polietilenin kopma mukavemetinin ve elastikiyetinin düştüğü gözlemlenmiştir (Savaş ve diğ. 2018).

Çamlıbel ve diğ. (2019), huntit-hidromanyezitin pamuklu kumaş üzerindeki etkilerini incelemek için huntit-hidromanyezit içeren poliakrilat esaslı polimer çözeltisi ile sıvama kaplama metoduyla kumaşın tek yüzüne kaplama yapmışlardır. Kaplama yapılmış kumaşlarda dikey yanma testi sonunda işlem görmemiş kumaşa kıyasla 3 ve 5 sn alev temasında alevli yanma ve parıltı yanma hiç gözlemlenmemiştir ve 7 sn alev temasında alevli yanma ve parıltı yanma süreleri önemli miktarda azalmıştır. Ayrıca yanan sigara metodu ile işlem görmemiş kumaşa göre oldukça iyi

sonular elde etmiřtirler. Kalıntı miktarı iřlem grmemiř kumař iin % 0,63 ve kaplanmış kumař iin % 1,18 kalıntı miktarı tespit edilmiřtir (amlıbel ve diğ. 2019).

Yıldırım ve elik (2019), g tutuřurluk zelliklerine sahip huntit-hidromanyezit, antimon(III) oksit ( $Sb_2O_3$ ) ve borik asit mineralleri ile inorganik bazlı kompozit kaplamalar retmiřlerdir. Kompozit kaplamalar retmeden nce huntit-hidromanyezit ve  $Sb_2O_3$ 'i nano boyutlara indirgemiřlerdir. Oluřturulan nano paracıklara farklı oranlarda su bazlı beyaz boya takviye edilmesi ile kompozit kaplamalar hazırlamıřlardır. Mum alev testinde saf boya 30 saniye aleve tutulduėunda eriyik damlalar gzlenmiř ve alev ekildiėinde yanmaya devam etmiřtir. Alev sndkten sonra plastik malzeme zerinde byk bir delik oluřmuřtur. Huntit-hidromanyezit ile yapılan kompozit kaplamalarda 180 saniye alev tutulmasına raėmen tutuřma ve eriyik damlama gzlemlenmemiřtir. Ayrıca DTA-TG analizinde oluřan kmr formu incelendiėinde kompozit kaplamanın termal stabilitesi saf boyaya gre geliřmiřtir (Yıldırım ve elik 2019).

Nasirpour (2019), bilgisayar ve televizyonlarda OLED dokunmatik ekran retiminde kullanılan boyada ve akrilonitril butadien strende (ABS) huntit-hidromanyezit, antimuan oksit ve borik asit minerallerinin g tutuřurluk zelliklerini incelemek iin kompozit malzemeler geliřtirmiřlerdir. UL94 testinde saf ABS'nin 6 saniyede alevlenmiř, yanmaya ve erimeye devam etmiřtir. Fakat ABS kompozit malzemesi 180 saniyede yanmıř, boya kompozit malzemesi 70 saniye sonunda yanmıřtır. Ayrıca hem polimer (ABS) kompoziti hem de boya kompozitinde eriyik damlama ve deformasyonlar grlmemiřtir (Nasirpour 2019).

## 2. YÖNTEM

### 2.1 Materyal ve Metod

Bu tez çalışmasında kaynatma ve ağartma işlemi görmüş bezayağı dokuma %100 pamuklu kumaş (30x40 cm, gramaj: 110 g/m<sup>2</sup>) altlık malzeme olarak kullanılmıştır. Pamuklu kumaşların atkı sıklığı 22 atkı/cm ve çözgü sıklığı 32 çözgü/cm'dir. Tüm kimyasallar reaktif derecede kullanılmıştır. Tüm denemeler 2 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiştir. Huntit-hidromanyezit karışım toz (HH, Ultracarb 1250) Setaş firması desteği ile temin edilmiştir. Ayrıca tetrahidrofuran (THF, Carlo Erba, Spain), viniltrioksisilan (VTES, Sigma-Aldrich, Germany), glisidiloksipropil trimetoksi silan (GPTMS, Sigma-Aldrich, Germany), hidrojen peroksit (Gökşin Kimya, Türkiye), amonyum persülfat (APS, Sigma-Aldrich, Germany), potasyum permanganat (PP-KM<sub>n</sub>O<sub>4</sub> Tekkim, Türkiye), tetraetoksisilan (TEOS, Sigma-Aldrich, Germany), etanol (Carlo Erba, Spain) ve sodyum hidroksit (Emboy, Türkiye) kimyasal maddeleri kullanılmıştır.

Güç tutuşur olarak kullanılan mineral dolguların polimerle uyumsuz kutup yüzeyleri vardır. Bunu engellemek için çeşitli yüzey işlemleri yapılmaktadır. Bu yüzey işlemleri yapılırken kullanılan güç tutuşur kimyasallarının veriminde de bozulma gerçekleşebilmektedir (Yücel ve Gül 2017). Chen ve diğ. (2010) güç tutuşur olarak bilinen genişleyebilir grafiti kullanarak silika bazlı güç tutuşur kompozit malzeme eldesi üzerine çalışmışlardır. Metil metakrilat (MMA) ve 3-(Trimetoksisilil) propil metakrilat (MSMA) polimerleri ile genişleyebilir-grafit (EG) arasında bağ kurulabilmesi için öncelikle genişleyebilir grafitin, VTES ve benzoil peroksit (BPO) kullanarak yüzey modifikasyonunu gerçekleştirmişlerdir. Ardından yüzeyi aktifleştirilmiş VTES-EG ile MMA ve MSMA başlatıcı maddeleri ile sol-jel yöntemi kullanarak güç tutuşur kompozit malzeme elde etmişlerdir. Bu tez çalışmasında huntit-hidromanyezitin pamuklu kumaşa aktarabilmek için bu çalışmayı referans olarak aşağıdaki işlem basamakları belirlenmiştir.

Bu tez çalışmasında denemeler 4 aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada huntit-hidromanyezitin çözünürlüğünü arttırmak için huntit-hidromanyezit karışımı tetrahidrofuran içerisinde geri soğutucu bağlanarak 60 °C'de 90 dk ultrasonik

banyo (Wisd WUC-D10H, Daihan Scientific Korea, R %100) içerisinde karıştırma işlemi yapılmıştır. İşlem sonunda toz örnekleri 80 °C'de 4 saat etüvde (Binder, Binder GmbH Bergstr, Germany) kurutulmuştur. Bu aşamada "HH2" reçetesinde kullanılan HH tozları kullanımdan önce 15 gün öğütücüde öğütülmüştür. Burada huntit-hidromanyezit mineral toz boyutunun küçülmesinin, toz modifikasyonu ve güç tutuşurluk sonuçlarına etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır.

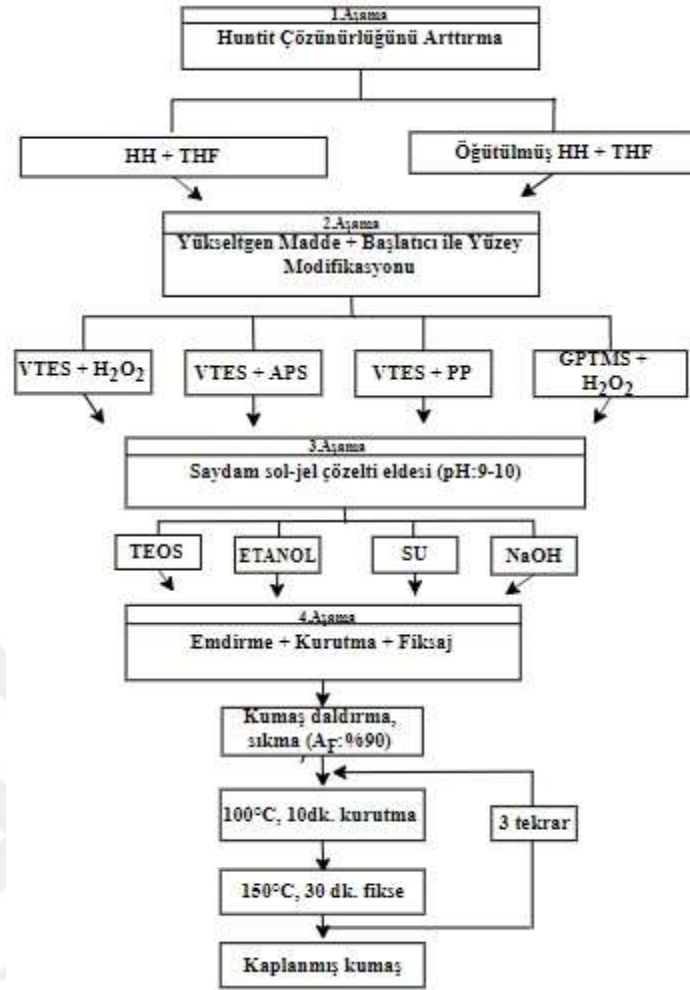
İkinci adımda ilk adımda hazırlanan tozlar viniltrioksi silan ve glisidiloksipropiltrimetoksi silan gibi başlatıcı maddeler ve hidrojen peroksit, amonyum persülfat veya potasyum permanganat gibi yükseltgen maddelerin ilavesi ile geri soğutucuda 65 °C'de 5 saat muamele edilmiştir. Daha sonra bu toz örnekleri 80 °C'de 5 saat etüvde kurutulmuştur. Böylece huntit-hidromanyezit mineral tozunun yüzey modifikasyonu gerçekleştirilmiştir.

Üçüncü aşamada yüzey modifikasyonu gerçekleştirilen tozlar başlatıcı madde olarak tetraetoksi silan, çözügen olarak etanol ve su ve bazik katalizör olarak sodyum hidroksit içeren nanosol çözeltisi içerisine ilave edilmişlerdir ve stabil bir toz çözeltisinin hazırlanması sağlanmıştır. Bazik nanosol çözeltilerinin pH'ı %10'luk sodyum hidroksit çözeltisi kullanılarak 9-10 arası ayarlanmıştır. Bu çözeltiler gün aşırı mekanik karıştırıcı da karıştırılmıştır.

Dördüncü aşamada ise toz katkılı stabil nanosol çözeltisi ile pamuklu kumaşlar fullardda (ATAÇ F-350) emdirilerek sıkılmış (2 bar, % 90 A<sub>F</sub>) ve ramözde (ATC GK-40) 100 °C'de 10 dk kurutulmuştur. Bu işlem 3 defa tekrarlandıktan sonra 150 °C'de 30 dk fikse edilmiştir. Bu tez çalışmasında kullanılan reçeteler Tablo 2.1'de ve işlem akışı Şekil 2.1'da gösterilmiştir.

Tablo 2.1: Sol-jel ile yapılacak kaplamanın iş akış tablosu.

Reçete	HH1	HH2	HH3	HH4	HH5	HH6	HH7	HH8
<b>1. Aşama – Huntit-hidromanyezitin çözünürlüğünü arttırma işlemi</b>								
HH, g	5	5	5	5	5	5	5	5
THF, ml	30	30	30	30	30	30	30	30
İşlem	60°C, 90 dk, ultrasonik banyoda işlem (geri soğutucuda) 80°C’de 4 saat kurutma							
<b>2. Aşama – Yükseltgen madde + başlatıcı ile huntit-hidromanyezit yüzey modifikasyonu</b>								
HH, g	-	-	-	-	-	-	-	-
THF, ml	30	30	30	30	30	30	30	30
VTES, g	5	5	5	5	5	5	-	-
GPTMS, g	-	-	-	-	-	-	5	5
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , ml	1	1	2	-	-	-	1	2
APS, g	-	-	-	0,24	0,6	-	-	-
PP, g	-	-	-	-	-	0,158	-	-
İşlem	Geri soğutucuda 65°C’de 5 saat karıştırma, 85°C’de 5 saat kurutma							
<b>3. Aşama – Sol-jel çözeltisi hazırlama</b>								
HH, g	-	-	-	-	-	-	-	-
TEOS, ml	11	11	11	11	11	11	11	11
Etanol, ml	35	35	35	35	35	35	35	35
Su, ml	80	80	80	80	80	80	80	80
pH	%10’luk NaOH çözeltisi ile pH 9-10 arası ayarlama							
İşlem	Hazırlanan sol-jel çözeltisini manyetik karıştırıcıda oda sıcaklığında gün aşırı karıştırma							
<b>4. Aşama – Hazırlanan sol-jeli kumaşa emdirme-kurutma-fiksaj işlemi</b>								
İşlem	100°C’de 10 dk süre de etüv (3 defa), 150°C’de 30 dk fikse							



Şekil 2.1: Sol-jel yöntemi ile kumaşların kaplanması için işlem akışının şematik gösterimi.

## 2.2 Değerlendirmede Kullanılan Test ve Analiz Yöntemleri

Bu tez çalışmasında kumaşların karakteristik özelliklerini tespit etmek için fiziksel, termal analizler, morfolojik analizler yapılmıştır. Nanosol çözeltilerin pH değerleri ölçülmüştür. Kumaşların kütleli artış değerleri hesaplanması, beyazlık ve sarılık ölçümü karşılaştırması ve kopma mukavemeti testleri yapılmıştır. Kumaşların termal özellikleri ve güç tutuşurluk özelliklerini değerlendirmeleri için dikey güç tutuşurluk testi, limit oksijen indeksi (LOI) testi, kül içeriği hesaplanması, diferansiyel termal analiz ve termogravimetrik (DTA-TG) analiz, koni kalorimetre analizleri, piroliz gaz kromatografisi analizleri yapılmıştır. Kaplanmış kumaşların yüzey morfolojik analizleri için tarama elektron mikroskobu (SEM-EDS) analizi ve Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR-ATR) analizi yapılmıştır.

Bu tez çalışmasında huntit-hidromanyezitin partikül boyutunun küçültülmesi, yüzey modifikasyonu için seçilen başlatıcı silan tipi, yükseltgen madde tipi ve yükseltgen madde konsantrasyonları değişken olarak esas alınarak analizler değerlendirilmiştir.

HH6 reçetesi ile yapılan kaplamada kullanılan yükseltgen madde potasyum permanganat 2. ve 3. aşamalarda kolloidal olarak çözülmemiştir ve kaplama yapılan kumaş üzerinde kalıntı olarak görüldüğü tespit edilmiştir. Potasyum permanganatın huntit-hidromanyezitin yüzey modifikasyonuna ve pamuklu kumaşın güç tutuşur özelliğine etkisini görebilmek adına yapılan analiz sonuçları çıkartılmamıştır. Fakat yükseltgen madde konsantrasyonu arttırılmış çözelti ile kaplama gerçekleştirilmemiştir.

### 2.2.1 Kütlesel Artış Tespiti

Kaplama yapılmış kumaşların kütlesel artış değerlerini tespit etmek için kumaşlar 105 °C'de 5 saat etüvde (Binder, Binder GmbH Bergstr, Germany) bekletilip, desikatörde 1 saat bekletilerek sabit ağırlığa getirildikten sonra hassas terazi (Radwag, Wagi Elektronicze, Polonya) ile tartım yapıp (2.1) formül kullanılarak kütlesel artış değerleri elde edilmiştir.

$$W_{\text{artış}}(\%) = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \times 100 \quad (2.1)$$

Formülde  $W_1$ , işlem görmemiş kumaşın kuru ağırlığını ve  $W_2$  işlem görmüş kumaşın kuru ağırlığını göstermektedir.

### 2.2.2 Kül İçeriği Tespiti

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların kül içeriği TS EN 8003 standardı kullanılarak aşağıdaki formüle göre hesaplanmıştır. Bu standarda göre kapağı ile birlikte kroze 105 °C'de 4 saat kurutma ve 6 saat desikatörde bekletme ile sabit ağırlığa getirildikten sonra tartılmıştır. Kumaş örnekleri de aynı şekilde 105 °C'de 4 saat kurutulup 6 saat desikatörde bekletme ile sabit ağırlığa getirildikten sonra

tartılmıştır. Kumaş örnekleri kroze içerisinde yakılmıştır. Örnekler yakıldıktan sonra kalan küller, kroze ve kapağı ile sabit ağırlığa getirildikten sonra tartılmıştır. Kumaşların kül içeriğini tespit etmek için (2.2) formülü kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\text{Kül içeriği (\%)} = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad (2.2)$$

Formülde gram cinsinden,  $m_0$  kurutulmuş kumaş ağırlığını,  $m_1$  kapaklı potanın ağırlığını,  $m_2$  kül ve kapaklı potanın ağırlığını göstermektedir (Onar Çamlıbel ve diğ. 2007).

### 2.2.3 pH Ölçümü

Çözeltilerin pH değerleri pH metre (HI 221, Hanna Instrument, Romania) kullanılarak ölçülmüştür.

### 2.2.4 Beyazlık ve Sarılık Değerlerinin Ölçümü

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların beyazlık (CIE Whiteness ve Stenesby'a göre) ve sarılık değerleri (ASTM E313'e göre) spektrofotometre (Datacolor 600, Datacolor Applied Color Systems, Inc., USA) kullanılarak ölçülmüştür. Sırasıyla UV-included, Spec excluded, USAV kalibrasyon modunda, örnekler 4 kat katlanarak ölçüm yapılmıştır. Sarılık değerleri ölçümü için C lambası 10° bakış açısı altında ölçülmüştür. Beyazlık değerlerini ölçmek için ise D65 lambası 10° bakış açısı altında ölçülmüştür.

### 2.2.5 Kopma Mukavemeti Analiz

İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların kopma mukavemetleri (Denizli, Türkiye) Gökhan Tekstil A.Ş'de akredite olduğu P11 M&S standardına göre sökülmüş şerit metodu kullanılarak ölçülmüştür. Ölçümler için Titan 1 model mukavemet cihazı kullanılmıştır.

### **2.2.6 Limit Oksijen İndeksi (LOI)**

Kumaşların Limit Oksijen İndeks değerleri LOI ölçüm cihazını (Qualitest Inc., North America) kullanarak ASTM D2863'e göre tespit edilmiştir.

### **2.2.7 Dikey Yakma Güç Tutuşurluk Testi**

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaş örneklerini dikey yakma testi yüzey tutuşma yöntemine göre 5x15 cm ebatında hazırlanarak gerçekleştirilmiştir. İki plaka arasına kumaşlar sabitlenmiştir. Kumaşın sabitlendiği plakalar sırasıyla üç-ayak laboratuvar standına takılmıştır. Alev kaynağı kumaş yüzeyine dik ve kumaş bitiş kısmının 2 cm yukarısına gelecek şekilde ve alev boyu 2 cm uzunluğunda ayarlanmıştır. Alevli yanma süreleri ve parıltılı yanma süreleri ISO 13943 standardına göre belirlenmiştir (Alongi ve diğ. 2015).

Kumaş yüzeyine alev kaynağı 5 saniye temas ettirildikten sonra alev kaynağı kumaş yüzeyinden geri çekilmiştir. Alev kaynağı çekildiği andan itibaren alevli yanma süreci başlamıştır. Alevli yanma süresi kronometre yardımı ile takip edilmiştir. Kumaş yüzeyinde alevli yanma sona erdiği anda kronometredeki değer okunmuş ve kaydedilmiştir. Alevli yanmanın hemen ardından kumaşta parıltılı yanma süresi başlamıştır. Kumaşta parıltılı yanma süreci de kronometre ile takip edilmiş ve bittiği anda ki değer kronometreden okunarak kaydedilmiştir. Bu işlemlerden sonra kumaş örneklerinden geriye kalan kalıntıların fotoğrafı çekilmiştir.

### **2.2.8 Diferansiyel Termal Analiz ve Termogravimetrik Analiz**

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların termogravimetrik analizleri (TG-DTA) Pamukkale Üniversitesi Makine Mühendisliği Laboratuvarında (Denizli, Türkiye) Perkin-Elmer Diamond cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Testler sırasında seramik tavalarda kullanılmıştır. Testler 40 ile 800 °C sıcaklık aralığında ve 20 m/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Cihazın fırınındaki inert ortamı sağlamak için yüksek saflıkta nitrojen gazı 20 ml/dk akış hızı ile temizlenmiştir. Kumaş numuneleri

10 ± 1 mg olarak ayarlanmıştır. Deney sırasında gerçek zamanlı kütle kaybı ve türev kütle kaybı Perkin-Elmer'in PYRIS yazılımı ile kaydedilmiştir.

### **2.2.9 Piroliz Gaz Kromatografisi (Pyrolysis GC-MS) Analizi**

MassHunter yazılımı kullanarak veriler elde edilmiştir. Örneklerin 0-28 dakika aralığında (Retention time, RT) çokluk değerleri (Abundance) tespit edilmiştir.

### **2.2.10 Koni Kalorimetre Analizi**

Kumaşların koni kalorimetresi analizi iCone Calorimeter (Fire Testing Technology, East Grinstead, United Kingdom) ile ISO 5660 standartına uygun olarak Anadolu Üniversitesi Sivil Havacılık Araştırma Uygulama Merkezinde (Eskişehir, Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Test için 35 kW/m<sup>2</sup> ısı akışı (heat flux) değerinde çalışılmıştır. Kare (100mmx100mmx0,5mm) ve yatay konumda kumaş numunelerinin yanma davranışı 35 kW/m<sup>2</sup> ışınımlı (irradiative) ısı akışı (heat flux) altında incelenmiştir.

Tutuşma süresi (time to ignition, TTI, s), toplam ısı serbest bırakma (total heat release, THR, kW/m<sup>2</sup>), ısı serbest bırakma oranı ve buna karşılık gelen pik (heat release rate, HRR, pkHRR, kW/m<sup>2</sup>) değerleri ölçülmüştür. Ayrıca toplam duman serbest bırakma (total smoke release, TSR, m<sup>2</sup>/m<sup>2</sup>), ortalama duman üretim hızı (average smoke production rate, aSPR, m<sup>2</sup>/s), CO ve CO<sub>2</sub> verimi (kg/kg), kütle kayıp oranı (mass loss rate, MLR(g/s), efektif yanma ısı (effective heat of combustion, EHC, MJ/kg), spesifik sönüm oranı (specific extinction rate, SEA, m<sup>2</sup>/kg), maksimum ortalama ısı serbest bırakma oranı (Maximum Average Rate of Heat Release, MARHE, kW/m<sup>2</sup>) sonuçları değerlendirilmiştir.

### **2.2.11 Tarama Elektron Mikroskobu (SEM-EDS) Analizi**

İşlem görmüş ve kaplama yapılmış örneklerin alan emisyon tarama elektron mikroskobu (FESEM) incelemeleri, ZEISS Supra 40VP modelindeki cihaz ile 1000x ve 2000x büyütme ile yapılmış ve elde edilen veriler kayıt altına alınmıştır. Ayrıca

SEM cihazı kullanılarak kaplama tabakaları üzerinden EDS analizleri Pamukkale Üniversitesi İleri Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezinde (Denizli, Türkiye) yapılmıştır. Kumaşlar SEM-EDS ölçümlerinde önce altın (Au) tabakası ile kaplanmıştır.

### **2.2.12 Fourier Transform Kızılötesi Spektroskopi ile (FTIR-ATR) Yapısal Analiz**

FTIR-ATR Analizleri FTIR-ATR spektrofotometresi, Hyperion 1000 (Bruker Optik GmbH) birleşik cihazı ile ASTM E168, ASTM E1252 standartlarına uygun olarak Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkez Laboratuvarında (Ankara, Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Ölçümler  $400-4000\text{ cm}^{-1}$  aralığında (MIR) ATR modunda ve transmisyon spektrumu olarak ölçülmüştür.

### 3. BULGULAR

Kumaş örneklerinin kütleli artış, beyazlık ve sarılık indeksi, kopma mukavemeti artış/azalış miktarları, LOI, kül içeriği değerleri ve dikey yakma testi (alevli yanma süresi ve parıltılı yanma süresi) sonuçları Tablo 3.1’de verilmiştir.

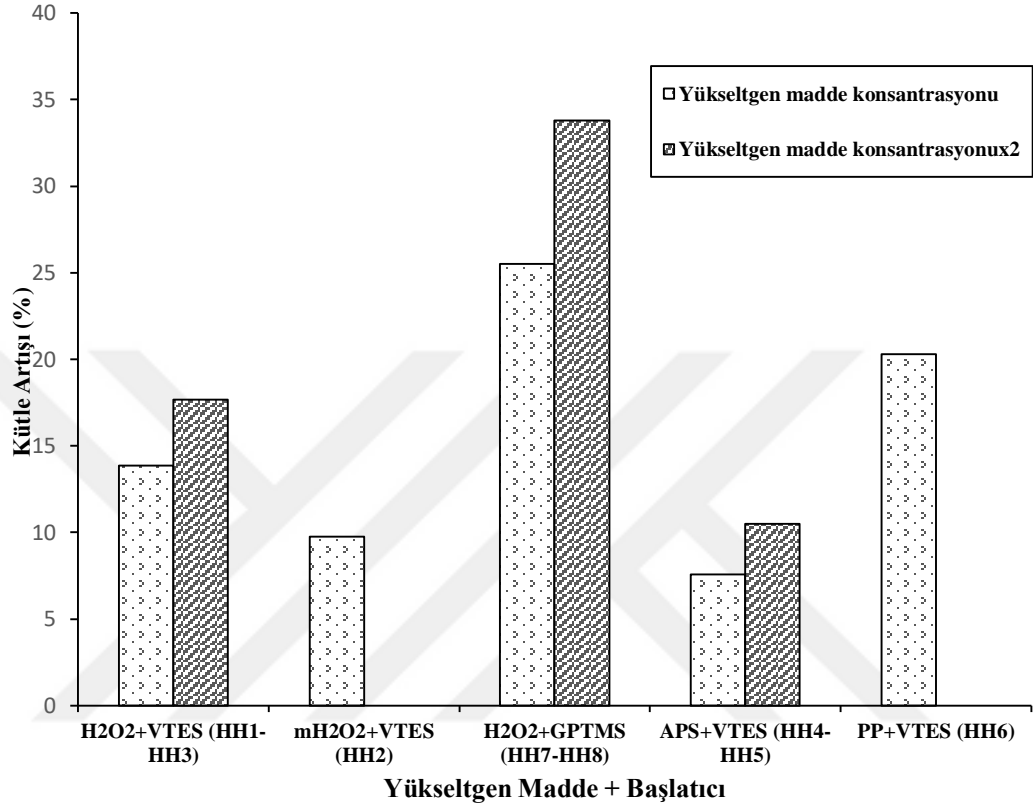
**Tablo 3.1:** Kumaş numunelerinin kütleli artış, beyazlık ve sarılık indeksleri, kopma mukavemeti artış/azalış miktarları, LOI, kül içeriği değerleri ve dikey yakma testi sonuçları.

Numune No	Kütleli Artış (%)	Stensby, Beyazlık indeksi	E313, Sarılık indeksi	Mukavemet Artışı (%)	LOI, (%)	Kül içeriği (%)	Dikey Yakma	
							Alevli Yanma Süresi (s)	Parıltılı Yanma Süresi (s)
HH0	0	77.23	8.90		17	1.45	7	yok
HH1	13,85	74.59	10.54	-13,38	19	16.02	12	9
HH2	9,77	77.23	11.17	3,39	18	5.83	7	yok
HH3	17,66	70.88	12.82	15,10	19	14.63	11	4
HH4	7,56	65.79	19.65	-11,26	18	9.39	7	yok
HH5	10,49	40.17	45.84	-134,68	18	14.47	12	4
HH6	20,28	44.53	32.97	18,61	19	16.12	17	2
HH7	25,5	74.75	10.93	27,30	18	16.58	11	10
HH8	33,8	51.78	31.21	22,74	21	22.93	7	33

#### 3.1 Kumaşların Kütleli Artış Değerleri

Tablo 3.1’de ve Şekil 3.1’da görüldüğü gibi kaplama yapılmış bütün kumaşlarda kütle artışı gözlemlenmiştir. Kaplama yapılmış kumaşların deney reçetelerinin hepsi incelendiğinde yükseltgen madde konsantrasyonu artırılmış reçetelerin (HH3, HH8, HH5) yükseltgen madde konsantrasyonu düşük olan deney reçetelerine (HH1, HH7, HH4) göre kütleli artışları daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuca göre yükseltgen madde konsantrasyonu artırılarak kaplama yapılmış pamuklu kumaşların elyafları ile yüzeyi aktifleştirilmiş huntit-hidromanyezit arasında yapılan bağ sayısının arttığı tespit edilmiştir ve bu da kumaşların yüzeyine daha iyi bir kaplama yapıldığını göstermiştir. Ayrıca HH2 reçetesinde kullanılan

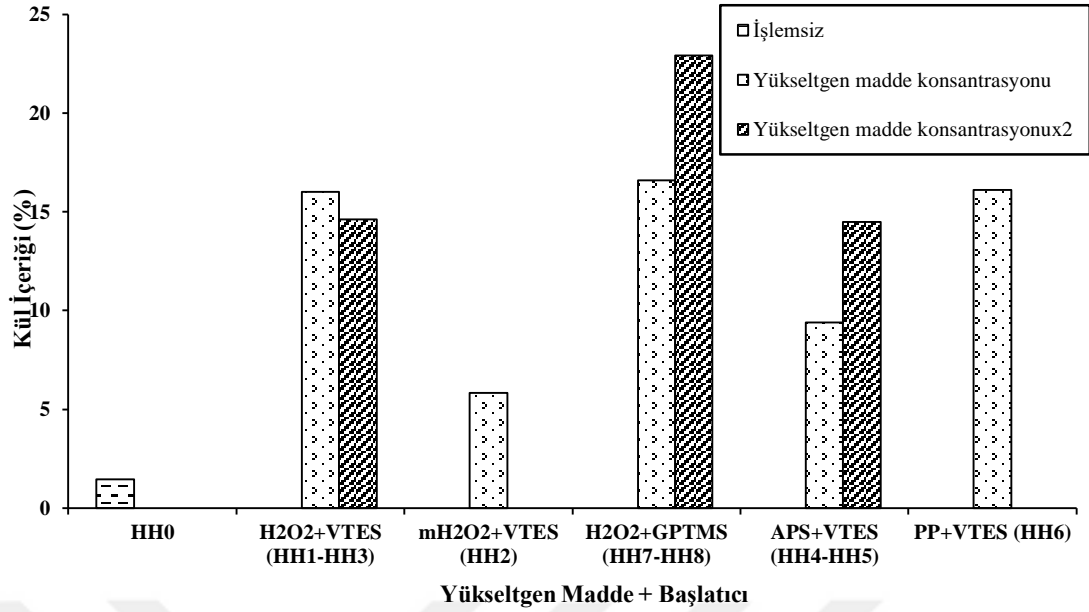
partikül boyutu küçültülmüş huntit-hidromanyezit ile gerçekleştirilmiş kaplama sonucunda kütleli artışın düşük olduğu tespit edilmiştir. En yüksek kütleli artışın başlatıcı madde olarak GPTMS kullanılan HH7 ve HH8 reçeteleri kullanıldığında elde edildiği tespit edilmiştir.



Şekil 3.1: Kaplanmış kumaşların kütle artışı grafiği.

### 3.2 Kumaşların Kül İçeriği Sonuçları

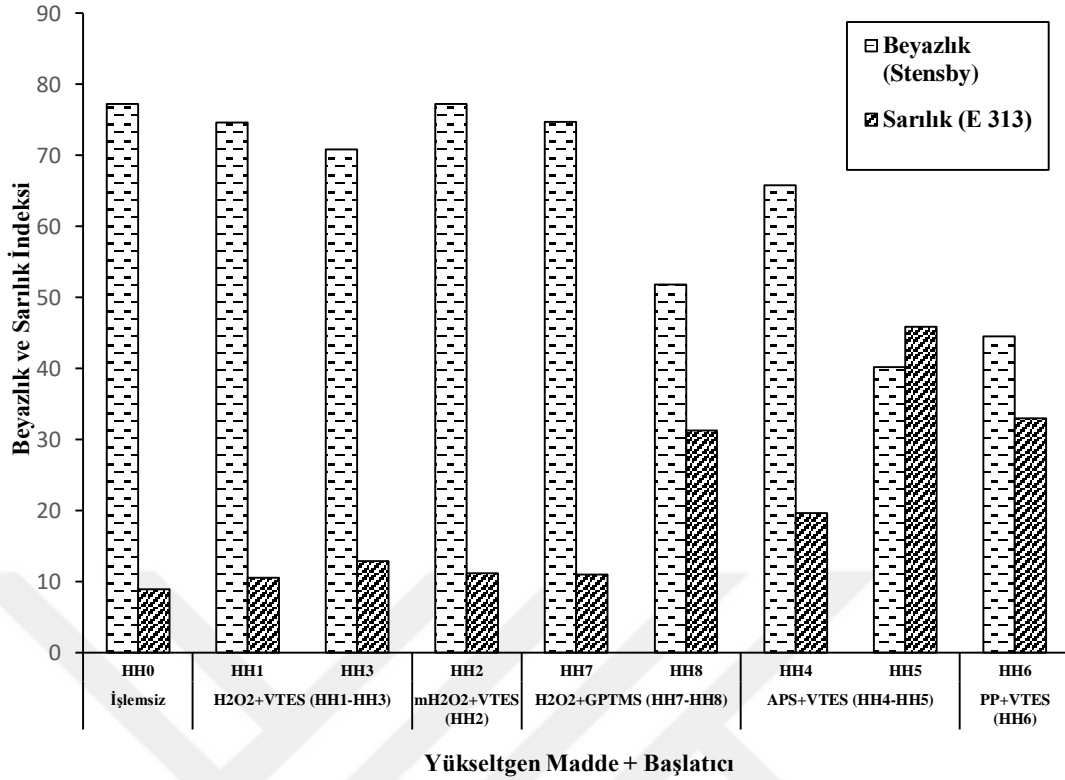
Kaplama yapılmış bütün kumaşların kül içeriği analizi sonrası kül miktarının arttığı tespit edilmiştir. Huntit-hidromanyezit ve silan içerikli nanosoller ile kaplanmış kumaşlar yanma sonucunda kömür formu oluşturmuştur. Ayrıca kaplanmış kumaşların yanma mekanizmaları (piroliz) dehidrasyon yönüne kaymıştır. Sonuç olarak kaplanmış kumaşların kül içeriği artmış ve güç tutuşurluk özellikleri geliştirilmiştir. Kül içeriği en yüksek reçetenin, başlatıcı olarak GPTMS ve yükseltgen madde olarak 2 ml hidrojen peroksit kullanılan HH8 olduğu bulunmuştur. Kaplama yapılan kumaşların kül içeriği sonuçları Tablo 3.1’te ve Şekil 3.2’de gösterilmiştir.



Şekil 3.2: Kumaş numunelerinin kül içeriği grafiği (%).

### 3.3 Kumaşların Beyazlık ve Sarılık İndeksleri

İşlemsiz ve kaplanmış kumaşların beyazlık ve sarılık indeksleri Tablo 3.1 ve Şekil 3.3’de verilmiştir. Beyazlık ve sarılık indeksi sonuçları incelendiğinde sırasıyla HH3 ve HH1 (70,88 ve 74,59), HH5 ve HH4 (40,17 ve 65,79), HH8 ve HH7 (51,78 ve 74,75) kendi aralarında kıyaslandığında yükseltgen madde konsantrasyonu artırılarak kaplanmış kumaş örneklerinin beyazlık indekslerinin daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca yükseltgen madde konsantrasyonu artırılmış kumaşların işlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında sarılık oranında artış olduğu tespit edilmiştir. Kaplama yapılmış kumaşların güç tutuşurluk özellikleri de göz önüne alındığında en iyi sonuçları HH1 ve HH7 reçeteleri verdiği görülmüştür. HH1 ve HH7 reçeteleri incelendiğinde aynı miktarda huntit-hidromanyezit, aynı miktarda yükseltgen madde ve farklı başlatıcılar (VTES ve GPTMS) kullanılarak oluşturulmuş nanosoller ile kaplanmış kumaşların beyazlık ve sarılık indekslerinin aynı seviyede olduğu tespit edilmiştir. İşlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında beyazlık indeksinde çok az bir düşüş olduğunu görülmektedir. Huntit-hidromanyezit minerali beyaz bir tozdur (Camlıbel ve diğ. 2019) ve bu sonuçlar değerlendirildiğinde pamuklu kumaşların beyazlık ve sarılık indeksine önemli miktarda etkisi olmadığı tespit edilmiştir.

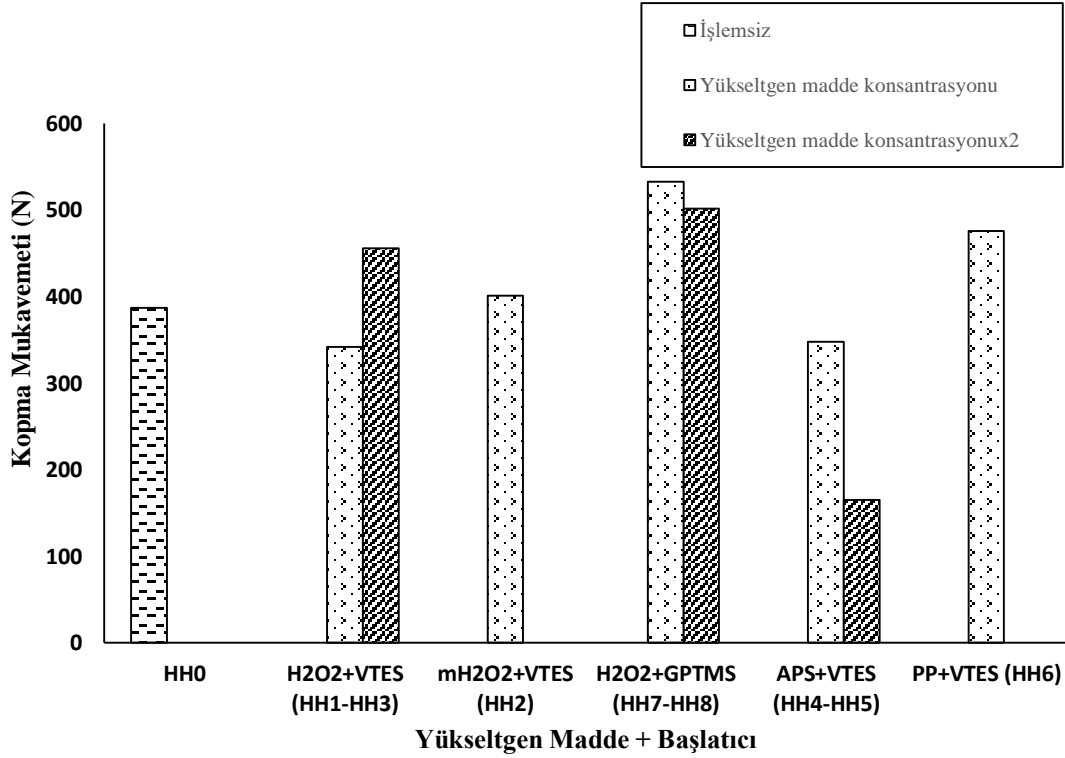


Şekil 3.3: İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların beyazlık ve sarılık indeks analizleri grafiği.

### 3.4 Kumaşların Kopma Mukavemeti Sonuçları

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların kopma mukavemeti sonuçları Tablo 3.1 ve Şekil 3.4’de verilmiştir. Kaplanmış kumaşların mukavemetleri başlatıcı kimyasalları (VTES, GPTMS) arasında karşılaştırıldığında GPTMS ile işlem görmüş kumaşların mukavemet değerleri VTES ile işlem görmüş kumaşlara göre daha iyi sonuçlar vermiştir. Yükseltgen madde olarak amonyum persülfat kullanılmış olan HH4 ve HH5 reçeteleri ile kaplanmış kumaşların işlem görmemiş kumaşa göre mukavemetleri oldukça düşmüştür. En büyük mukavemet düşüşü HH5 reçeteli kumaşta görülmüştür (-% 134,67). Yükseltgen madde olarak hidrojen peroksit kullanılmış reçetelerde sadece HH1 reçete ile kaplanmış kumaşın mukavemetinde (-% 13,38) düşüş tespit edilmiş, diğer reçeteler ile işlem gören kumaşların mukavemet değerlerinin HH2 (% 3,39) < HH3 (% 15,10) < HH8 (% 22,74) < HH7 (% 27,3) işlem görmemiş kumaş ile kıyaslandığında arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca potasyum permanganat yükseltgen maddesi ile işlem gören kumaşın (HH6) mukavemeti de işlem görmemiş kumaşa göre artmıştır (% 18,61).

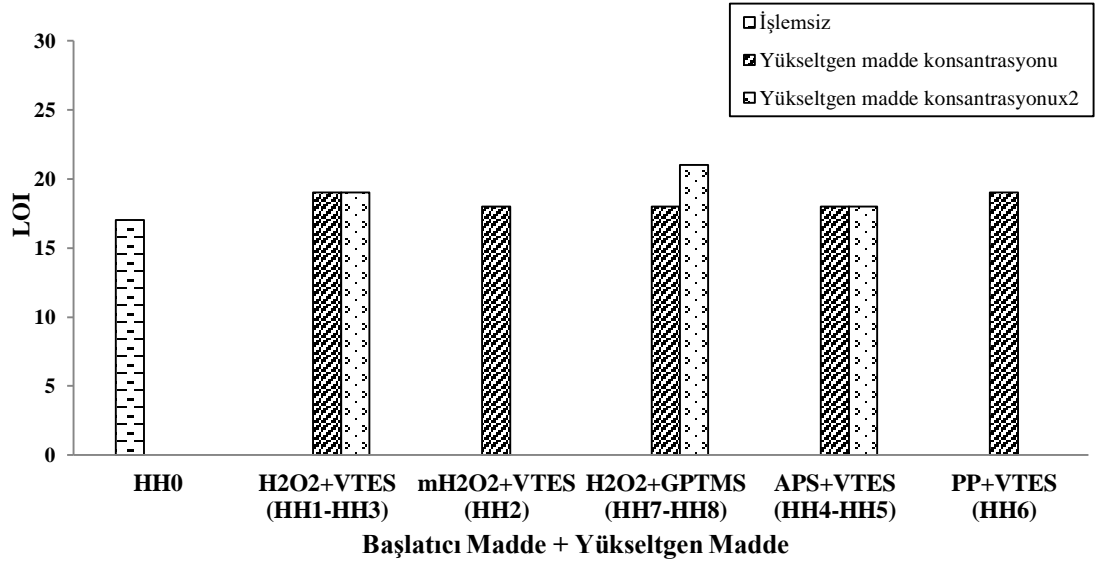
Sonuç olarak başlatıcı madde olarak kullanılan GPTMS içeren reçeteli kaplamalarda ve yükseltgen madde olarak hidrojen peroksit kullanılan reçetelerin mukavemetleri artmıştır.



Şekil 3.4: Kumaş numunelerinin kopma mukavemeti değerleri grafiği.

### 3.5 LOI Test Sonuçları

Tablo 3.1 ve Şekil 3.5'te kaplama yapılmamış ve kaplama yapılmış kumaşların limit oksijen indeksi sonuçları verilmiştir. Şekil 3.6'te ise kumaşların LOI testi sonrası çekilmiş kumaş kalıntı görüntüleri gösterilmiştir. Şekil 3.6'te görüldüğü üzere kaplanmış kumaşların alev sonrası kömür oluşumu gözlemlenmiştir ve alev yayma hızı yavaşlamıştır. En iyi LOI değeri HH8 reçetesi (% 21) ile kaplama yapılmış kumaşta gözlemlenmiştir. Kaplama yapılmış kumaşların LOI değerleri beklenilenden düşük olmasına rağmen deney sırasında alev sönene kadar alev yayma hızı yavaşlamıştır ve kömür oluşumu gerçekleşmiştir. İşlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında kaplama yapılmış kumaşların güç tutuşurluk özellik kazandığı ispatlanmıştır.

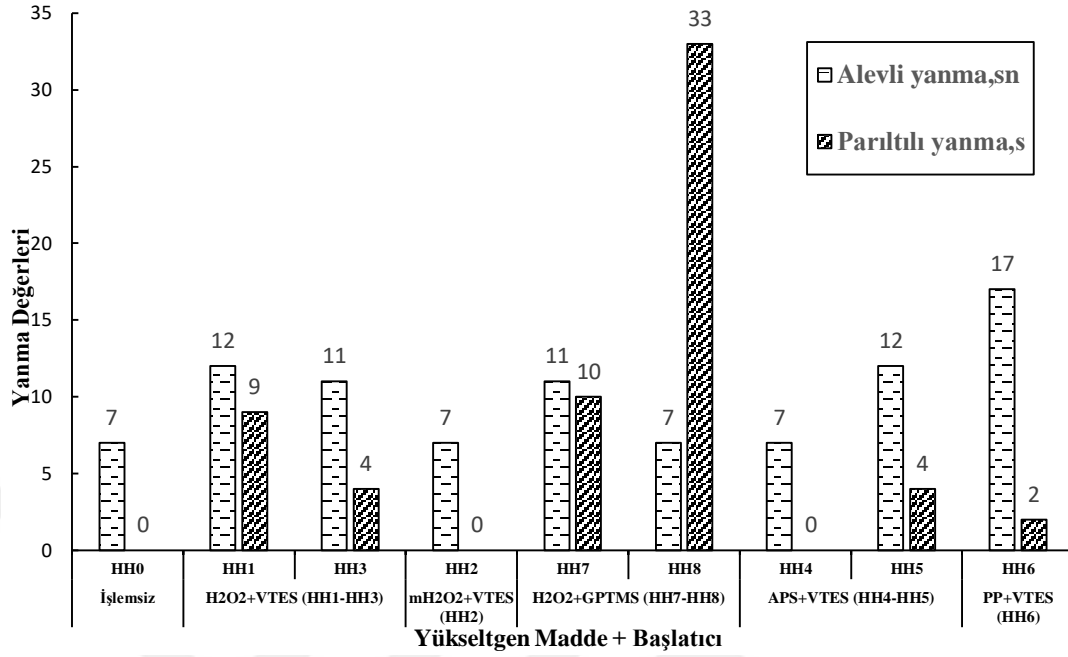


Şekil 3.5: LOI sonuçları grafiği.



Şekil 3.6: LOI analizi sonrası numunelerin görüntüleri.

### 3.6 Dikey Yakma Güç Tutuşurluk Test Sonuçları



Şekil 3.7: Dikey yakma güç tutuşurluk testi sonrası numunelerin yanma değerleri.

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların dikey güç tutuşurluk test sonuçları Tablo 3.1 ve Şekil 3.7’de verilmiştir Ayrıca Şekil 3.8’de dikey yanma testi sonrası kumaşların görüntüleri verilmiştir. Sonuçlar kumaşların alevli yanma, parıltılı yanma süreleri ve alev söndükten sonraki kumaş görüntüleri esas alınarak değerlendirilmiştir. İşlem görmemiş kumaş alev kaynağı uzaklaştırıldıktan 7 saniye sonra parıltılı yanma süresi dahi olmadan tamamen yanmıştır. Buna karşılık kaplama yapılmış kumaşların hepsinden geriye artık kömür kalmıştır. HH2 ve HH4 reçeteleri ile kaplama yapılmış kumaşlar dışında alevli yanma süreleri uzamıştır. Alevli yanma süresinin en fazla olduğu HH6 ile kaplanmış kumaşta görülmüştür. Bu reçetede kullanılan potasyum permanganatın (HH6) kolloidal yapıda çözülmemesi ve kumaş yüzeyinde görünür şekilde applike edilmiş olmasından dolayı yanmayı yavaşlattığı düşünülmüştür. Aynı zamanda HH2 ve HH4 ile kaplama yapılmış kumaşlar dışında alevli yanma süreleri bittikten sonra kumaşlarda yanma daha da yavaşlamış ve HH6 < HH3 = HH5 < HH1 < HH7 < HH8 numunelerinde parıltılı yanma gözlemlenmiştir. Bu da ısı yayılım hızının işlem görmemiş kumaşla kıyasladığımızda yavaşladığını ve kaplama yapılmış kumaşların güç tutuşur özellik kazandığını göstermiştir. HH8 reçete ile kaplanmış kumaşta Şekil 3.8’de görüldüğü gibi en fazla kalıntı miktarı tespit edilmiştir.



HH0

HH1

HH2

HH3

HH4



HH5

HH6

HH7

HH8

Şekil 3.8: Dikey yanma testi sonrası numunelerin görüntüleri.

### 3.7 Koni Kalorimetre Test Sonuçları

Kaplama yapılmış kumaşlar arasında en iyi sonuçları veren HH8 ve HH1 reçeteleri ile işlem görmemiş kumaşların koni kalorimetri analizi yapılmıştır. Kumaşların toplam tutuşma süresi (TTI, s), alev sönme süresi (FO, s), yanma süresi (s), ısı serbest bırakma piki (pkHRR, kW/m<sup>2</sup>), toplam ısı serbest bırakma (THR, MJ/m<sup>2</sup>), efektif yanma ısısı (EHC, MJ/kg), ortalama kütle kaybı hızı (aMLR, g/s), ortalama spesifik sönüm oranı (aSEA, m<sup>2</sup>/kg), maksimum ortalama ısı serbest bırakma (MARHE, kW/m<sup>2</sup>), ortalama duman üretim hızı (aSPR, m<sup>2</sup>/s), toplam duman serbest bırakma (TSR, m<sup>2</sup>/m<sup>2</sup>), karbondioksit ve karbonmonoksit verimi (CO<sub>2</sub> verimi ve CO verimi, kg/kg) sonuçları Tablo 3.2’de verilmiştir. Ayrıca kumaşların deney sonrası görüntüleri de Şekil 3.9’de verilmiştir.

**Tablo 3.2:** HH1, HH8 reçete ile kaplanmış ve işlem görmemiş kumaş numunelerinin koni kalorimetri analizi sonuçları.

Numune No	TTI (s)	FO (s)	Yanma süresi (s)	pkHRR (kW/m <sup>2</sup> )	THR(0-300) (MJ/m <sup>2</sup> )	EHC (MJ/kg)	aMLR (g/s)
İşlemsiz	11	53	42	247,83	4,31	32,31	0,82
HH1	12	63	51	231,0	4,24	46,24	0,87
HH8	11	43	32	192,1	4,2	38,04	0,97
	aSEA (m <sup>2</sup> /kg)	aSPR (m <sup>2</sup> /s)	TSR (m <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )	CO <sub>2</sub> (kg/kg)	CO (kg/kg)	CO <sub>2</sub> /CO verimi	MARHE (kW/m <sup>2</sup> )
İşlemsiz	559,33	0,0042	146,4	1,33	0,0246	54	116,6
HH1	311,24	0,0024	94,3	1,13	0,0722	15	111,2
HH8	151,66	0,0013	64,1	1,04	0,1034	10,05	92,8

İşlem görmüş kumaşların tutuşma sürelerinde değişiklik olmamıştır. Buna rağmen HH8 reçetesi ile kaplama yapılmış kumaşın yanma süresi işlem görmemiş kumaştan 10 saniye daha azdır (Bosco ve diğ. 2015). İşlem görmüş kumaşların THR değerlerinde ciddi bir değişiklik gözlemlenmemiştir (Tablo 3.2, Şekil 3.10). Şekil 3.11’de işlem görmüş numunelerin HRR değerleri düşük olduğu gözlenmiştir ve işlem görmemiş kumaşın 247,83 kW/m<sup>2</sup> pkHRR değerine sahip iken HH1 ve HH8 reçete ile kaplanmış kumaşların sırasıyla pkHRR değerleri 231 (-% 6), 192,1 (-% 22,48) daha azdır. MARHE biriken ısı emisyonunun zamana oranı olarak hesaplanır ve yangın gelişim eğilimini değerlendirmek için kullanılır (Wang ve diğ. 2018). HH1 ve HH8 reçeteler ile kaplama yapılmış kumaşların MARHE değerlerinin işlem görmemiş kumaşın MARHE değerinden (116,6 kW/m<sup>2</sup>) sırasıyla % 4,6 ve % 20,41 az olduğu bulunmuştur.

Koni kalorimetre duman analizi sonuçları incelendiğinde HH1 ve HH8 reçeteleri ile kaplama yapılmış kumaşların aSPR değerleri (0,0024, 0,0013 m<sup>2</sup>/s) işlem görmemiş kumaşın aSPR değerine (0,0042 m<sup>2</sup>/s) göre kıyaslandığında sırasıyla % 42,85, % 69,04 az olarak tespit edilmiştir. Ayrıca Tablo 3.2’de görüldüğü gibi HH1 ve HH8 ile kaplama yapılmış kumaşların TSR değerleri de işlem görmemiş kumaşa göre sırasıyla % 35,58, % 56,21 azalmıştır (Şekil 3.12). SEA serbest bırakılan anlık duman miktarını ve numunenin kütle kaybı başına üretilen efektif görüş engelleme alanını temsil eden bir duman ölçüm yöntemidir (Wang ve diğ. 2018). İşlem görmemiş kumaş ve HH1 ve HH8 reçeteleri işe işlem görmüş kumaşlar yandığında en iyi görüşü

HH8 vermiştir. Son olarak CO<sub>2</sub>/CO verimi malzemelerin yanması üzerinde önemli bir rol oynamaktadır. CO<sub>2</sub>/CO oranı düşük olan malzemeler yanma verimsizliğine sebep olmaktadır (Nazare ve diğ. 2008). CO<sub>2</sub>/CO verimi işlem görmemiş kumaşta 54, HH1 reçetesi ile kaplama yapılmış kumaşta 15 ve HH8 reçete ile kaplama yapılmış kumaşta 10,05 olarak bulunmuştur.



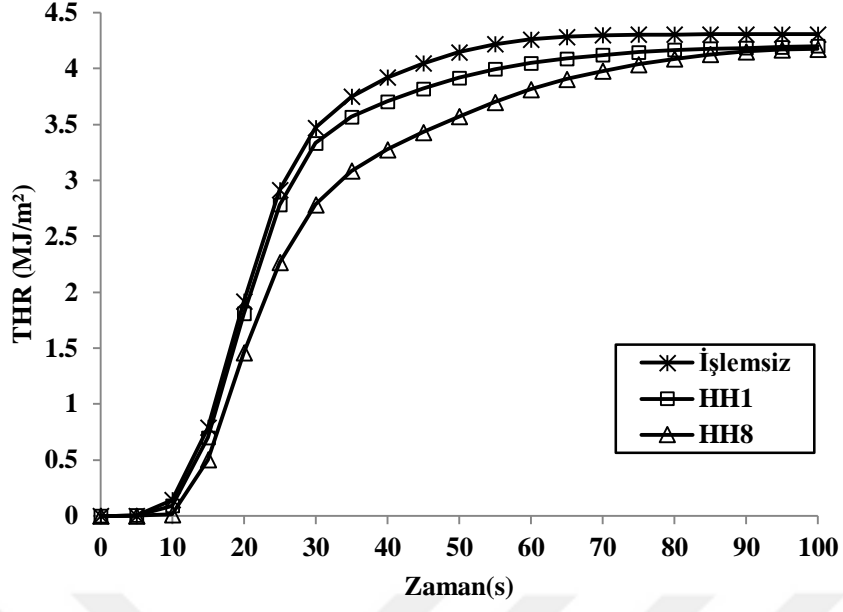
HH0

HH1

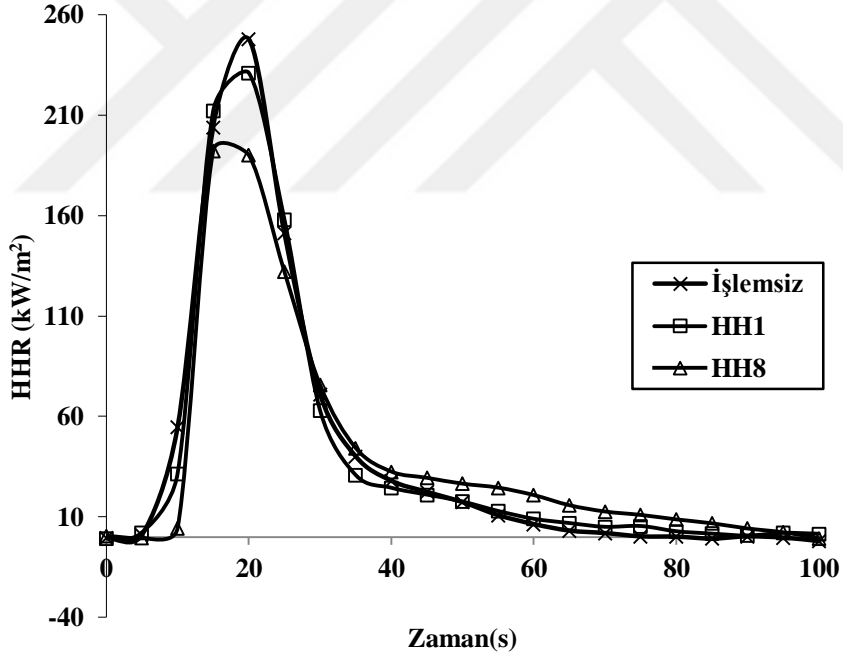
HH8

**Şekil 3.9:** Koni kalorimetre testi sonucunda kumaş numunelerinin görüntüleri.

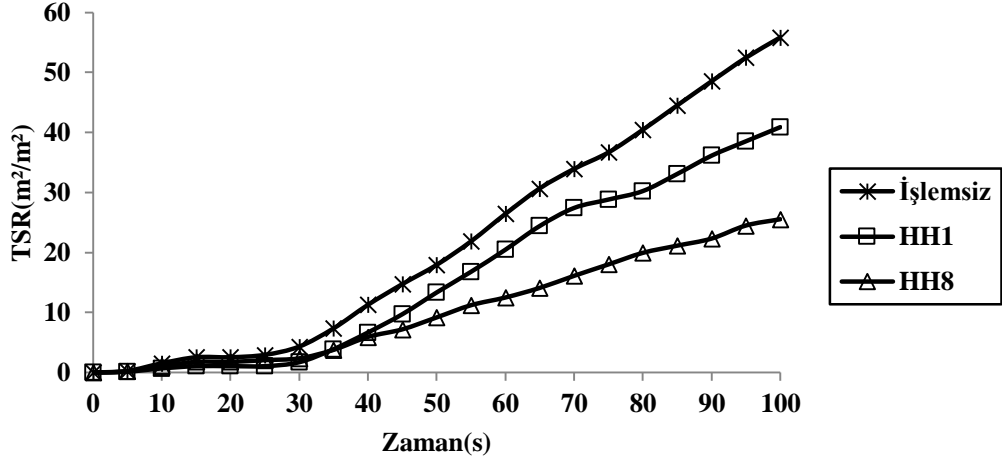
Tüm koni kalorimetre sonuçları incelendiğinde kaplama yapılmış kumaşların (HH1 ve HH8) yanma sonucunda Şekil 3.9’de görüldüğü gibi oluşan kömür formu kalıntı miktarı artmış, ısı yayma ve ısı serbest bırakma mekanizması değişmiştir. Kömür kalıntısı termal bir bariyer görevi görüp havadaki oksijen ile teması azaltmış ve yanma sonucunda oluşan duman salımını azaltarak zehirli duman çıkışını azaltmıştır (Zhang ve diğ. 2016). Sonuç olarak HH1 ve HH8 reçeteleri ile kaplama yapılmış kumaşların işlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında güç tutuşurluk özelliklerinin geliştiği tespit edilmiştir.



Şekil 3.10: Kumaş numunelerinin zamana karşı THR(MJ/m<sup>2</sup>) grafiği.



Şekil 3.11: Kumaş numunelerinin zamana karşı HHR (kW/m<sup>2</sup>) grafiği.



Şekil 3.12: Kumaş numunelerinin zamana karşı TSR (m²/m²) grafiği.

### 3.8 DTA-TG Test Sonuçları

Tablo 3.3: İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaşların DTA ve TG sonuçları.

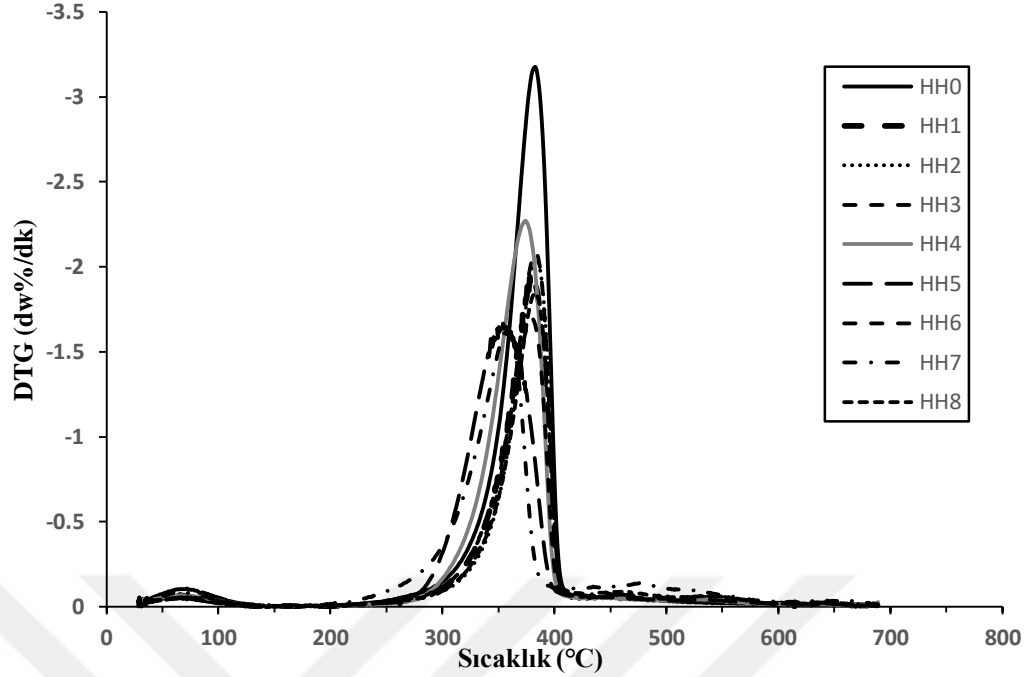
Numuneler	T <sub>onset</sub> % 5 (°C)	T <sub>onset</sub> % 10 (°C)	T <sub>maks</sub> (°C)	T <sub>maks</sub> 'daki kalıntı miktarı(%)	600 °C'deki kalıntı miktarı(%)
HH0	216	320	383	38,23	11,63
HH1	276	326	380	50,43	22,63
HH2	252	325	383	43,43	12,98
HH3	256	327	383	46,27	19,36
HH4	262	318	375	39,50	10,80
HH5	277	308	354	54,37	17,2
HH6	259	321	379	50,19	21,84
HH7	272	327	359	77,09	20,82
HH8	235	293	382	40,66	27,54

İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış pamuklu kumaşların termal analizleri için termogravimetrik analiz (TGA) kullanılmıştır. Şekil 3.13 ve Şekil 3.14'de sırasıyla tüm kumaşların DTG ve TG grafikleri verilmiştir. Tablo 3.3'de DTG grafiğinden elde edilen % 5 kütle kaybı sıcaklığı (T<sub>onset%5</sub><sup>5</sup>), % 10 kütle kaybı sıcaklığı (T<sub>onset%10</sub><sup>6</sup>), maksimum ağırlık kayıplarındaki sıcaklıklar (<sup>7</sup>T<sub>maks</sub>), T<sub>maks</sub>'teki kalıntı değerleri ve TG grafiğinden 600 °C'de tüm kumaşların kalıntı miktarları verilmiştir (Liu ve diğ. 2016).

<sup>5</sup> T<sub>onset%5</sub>:Kumaşların %5 kütle kaybının meydana geldiği sıcaklık

<sup>6</sup> T<sub>onset%10</sub>:Kumaşların %10 kütle kaybının meydana geldiği sıcaklık

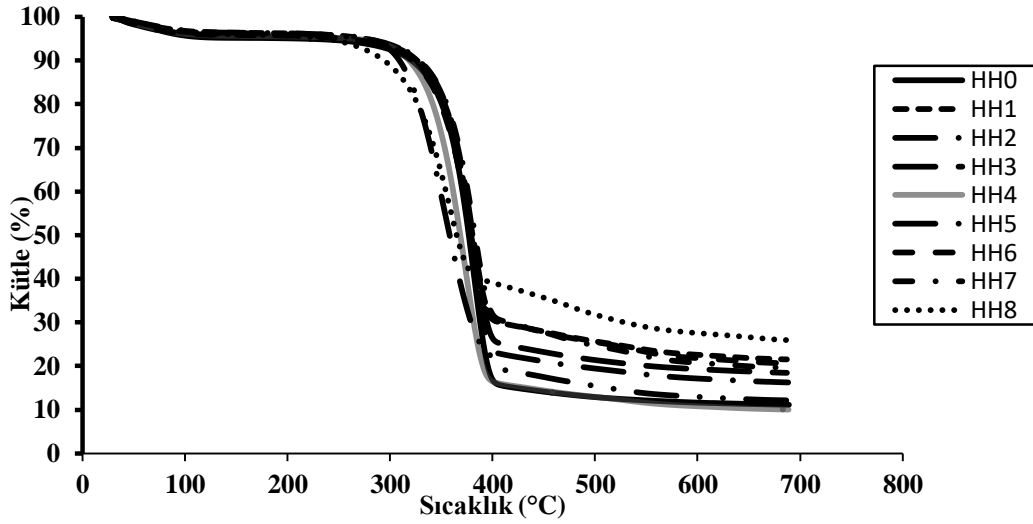
<sup>7</sup> T<sub>maks</sub>: Maksimum ağırlık kaybı sıcaklığı



Şekil 3.13: İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaş numunelerinin DTG grafiği.

İşlem görmemiş pamuklu kumaşın başlangıçtaki bozulma sıcaklığı ( $T_{\text{onset}\%5}$ ) 216 °C'dir. Selüloz sıcaklığın artması ile depolimerizasyona uğrayarak ana kütle kaybını 308 ile 408 °C arasında gerçekleştirmiştir. Daha sonra ısıl bozulma hızı sıcaklığın artması ile azalırken kömür artık miktarı yavaşça azalarak 600 °C'de sadece % 11,63 kalmıştır. Bu durum oluşmuş kömürün daha fazla termal bozulmasından kaynaklanmıştır (Liu ve diğ. 2016). Huntit-hidromanyezit katkılı nanosoller ile kaplanmış kumaşlar işlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında termal stabiliteyi geliştirdiğinden dolayı yüksek başlangıç bozulma sıcaklıkları göstermişlerdir ( $T_{\text{onset}\%5}$ ). Huntit-hidromanyezit ilaveli nanosoller ile kaplanmış kumaş örnekleri termal bozunma sonunda piroliz mekanizmasını dehidrasyon yönüne kaydırmıştır. Termal bozunma sırasında oluşan kömür bariyer görevi görüp selülozun depolimerizasyon sonrası ortaya çıkan yanıcı gazların salımını engelleyerek kumaşların kalıntı miktarlarını arttırmıştır. Duman salımını koni kalorimetre analiz sonuçları da doğrulamaktadır.  $T_{\text{maks}}$  değerleri incelendiğinde sadece HH7 ve HH5 reçeteleri ile kaplanmış kumaşların değerleri işlem görmemiş kumaştan daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Diğer kumaşların  $T_{\text{maks}}$  değerlerinin işlem görmemiş kumaşla benzer sıcaklıklarda oldukları gözlemlenmiştir. Tüm kaplanmış kumaşların  $T_{\text{maks}}$  sıcaklıklarındaki kalıntı miktarları işlem görmemiş kumaştan daha yüksek olarak bulunmuştur. HH7 reçeteli numunenin  $T_{\text{maks}}$  kalıntı miktarı işlem görmemiş

kumaştan % 50 daha fazladır. Ayrıca Tablo 3.3’de görüldüğü gibi 600 °C’deki artık kömür oranının bütün kaplama yapılmış kumaşlarda arttığı görülmüştür (% 11,63’ten sırasıyla % 27,54’e). Huntit-hidromanyezit ve silika içeren nanosoller ile kaplama yapılmış kumaşlarda yüzeydeki film tabakası termal bir bariyer görevi görüp oksijenin alev ile temasını engeller. Böylece ısı değişimini ve termal bozunmayı önleyerek kumaşların yanma sonucu karbon kalıntı miktarını arttırmıştır. Piroliz tamamlandığında kaplanmış kumaşların kömür miktarının artması kumaşların piroliz özelliklerinin geliştirildiğini göstermiştir (Fan ve diğ.2018; Liu ve diğ. 2016).



Şekil 3.14: İşlem görmemiş ve kaplama yapılmış kumaş numunelerinin TG grafiği.

### 3.9 Piroliz GC-MS Analizi Sonuçları

HH1 ve HH8 reçeteler ile kaplanmış numunelerin ve işlem görmemiş kumaşın piroliz prosesindeki ürünlerin başlıca bileşenlerini araştırmak için Py-GCMS analizi gerçekleştirilmiştir. Tablo 3.4, Tablo 3.5, Tablo 3.6’da sırasıyla işlem görmemiş, HH1 ve HH8 kodlu numunelerin Py-GCMS analizi sonrası elde edilen piroliz ürünleri ve tipleri gösterilmiştir. Tablo 3.7’de ise yine aynı kumaşların py-GCMS analizi sonrası elde edilen ürün tiplerinin tip sayıları ve toplam alan yüzdeleri verilmiştir. Ayrıca Şekil 3.15 a), b) ve c)’de sırasıyla işlemsiz, HH1 kodlu ve HH8 kodlu numunelerin Py-GCMS grafikleri verilmiştir. Bilindiği gibi selülozun piroliz sonucu oluşan gaz ürünler alkol/fenol, aldehit, keton, furan, benzen halkası, ester, eter ve diğer bilinmeyen maddeleri içerir (Zheng ve diğ. 2015; Masuko ve diğ. 2002) ve bu gazlar genellikle yanıcıdır. Tablo 3.7’de görüldüğü gibi işlem gören kumaşlarda furanlar ve ketonların oluşumunda önemli bir azalma gözlenmiştir. HH1 kodlu numunede 1 adet ve HH8 kodlu numunede 2 adet inorganik yapıda Si-tip pik gözlenmiştir. Bu da yanıcı olmayan ürünlerin ve kömür oluşumunun arttığını göstermiştir.

**Tablo 3.4:** İşlem görmemiş pamuklu kumaşın pirolizden elde edilen ürünler.

Alkol tip	Asit tip	Aldehit tip	Keton tip	Furan tip	Benzen tip	Ester tip	Diğer bileşikler
4-Pentin-1-ol	1-Propan-1,2,3-trikarboksilik asit	3,5-di-tert-Butil-4-hidroksibenzoaldehit	2-Siklopenten-1-on, 2-metil-	Furfural	Stiren	Benzoik asit, 2-etilhekzil ester	1H-İmidazol, 4,5-dihidro-2-metil-
Orsinol			1,2-Siklopentadion, 3-metil-	2-Furankarboksaldehit, 5-metil-	3-[(Sikloheksil-metil-amino)-metil]-3H-benzooksazol-2-on	Karbonik asit, pentadesil 2,2,2-trikloretil ester	Sikloheksan, metil-
			1,3,5-Triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trion, 1,3,5-tri-2-propenil-		Metilen dioksiamfetamin asetat	hekzadekan oik asit, metil ester	1,4-Pentadien
					Benzadehit, 2-nitro-, diaminometillidinhidrazon		2,4-Dimetil-1,5-diazabicyclo[3.1.0]hekzan (cis)
					1,4-Benzendikarboksamid, N,N'-bis(2-hidroksil-1-metil-2-feniletil)-		3-Kloro-N-metilpropilamin
					1-[.alfa.-(1-Adamantill)benzilidin]tiyosemikarbazid		Propanamid
							Tobakko
							2-Okso-3-metil-cis-perhidro-1,3-benzoksazin
							2-Amino-5-isopropil-8-metil-1-Azulenkarbonitril

**Tablo 3.5:** HH1 reçete ile kaplanmış numunenin pirolizden elde edilen ürünler.

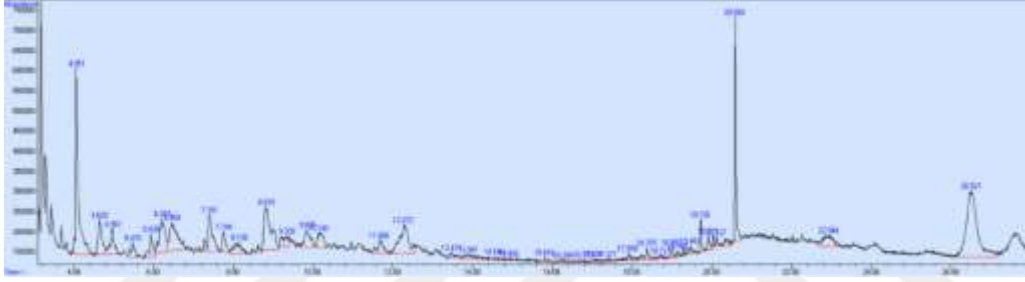
Alkol tip	Keton tip	Furan tip	Benzen tip	Ester tip	Si Tip	Diğer bileşikler
Fenol, 3-metil-	2-Siklopentin-1-on, 2-metil-	3-Furaldehit	Etilbenzin	Karbamik asit, 2-(2-toliksikarbonil amino)etil ester	9,9-Dimetil-9-sila-9,10-dihidrofenantren	Siklopropankarboksamid
	1,2-Siklopentandion, 3-metil-	Furfural	p-Ksilen	Metil heksadek-9-enoat		Siklopentadekan
		2-Furankarboksaldehit, 5-metil-	Stiren	Hekzadekanoik asit, metil ester		4-Aminobutiramit, N-metil-N-[4-(1-pirolidinil)-2-butinil]-N',N'-bis(trifluoroasetil)-
			İnden	11,13-Dimetil-12-tetradisen-1-ol asetat		Oktadekan
			Naftalin, 1,2-dihidro-			2-Amino-5-isopropil-8-metil-1-azulenkarbonitril
			Naftalin			5-Oktadesen, (E)-
			Benzosikloheptrien			Tobakko
			(1S,2R)-(+)-Norefedrin			
			1-[.alfa.-(1-Adamantil)benzilidin]tiyosemikarkazid			
			Metanefrin			
			Benzaldehit, 2-nitro-, diaminometilidenhidrazon			
			Benzaldehit, 2-nitro-, diaminometilidenhidrazon			
			Fenilefrin			
			Benzo[ghi]perilen			

**Tablo 3.6:** HH8 reçete ile kaplanmış numunenin pirolizden elde edilen ürünler.

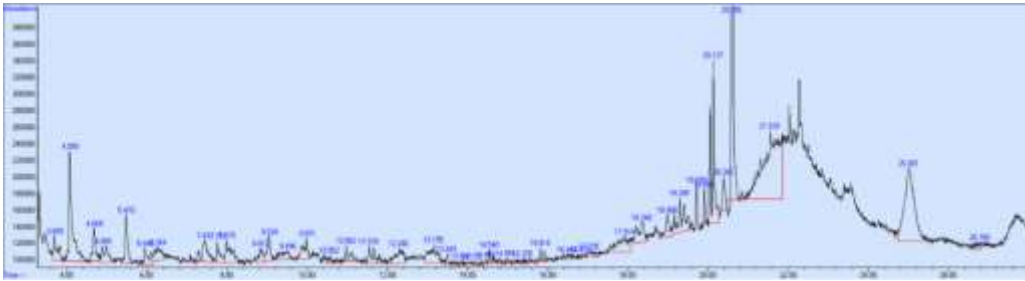
Asit tip	Keton tip	Furan tip	Benzen tip	Ester tip	Si-tip	Diğer bileşikler
Pterin-6-karboksil asit	Butirolakton	Furfural	o-Ksilen	Karbamik asit, N-[(N-siyanometilpropan amit)-2-il]-, 1-metil-1-(3,5-dimetoksifenil)etil ester	Siklotrisiloksan, heksametil-	Propanamit
	1,3,5-Triazin-2,4,6(1H,3H,5H)-trion, 1,3,5-tri-2-propenil-	2-Furankarboksaldehit, 5-metil-	Stiren	Benzoik asit, 2-etilheksil ester	9,9-Dimetil-9-sila-9,10-dihidrofenatren	Polietilen
			.alfa.-Metilstiren	Hekzadekanoik asit, metil ester		Bisiklo[2.2.1]heptan-2-on, 4,7,7-trimetil-, semikarbazon
			3-Metilpridazin	Sülfüroz asit, sikloheksimetil tetradesil ester		8-Heptadesen
			3-Propoksiamfetamin			Oktadekan
			1H-Indin, 1-metil-			
			Benzaldehit, 2-nitro-, diaminometilidhidrazon			
			Propanamit, 3-(3,4-dimetilfenilsulfonyl)-			
			Benzenmetanol, .alfa.-[1-metil-2-[(1-metiletil)amino]propil]-			
			Difenilamin			
			Metaraminol			

**Tablo 3.7:** HH1, HH8 reçeteleri kaplanmış numunelerin ve işlem görmeyen pamuklu numunenin piroliz ürünlerinin tipleri ve yüzdeleri.

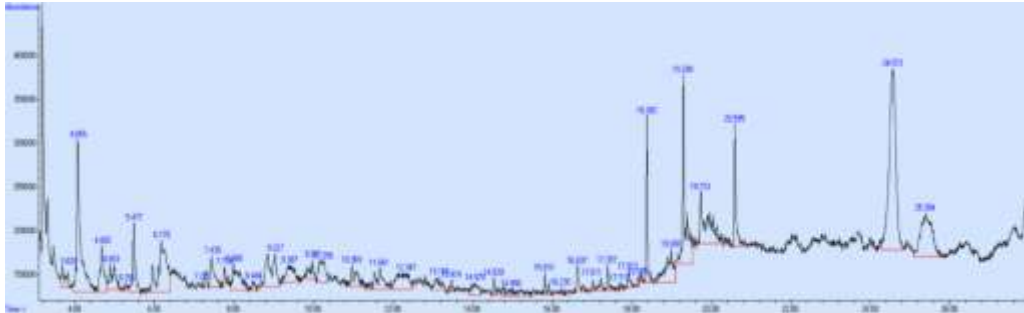
	İşlemsiz		HH1		HH8	
	Pik sayısı	Toplam alan yüzdesi	Pik sayısı	Toplam alan yüzdesi	Pik sayısı	Toplam alan yüzdesi
<b>Alkol</b>	2	4.66	1	1.10	-	-
<b>Asit</b>	1	1.48	-	-	1	3.04
<b>Aldehit</b>	1	0.63	-	-	-	-
<b>Keton</b>	3	10.26	2	1.71	2	7.02
<b>Furan</b>	2	17.23	3	6.74	2	10.25
<b>Benzen</b>	6	5.18	15	18.90	11	14.65
<b>Ester</b>	3	8.79	4	51.30	4	24.24
<b>Si-tip</b>	-	-	1	0.44	2	6.30
<b>Diğer Bileşikler</b>	10	21.81	7	12.06	5	10.71
<b>Bilinmeyen</b>	9	29.95	9	7.75	12	23.79



(a)



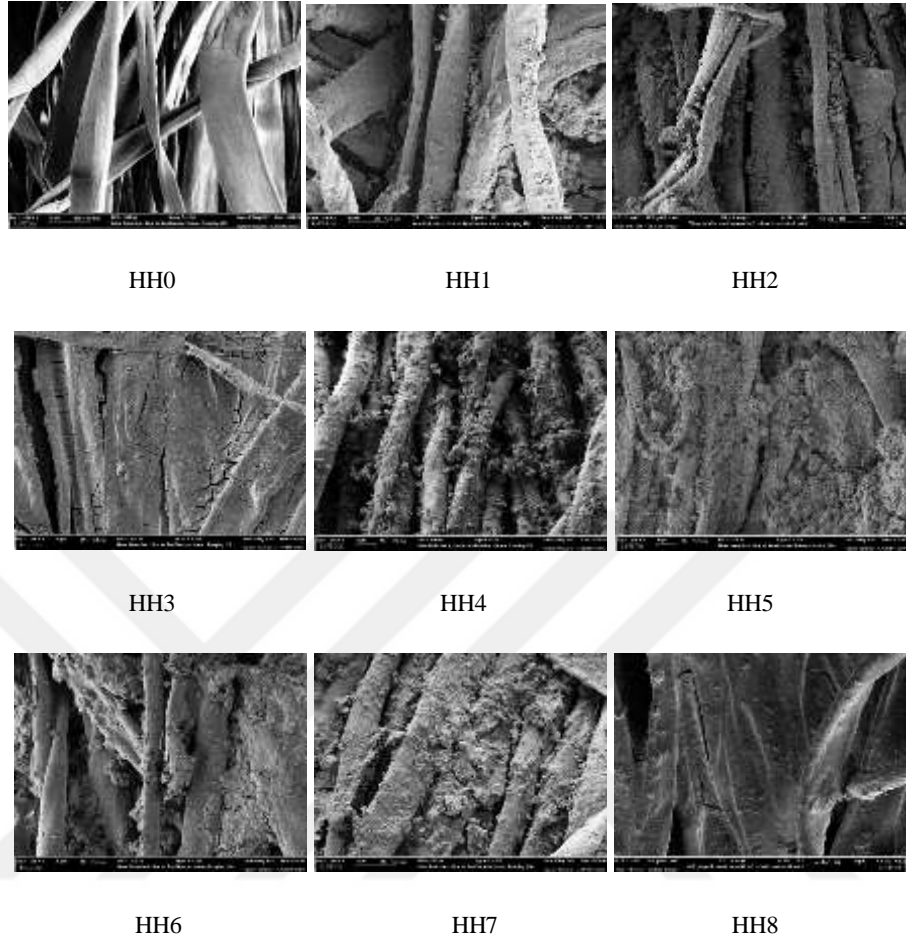
(b)



(c)

**Şekil 3.15:** (a) İşlemsiz kumaş, (b) HH1 ve (c) HH8 reçete ile kaplanmış numunenin py-GC-MS grafiği.

### 3.10 SEM-EDS Analizi Sonuçları



Şekil 3.16: İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların SEM görüntüleri.

İşlem görmemiş ve kaplanmış kumaşların SEM görüntüleri Şekil 3.16'de ve EDS sonuçları da Tablo 3.8'de verilmiştir. SEM-EDS analizi elemental analiz tekniğidir ve numunelerin yüzey kompozisyonu hakkında bir fikir verir (Mengal ve diğ. 2016). İşlem görmemiş kumaştaki elyafların yüzeyi yumuşak, pürüzsüz ve düzgün olarak gözlenmiştir. Huntit-hidromanyezit ilaveli nanosoller ile kaplanmış kumaş örneklerinin yüzeyleri daha sert, pürüzlü bir hale gelmiştir ve kaplamaların elyaf yüzeyinde kaldığı gözlemlenmiştir. HH3 reçetesi ile kaplanmış kumaş örneğinin yüzey kaplamasında çatlaklar olmasına rağmen HH3 ve HH8 reçeteleri ile kaplanmış kumaş örnekleri incelendiğinde diğer kumaşlar örneklerine göre daha pürüzsüz bir film tabakası ve yüzey elde edildiği görülmüştür. HH1 ile HH3 reçeteleri ve HH7 ile HH8 kaplanmış kumaşlar kendi aralarında incelendiğinde HH3, HH8 reçeteleri ile kaplanmış numunelerin yüzeyinde daha düzgün ve pürüzsüz bir yapı olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuçlar değerlendirildiğinde yüzey modifikasyonu için kullanılan

yükseltgen madde seçiminde (adım 2) hidrojen peroksit kullanımının diğer yükseltgen maddeler ile kıyaslandığında daha verimli sonuçlar verdiği tespit edilmiştir. Ayrıca oluşan film tabakasının daha pürüzsüz, kırılmasız/çatlaksız ve liflerin arasını dolduran yapısı, başlatıcı olarak GPTMS kullanılan HH8 reçetesi ile kaplanmış kumaş örneklerinde elde edilmiştir.

**Tablo 3.8:** Kumaş numunelerinin EDS analizi sonucu element bileşimleri.

	HH0	HH1	HH2	HH3	HH4	HH5	HH6	HH7	HH8
<b>C</b>	48,04	37,13	43,65	41,44	44,31	38,18	33,77	37,71	45,19
<b>O</b>	51,96	48,23	50,94	49,29	49,09	53,47	50,71	49,71	48,65
<b>Si</b>		9,87	0,75	8,29	2,36	4,50	8,34	7,16	3,86
<b>Ca</b>		1,96	1,70	0,50	1,13	0,80	2,64	1,94	1,24
<b>Mg</b>		2,81	2,97	0,48	1,96	1,48	4,06	3,48	1,06
<b>N</b>					0,84	0,70			
<b>P</b>									
<b>S</b>					0,32	0,87			
<b>Mn</b>							0,24		
<b>K</b>							0,23		

Kumaş numunelerinin EDS sonuçlarına göre, işlem görmemiş pamuklu kumaş karbon ve oksijen elementlerini içermektedir. Huntit-hidromanyezit katkılı nanosoller ile kaplanmış bütün kumaşlarda kalsiyum (Ca) ve magnezyum (Mg) elementlerinin varlığı kaplanmış kumaşlardaki huntit-hidromanyezit mineralinin varlığını ve silisyum (Si) elementi de kullanılan silanların varlığını kanıtlamıştır. HH4 ve HH5 reçetelerinde yükseltgen madde olarak kullanılan APS'in varlığı da, nitrojen (N) ve sülfür (S) elementi ile doğrulanmıştır. Ayrıca yükseltgen madde olarak PP kullanılan HH6 reçetesi ile kaplanmış kumaş örneklerinde eser miktarda mangan (Mn) ve potasyum (K) varlığının yükseltgen madde olarak potasyum permanganatın nanosol çözeltisinde tam çözünmemesinden ve büyük parçacık olarak kalmasından dolayı olduğu düşünülmektedir.

Sonuç olarak kaplanmış kumaşların yüzeyinde SEM-EDS analizi sonucunda tespit edilen silisyum (VTES, TEOS, GPTMS), kalsiyum ve magnezyum (huntit-

hidromanyezit) elementlerinin varlığı ile güç tutuşurluk özelliklerinin geliştirildiği kanıtlanmıştır.

### 3.11 FTIR-ATR Analizi Sonuçları

Şekil 3.17’te işlem görmemiş numunenin ve kaplama yapılan numunelerin FTIR-ATR analizi spektrumları gösterilmiştir. Ayrıca oluşan pikleri rahat görebilmek için başlatıcı silanlarına ve yükseltgen maddelere göre numuneler sınıflandırılıp kaplama yapılmayan numune ile beraber ayrı ayrı grafiklerde gösterilmiştir (Şekil 3.18, Şekil 3.19, Şekil 3.20, Şekil 3.21). Bu grafikte selüloza ait C-O-C gerilme titreşimini  $1053\text{ cm}^{-1}$  civarında (Grancaric ve diğ. 2017), selüloz zincirinin C-O-C bağları  $1160\text{-}1035\text{ cm}^{-1}$  aralığında (Lin ve diğ. 2019; Liu ve diğ. 2018), C-H eğilme titreşiminin  $1370\text{ cm}^{-1}$  civarında (Grancaric ve diğ. 2017),  $\text{-CH}_2\text{-}$ ’nin deformasyon titreşiminin  $1428\text{ cm}^{-1}$  civarında (Liu ve diğ. 2018), adsorbe edilen suyun O-H eğilmesinin  $1635\text{ cm}^{-1}$  civarında (Liu ve diğ. 2018), alkil zincirindeki C-H gruplarının gerilme titreşiminin  $2900\text{ cm}^{-1}$  civarında (Carosio ve diğ. 2012; Liu ve diğ. 2018), OH gerilmesinin  $3000\text{-}3600\text{ cm}^{-1}$  arasında ve  $3333\text{ cm}^{-1}$  (Lin ve diğ. 2019) karakteristik  $\text{-OH}$  gerilme tepe noktası olarak gözlenmiştir. Bu pikler tüm kumaşlarda selüloz yapısından kaynaklanan piklerdir. İşlem görmüş kumaşlarda (HH8, HH7, HH5, HH4)  $3780\text{ cm}^{-1}$  dalga uzunluğunda gözükken zayıf pik kaplanmış kumaşlardaki O-H bağları nedeniyle oluşmuş olabilir (Atay ve Çelik 2010).

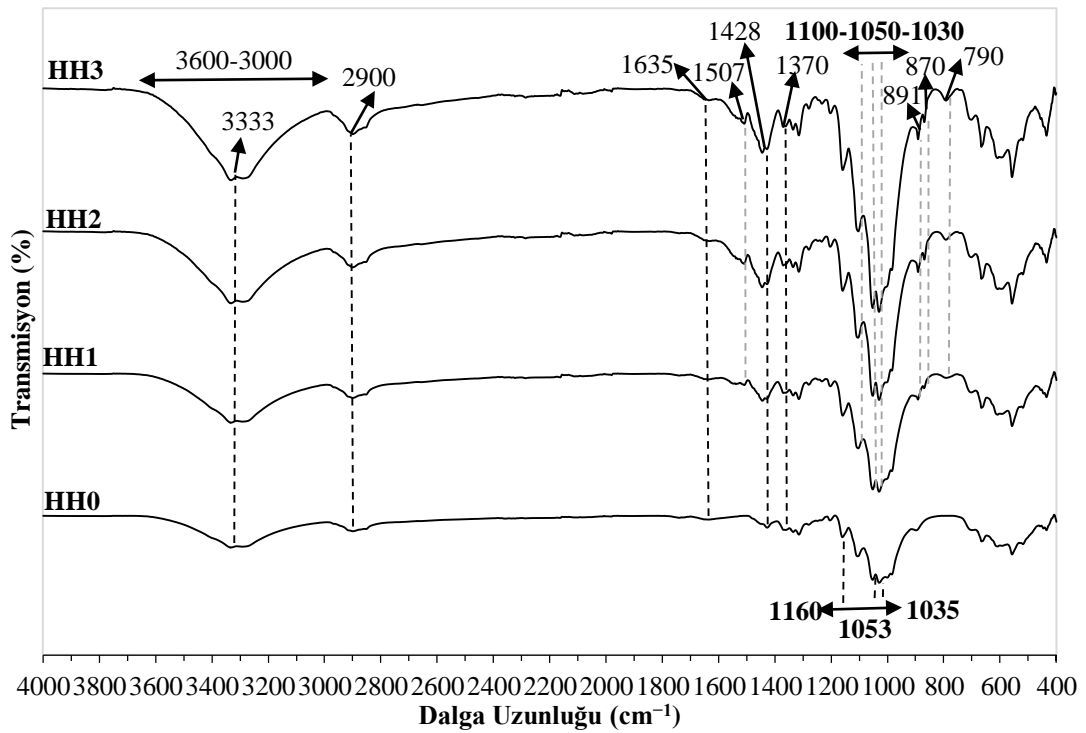
$1030$ ,  $1050$  ve  $1100\text{ cm}^{-1}$  dalga uzunluğunda gözlenen pikler Si-O-C ve Si-O-Si’nin karakteristik pikleri olarak bulunmuştur (Qian ve diğ. 2014; Onar ve Mete 2016). Bu pikler işlemsiz kumaşta da gözlenmiştir ve dolayısıyla selülozun pikleri ile bu pikler üst üste binmiştir.  $790\text{ cm}^{-1}$  dalga uzunluğu civarındaki pik Si-O eğilmesine bağlı olarak kumaş yüzeyinde silika olduğuna işaret etmiştir (Carosio ve diğ. 2012; Lin ve diğ. 2019). Kaplama yapılan kumaşlarda özellikle GPTMS kullanılan örneklerde bu piklerin derinliği artmıştır.

HH4 dışında  $1508\text{ cm}^{-1}$  dalga uzunluğu civarında gözlenen pik HH’ye ait  $\text{CO}_3^{2-}$ ’nin asimetric bandlarına atanmıştır. HH4 dışında tüm örneklerde  $870$  ve  $891\text{ cm}^{-1}$  dalga uzunluğu yakınında gözlenen piklerin HH’nin karbonat ligandlarına ait olduğu tespit edilmiştir (Camlibel ve diğ. 2019; Sen ve diğ. 2014; Zhang ve diğ. 2015).

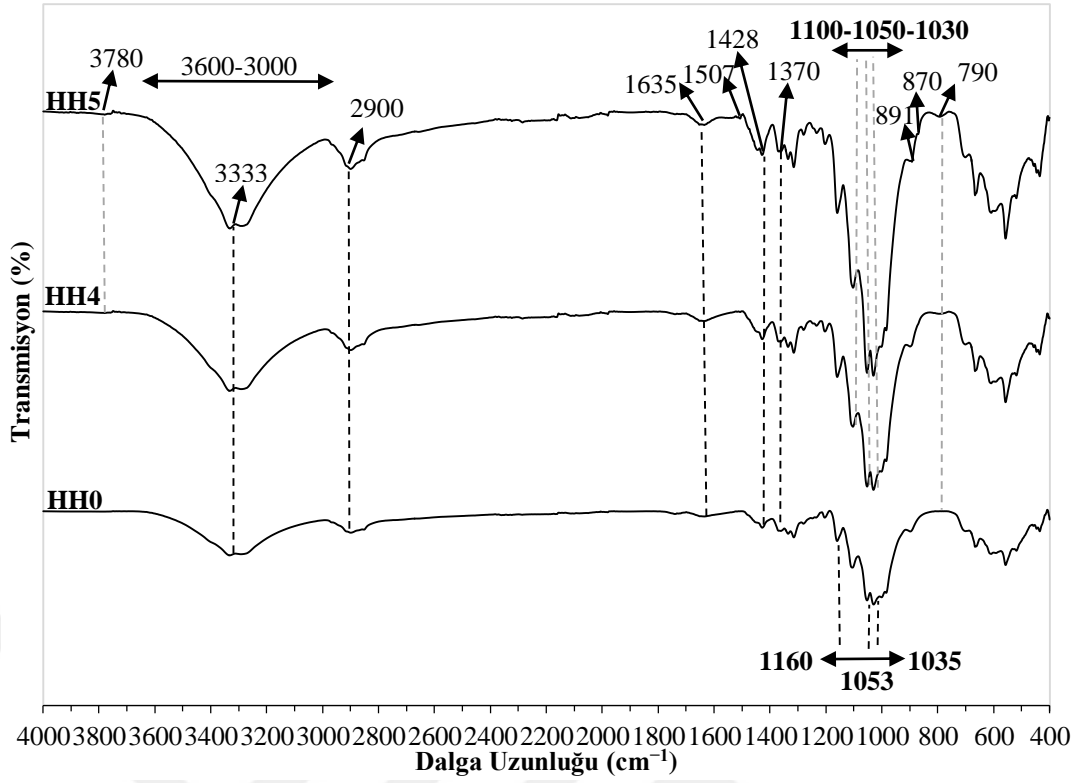
Bu pikler sayesinde kaplamalardaki huntit-hidromanyezitin varlığı FTIR-ATR analizi sonucu kanıtlanmıştır. Ayrıca düşük konsantrasyon da APS kullanımının huntit-hidromanyezit modifikasyonu ve kaplama içinde huntit-hidromanyezitin tutunması konusunda başarısız olduğu bulunmuştur.

Bu sonuçlara göre TEOS ve VTES veya GPTMS ve huntit-hidromanyezitin kumaş yüzeyine başarılı bir şekilde kaplandığı FTIR-ATR analiz sonuçları ile kanıtlanmıştır.

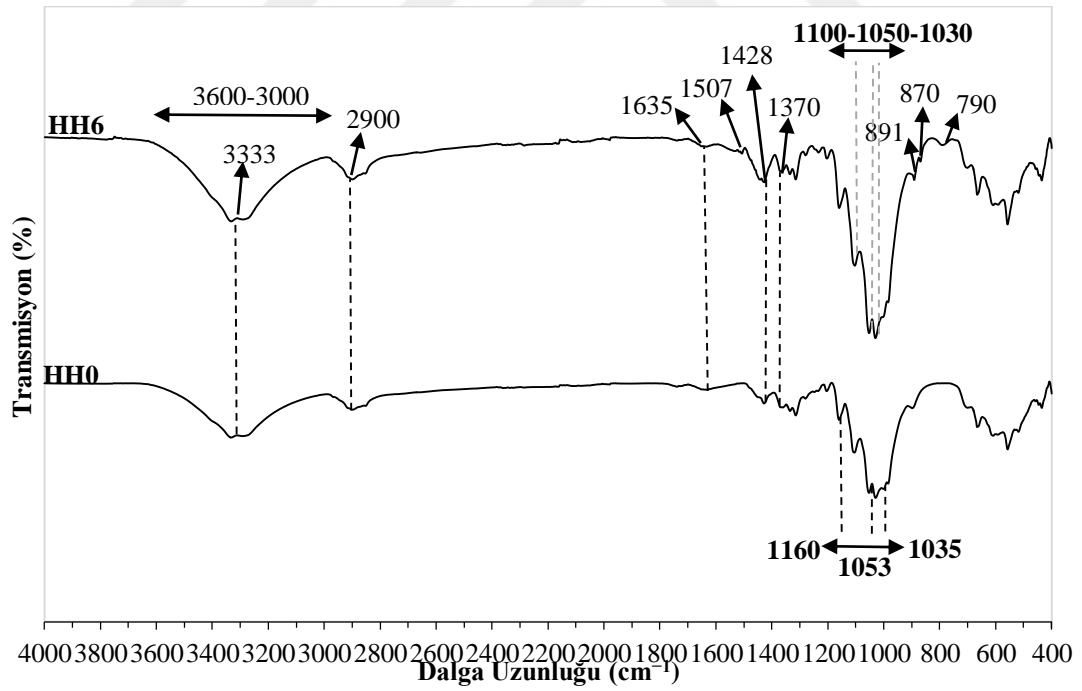
Şekil 3.17: İşlem görmemiş ve kaplanmış numunelerin FTIR-ATR grafikleri.



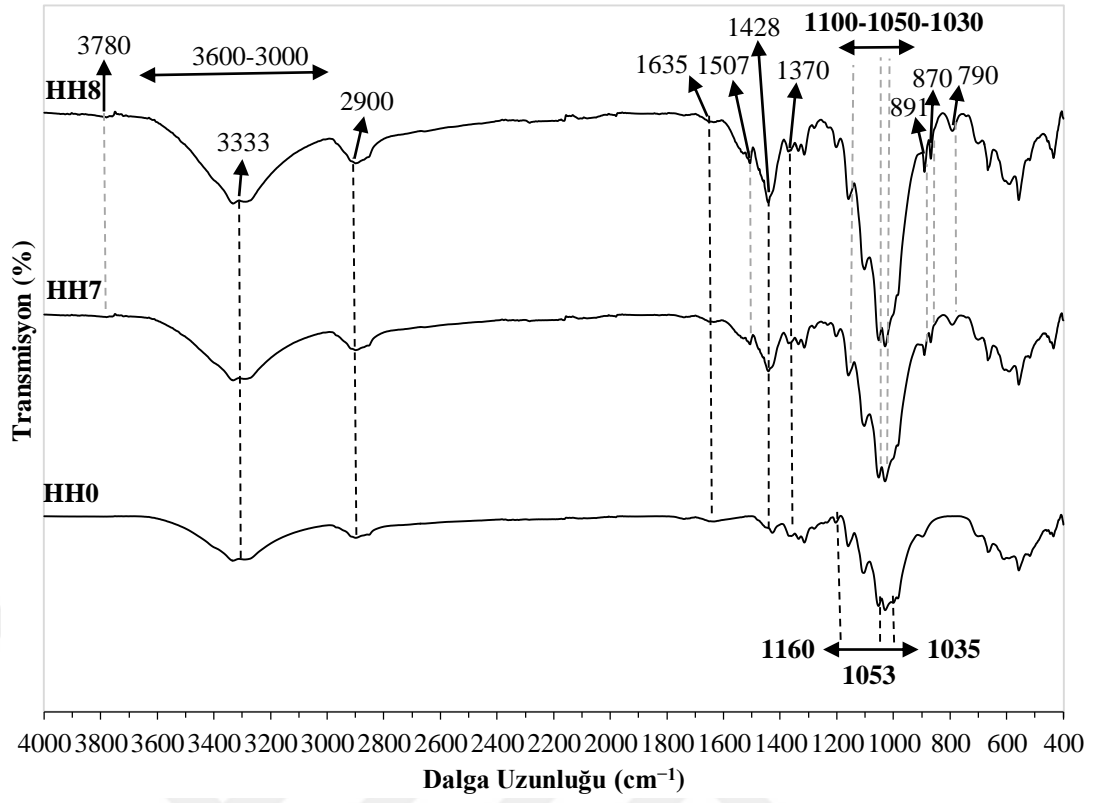
Şekil 3.18: HH1, HH2, HH3 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.



Şekil 3.19: HH4, HH5 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.



Şekil 3.20: HH6 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.



Şekil 3.21: HH7, HH8 ve işlem görmemiş numunelerin FTIR-ATR grafikleri.

## 4. SONUÇ VE ÖNERİLER

Güç tutuşurluk özelliği bulunan huntit-hidromanyezit karışım minerali geniş termal ayrışma sıcaklık aralığına sahiptir ve ayrışma sonucunda çevreye zararsız ürünler ortaya çıkartır. Huntit-hidromanyezit uygulanan materyalin yanması sonucunda yüzeyde termal bariyer oluşturarak duman salımını azaltır ve ısı yaymasını azaltır. Böylece piroliz prosesine etki ederek kömür kalıntı miktarını arttır. Huntit-hidromanyezit mineral karışımı polimer kompozitlere güç tutuşur dolgu maddesi olarak ilave edildiği literatür çalışmaları bulunmasına rağmen tekstil malzemelerine sol-jel yöntemi ile aktarıldığı çalışmalar bulunmamaktadır. Literatürdeki bu boşluğun doldurulması amacı esas alınarak bu tez çalışmasında güç tutuşurluk özelliği bilinen huntit-hidromanyezit karışım minerali katkı silika esaslı nanosoller oluşturularak sol-jel yöntemi ile pamuklu kumaşlara aktarılması ve pamuklu kumaşın güç tutuşurluk özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bunun için Chen ve. diğ. (2010)'nın yaptığı çalışmada kullanılan polimerlerin grafit ile arasında bağ kurulması için öncelikle grafitin yüzey modifikasyonunu gerçekleştirip sol-jel yöntemi ile malzemeye aktararak güç tutuşur kompozit elde etmişlerdir. Deney aşamaları için bu çalışma referans alarak 4 aşamalı işlem planı oluşturulmuştur. Öncelikle tetrahidrofur ile huntit-hidromanyezit karışım mineralinin çözünürlüğü arttırılıp, ardından VTES ve GPTMS silan başlatıcıları ile hidrojen peroksit, amonyum persülfat ve potasyum permanganat yükseltgen maddeleri kullanarak yüzey aktifleştirme modifikasyonu gerçekleştirilmiştir. Bazik ortamda silika esaslı nanosoller oluşturularak pamuklu kumaşa emdirme-kurutma-fiksaj yöntemi ile kaplama yapılmıştır. Ayrıca huntit-hidromanyezit karışım tozunun partikül boyutunun küçültülmesi ile pamuklu kumaş üzerinde nasıl bir etkisi olacağını görebilmek için 15 gün boyunca öğütücüde işlem görerek partikül boyutları küçültülmüştür. Partikül boyutunun yanı sıra yüzey modifikasyonu için seçilen başlatıcı silan tipi, yükseltgen madde tipi ve yükseltgen madde konsantrasyonları değişken olarak esas alınmıştır.

Kaplama yapılmış kumaşlar ve işlem görmemiş pamuklu kumaşın analizleri sonuçları aşağıdaki şekilde özetlenmiştir:

- a) HH6 kodlu reçetede yükseltgen madde olarak kullanılan potasyum permanganat ile süspansiyon bir çözelti elde edilmiş olup, potasyum permanganat partikülleri çözelti içinde gözle görülür seviyede kalmış,

emdirildikten sonra da kumaş yüzeyinde kaldığı gözlemlenmiştir. Bunu önlemek için farklı çözenler ile denemeler yapılabilir.

- b) Kaplama yapılmış kumaşlardaki kütleli artış oranları değerlendirildiğinde en yüksek artışın başlatıcı olarak seçilen GPTMS'nin kullanıldığı HH8 ve HH7 kodlu kumaşlar örneklerinde elde edildiği tespit edilmiştir (sırasıyla, % 25,5 ve 33,8). HH2 kodlu reçetenin kütleli artış sonucu incelendiğinde parçacık boyutunun küçültülmesi ile aynı reçete ile öğütülmemiş partiküller kullanmasına göre (HH1 reçetesi) kütleli artış değerinin düştüğü tespit edilmiştir.
- c) Kumaşların beyazlık ve sarılık indeksleri incelendiğinde yükseltgen madde tipi ve konsantrasyonunun beyazlık ve sarılık indekslerine önemli etkisi olduğu tespit edilmiştir. En iyi sonuçların yükseltgen madde olarak hidrojen peroksit ve düşük yükseltgen madde konsantrasyonunun kullanımı ile elde edildiği bulunmuştur. HH1 ve HH7 kodlu numuneler incelendiğinde pamuklu kumaşların hem güç tutuşurluk etkilerinin arttırıldığı, hem de beyazlık seviyelerinin korunduğu gözlemlenmiştir. Sonuç olarak huntit-hidromanyezitin beyazlık ve sarılık indeksine doğrudan bir etkisi olmadığı ispatlanmıştır.
- d) Kopma mukavemet sonuçları incelendiğinde yükseltgen madde olarak amonyum persülfat kullanılan HH4 ve HH5 reçetelerinin işlemsiz kumaşa göre mukavemeti oldukça düşürdüğü gözlenmiştir. En iyi mukavemet sonuçları HH7 (% 27,3) kodlu reçeteye aittir ve başlatıcı madde olarak GPTMS kullanılan reçetelerin kopma mukavemetini arttırdığı tespit edilmiştir. Ayrıca HH6 kodlu reçetenin de işlem görmemiş kumaşa göre kopma mukavemetine pozitif etki ettiği gözlenmiştir.
- e) Dikey yakma testi incelendiğinde işlemsiz kumaş 7 saniye boyunca alevli yanma gerçekleştirip geriye kalıntı bırakmamasına rağmen kaplama yapılmış kumaşların ısı yayılım hızı azaldığı için alevli yanma süreleri uzamıştır. Tüm kaplanmış kumaşların işlem görmemiş kumaşa kıyaslandığında ısı yayma hızının azaldığı ve geriye işlem görmemiş kumaştan daha fazla kalıntı bırakarak güç tutuşurluk etkisi kazandığını kanıtlamıştır.
- f) Kumaş örneklerinin LOI sonuçları değerlendirildiğinde en iyi LOI sonucunun HH8 kodlu reçetede elde edildiği tespit edilmiştir (% 21). LOI analizi sonucunda kumaş görüntülerine bakıldığında işlemsiz kumaştan geriye çok az

kömür artığı kalırken kaplama yapılmış kumaşlarda kömür kalıntı miktarı artmıştır.

- g) Koni kalorimetre sonuçlarına göre kaplama yapılmış kumaşlar işlem görmemiş kumaşla kıyaslandığında güç tutuşurluk özelliklerinin geliştirildiği tespit edilmiştir. HH1 ve HH8 kodlu kumaşların THR değerlerinde önemli bir değişiklik tespit edilmemesine rağmen HRR, MARHE değerlerinde önemli derecede düşüş tespit edilmiştir. HH8 kodlu reçete ile işlem gören kumaşın alev sönme süresinin işlem görmemiş kumaşa göre 10 saniye azaldığı tespit edilmiş olup, işlem görmüş kumaşların pkHRR değerleri azalmıştır (HH1 -% 6, HH8 -% 22,48 ). İşlem görmüş kumaşların SEA, TSR, SPR değerlerinde ciddi düşüşler tespit edilmiştir. İşlem görmüş kumaşlar yanma sonrasında kömür formu oluşturmuş ve kömür formunun yanma sırasında koruyucu bariyer görevi görüp alevin oksijen ile temasını ve duman salımını azalttığı tespit edilmiştir. CO<sub>2</sub>/CO verimi de güç tutuşurluk için önemli bir faktördür ve işlem gören kumaşlarda bu değer azaldığı görülmüştür. Duman salımının azalması olası bir yangında duman ile zehirlenmeleri önlemek için önemli bir faktör olduğundan kumaşların güç tutuşurluk özelliklerinin geliştirildiği ve bu kaplamaların pamuklu kumaşlara güç tutuşur özellik kazandırmak için kullanılabileceği kanıtlanmıştır.
- h) Pamuklu kumaşların pirolizi sonrasında selülozun depolimerizasyonu sonucu yanıcı gazlar açığa çıkmaktadır. Piroliz GC-MS analizi ile değerlendirildiğinde işlem görmemiş kumaşa göre furanlar ve ketonların oluşumunda önemli bir azalma gözlemlenmiştir ve yanıcı olmayan ürünler tespit edilmiştir. Bu sonuçlar koni kalorimetre duman salım sonuçları ile uyumludur.
- i) DTA-TG sonuçları incelendiğinde 600 °C’de kaplanmış kumaşların hepsi termal stabilitelelerini koruyup ısıl parçalanmaları yavaşlayarak işlem görmemiş kumaşa göre daha fazla karbon kömür kalıntı miktarı bırakmışlardır. En çok kalıntı bırakan örneklerin HH8 kodlu reçete ile işlem gören kumaş örnekleri olduğu tespit edilmiştir (% 27,54).
- j) SEM sonuçları incelendiğinde işlem görmüş bütün kumaşlarda huntit-hidromanyezit ve silika varlığı tespit edilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde en iyi film tabakası oluşumu HH3 ve HH8 kodlu reçete ile işlem gören kumaşlarda tespit edilmiştir. FTIR-ATR sonuçları incelendiğinde sadece HH4 kodlu kumaşın yüzeyinde huntit-hidromanyezit tespit edilmemiş olup

diğer bütüp kaplama yapılmış kumaşlarda huntit-hidromanyezit ve silika varlığı tespit edilmiştir. Bu da güç tutuşur kaplamaların HH4 kodlu reçete ile işlem gören kumaş örnekleri hariç başarıyla gerçekleştiğini kanıtlamıştır.

Sonuç olarak sol-jel yöntemi kullanılarak huntit-hidromanyezit katkılı silika esaslı nanosoller ile kaplama yapılan pamuklu kumaşların termal stabiliteleri geliştirilmiştir ve selülozun piroliz prosesi dehidrasyonu yönüne kaydırılıp hem duman salımı hem de yanıcı gaz miktarı azaltılmıştır. Karbon kalıntı miktarı da önemli miktarda artmıştır.

Yapılan bu çalışma ile günümüzde halojen ve formaldehit içermeyen güç tutuşurluk özelliği olan ve Denizli’de maden yatakları bulunan huntit-hidromanyezit mineralinin tekstil materyallerine güç tutuşurluk özellikleri kazandırarak amacıyla çalışılabileceği ve ileride yapılacak diğer çalışmalara da elde edilen sonuçların ışık tutabileceği ortaya konulmuştur. İleri ki çalışmalarda huntit-hidromanyezit ile yapılan kaplamalar sonucunda kaplamaların yıkama dayanımlarının geliştirilmesi, farklı elyaf cinsleri ile çalışmalar denemesi ve güç tutuşur özellikleri bilinen fosfor, azot ve farklı silan tipleri ile çalışmalar yapılması önerilebilir.

## 5. KAYNAKLAR

Aksit, A., Onar, N., Kutlu, B., Sergin, E., and Yakin, I., “Synergistic effect of phosphorus, nitrogen and silicon on flame retardancy properties of cotton fabric treated by sol-gel process”, *International Journal of Clothing Science and Technology*, 28(3), 319-327, (2016).

Alongi, J., Colleoni, C., Rosace, G., and Malucelli, G., “Sol-gel derived architectures for enhancing cotton flame retardancy: effect of pure and phosphorus-doped silica phases”, *Polymer degradation and stability*, 99, 92-98, (2014).

Alongi, J., Carosio, F., and Malucelli, G., “Current emerging techniques to impart flame retardancy to fabrics: an overview”, *Polymer degradation and stability*, 106, 138-149, (2014).

Alongi, J., and Malucelli, G., “Cotton flame retardancy: state of the art and future perspectives”, *RSC Advances*, 5(31), 24239-24263, (2015).

Alongi, J., Ciobanu, M., and Malucelli, G., “Sol-gel treatments for enhancing flame retardancy and thermal stability of cotton fabrics: optimisation of the process and evaluation of the durability”, *Cellulose*, 18(1), 167-177, (2011).

Alongi, J., Ciobanu, M., and Malucelli, G., “Sol-gel treatments on cotton fabrics for improving thermal and flame stability: effect of the structure of the alkoxy silane precursor”, *Carbohydrate polymers*, 87(1), 627-635, (2012).

Alongi, J., Cuttica, F., Carosio, F., and Bourbigot, S., “How much the fabric grammage may affect cotton combustion?” *Cellulose*, 22(5), 3477-3489, (2015).

Ardanuy, M., Faccini, M., Amantia, D., Aubouy, L., and Borja, G., “Preparation of durable insecticide cotton fabrics through sol-gel treatment with permethrin”, *Surface and coatings technology*, 239, 132-137, (2014).

Atay, H. Y., and Çelik, E., “Use of Turkish huntite/hydromagnesite mineral in plastic materials as a flame retardant”, *Polymer Composites*, 31(10), 1692-1700, (2010).

Benfer, S., Boehm, S., Hübner, R., Schmalz, E., and Tomardl, G., “Surface modification of a textile filter medium by deposition of an oxide layer by sol-gel treatment using a colloidal or polymeric sol based on metal or silicon ions, useful in filtration processes”, *German Patent DE10209667*, (2002).

Bosco, F., Casale, A., Mollea, C., Terlizzi, M. E., Gribaudo, G., Alongi, J., and Malucelli, G., "DNA coatings on cotton fabrics: effect of molecular size and pH on flame retardancy", *Surface and Coatings Technology*, 272, 86-95, (2015).

Boukhriss, A., Gmouh, S., Hannach, H., Roblin, J. P., Cherkaoui, O., and Boyer, D., "Treatment of cotton fabrics by ionic liquid with PF<sub>6</sub><sup>-</sup> anion for enhancing their flame retardancy and water repellency", *Cellulose*, 23(5), 3355-3364, (2016).

Brinker C.J., Scherer G.W., *Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, San Diego: Academic Press, (1989).

Car, C.M., *Chemistry of Textile Industry*, Cambridge: Great Britain by University Press, (1995).

Camlibel, N. O., Avinc, O., Arik, B., Yavas, A., and Yakin, I., "The effects of huntite-hydromagnesite inclusion in acrylate-based polymer paste coating process on some textile functional performance properties of cotton fabric", *Cellulose*, 26(2), 1367-1381, (2019).

Chapple, S.A., Ferg, E., "The influence of precursor ratios on the properties of cotton coated with a sol-gel flame retardant", *AATCC Review*, 6(11), 36-40, (2006).

Chen, C. H., Yen, W. H., Kuan, H. C., Kuan, C. F., and Chiang, C. L., "Preparation, characterization, and thermal stability of novel PMMA/expandable graphite halogen-free flame retardant composites", *Polymer Composites*, 31(1), 18-24, (2010).

Colleoni, C., Massafra, M. R., and Rosace, G., "Photocatalytic properties and optical characterization of cotton fabric coated via sol-gel with non-crystalline TiO<sub>2</sub> modified with poly (ethylene glycol)", *Surface and Coatings Technology*, 207, 79-88, (2012).

Colleoni, C., Guido, E., Migani, V., and Rosace, G., "Hydrophobic behaviour of non-fluorinated sol-gel based cotton and polyester fabric coatings", *Journal of Industrial Textiles*, 44(6), 815-834, (2015).

Carosio, F., Alongi, J., and Malucelli, G., "Layer by layer ammonium polyphosphate-based coatings for flame retardancy of polyester-cotton blends", *Carbohydrate Polymers*, 88(4), 1460-1469, (2012).

Deh, S., Gähr, F., and Buchmeiser, M. R., “Synergistic effects in the pyrolysis of phosphorus-based flame-retardants: The role of Si- and N-based compounds”, *Polymer Degradation and Stability*, 130, 155-164, (2016).

Dike, A. S., Tayfun, U., and Dogan, M., “Influence of zinc borate on flame retardant and thermal properties of polyurethane elastomer composites containing huntite-hydromagnesite mineral”, *Fire and Materials*, 41(7), 890-897, (2017).

Fan, D. D., You, F., Zhang, Y., and Huang, Z., “Flame Retardant Effects of Fabrics Finished by Hybrid Nano-Micro Silica-based Sols”, *Procedia engineering*, 211, 160-168, (2018).

Grancaric, A. M., Colleoni, C., Guido, E., Botteri, L., and Rosace, G., “Thermal behaviour and flame retardancy of monoethanolamine-doped sol-gel coatings of cotton fabric”, *Progress in Organic Coatings*, 103, 174-181, (2017).

Gu, J. L., Zhang, Q. H., Chen, Y. B., Chen, G. Q., and Xing, T. L., “Thermal properties and water repellency of cotton fabric prepared through sol-gel method”, *Thermal Science*, 20(3), 863-866, (2016).

Hilado, J.F., *Flammability of Fabrics, Fire and Flammability Series*, England: Technomic Publishing Co. Ltd, (1974).

Hollingbery, L. A., and Hull, T. R., “The thermal decomposition of huntite and hydromagnesite—a review”, *Thermochimica Acta*, 509(1-2), 1-11, (2010).

Hollingbery, L. A., and Hull, T. R., “The thermal decomposition of natural mixtures of huntite and hydromagnesite”, *Thermochimica acta*, 528, 45-52, (2012<sup>a</sup>).

Hollingbery, L. A., & Hull, T. R., “The fire retardant effects of huntite in natural mixtures with hydromagnesite”, *Polymer degradation and stability*, 97(4), 504-512, (2012<sup>b</sup>).

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

Horrocks, A. R., Price, D., and Price, D., *Fire Retardant Materials*, Cambridge: Woodhead Publishing, (2001).

Horrocks, A. R., Wang, M. Y., Hall, M. E., Sunmonu, F., & Pearson, J. S., “Flame retardant textile back-coatings. Part 2. Effectiveness of phosphorus-containing flame retardants in textile back-coating formulations”, *Polymer International*, 49(10), 1079-1091, (2000).

Huang, K. S., Nien, Y. H., Hsiao, K. C., and Chang, Y. S., “Application of DMEU/SiO<sub>2</sub> gel solution in the antiwrinkle finishing of cotton fabrics”, *Journal of applied polymer science*, 102(5), 4136-4143, (2006).

Ismail, W. N. W., “Sol–gel technology for innovative fabric finishing—A Review”, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 78(3), 698-707, (2016).

Kangal, M. O., “Göller Bölgesi Huntit Cevherlerinin Zenginleştirilmesi ve Alev Geciktirici Hammadde Üretimine Yönelik Kullanılması”, Doktora Tezi, *İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2004).

Kangal, O., and Güney, A., “A new industrial mineral: Huntite and its recovery”, *Minerals engineering*, 19(4), 376-378, (2006).

Kappes, R. S., Urbainczyk, T., Artz, U., Textor, T., and Gutmann, J. S., “Flame retardants based on amino silanes and phenylphosphonic acid”, *Polymer Degradation and Stability*, 129, 168-179, (2016).

Kloskowski, A., Pilarczyk, M., Chrzanowski, W., and Namieśnik, J., “Sol-gel technique—a versatile tool for adsorbent preparation”, *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 40(3), 172-186, (2010).

Lecoeur, E., Vroman, I., Bourbigot, S., & Delobel, R., “Optimization of monoguanidine dihydrogen phosphate and amino propylethoxysilane based flame retardant formulations for cotton”, *Polymer degradation and stability*, 91(8), 1909-1914, (2006).

Liu, Y., Pan, Y. T., Wang, X., Acuña, P., Zhu, P., Wagenknecht, U., ... and Wang, D. Y., “Effect of phosphorus-containing inorganic–organic hybrid coating on the flammability of cotton fabrics: Synthesis, characterization and flammability”, *Chemical Engineering Journal*, 294, 167-175, (2016).

Liu, Y., Wang, Q. Q., Jiang, Z. M., Zhang, C. J., Li, Z. F., Chen, H. Q., and Zhu, P., “Effect of chitosan on the fire retardancy and thermal degradation properties of coated cotton fabrics with sodium phytate and APTES by LBL assembly”, *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 135, 289-298, (2018).

Liao, Y., Xu, Y., and Chan, Y. “Semiconductor nanocrystals in sol-gel derived matrices”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 15(33), 13694-13704, (2013).

Lin, D., Zeng, X., Li, H., Lai, X., and Wu, T., “One-pot fabrication of superhydrophobic and flame-retardant coatings on cotton fabrics via sol-gel reaction”, *Journal of colloid and interface science*, 533, 198-206, (2019).

Livage J., “Sol-gel processes”, *Current Opinion in Solid State & Materials Science*, 2, 132-138, (1997).

Livage J., Ganguli D., “Sol-gel electro chromic coatings and devices: A review” *Solar Energy Materials & Solar Cells*, 68, 365-381, (2001)

Mahltig, B., Audenaert, F., and Böttcher, H., “Hydrophobic silica sol coatings on textiles—the influence of solvent and sol concentration.”, *Journal of sol-gel science and technology*, 34(2), 103-109, (2005<sup>a</sup>).

Mahltig, B., Haufe, H., and Böttcher, H., “Functionalisation of textiles by inorganic sol-gel coatings” *Journal of Materials Chemistry*, 15(41), 4385-4398, (2005<sup>b</sup>).

Mahltig, B., *Nanosols and textiles*, Singapore: World Scientific Publishing, (2008).

Malucelli, G., “Surface-Engineered Fire Protective Coatings for Fabrics through Sol-Gel and Layer-by-Layer Methods: An Overview”, *Coatings*, 6(3), 33, (2016).

Nasirpour E., “Production of nanostructured flame retardant composite materials for touch screenoled tv”, *Dokuz Eylül University Graduate School of Natural and Applied Science*, İzmir, (2016).

Masuko, F., Mitani, C., and Sakamoto, M., “Pyrolysis and limiting oxygen indices of cotton fabrics graft copolymerized with oligomeric vinyl phosphonate and/or N-methylolacrylamide”, *Fire and materials*, 26(4-5), 225-234, (2002).

Mengal, N., Syed, U., Malik, S. A., Sahito, I. A., and Jeong, S. H., “Citric acid based durable and sustainable flame retardant treatment for lyocell fabric”, *Carbohydrate polymers*, 153, 78-88, (2016).

Nalwa, H.S., *Handbook of Organic-inorganic Hybrid Materials and Nanocomposites*, California: American Scientific Publisher, (2003).

Nazare, S., Kandola, B. K., and Horrocks, A. R., “Smoke, CO, and CO<sub>2</sub> measurements and evaluation using different fire testing techniques for flame retardant unsaturated polyester resin formulations”, *Journal of fire sciences*, 26(3), 215-242, (2008).

Nguyen, T. M. D., Chang, S., Condon, B., Uchimiya, M., Graves, E., Smith, J., ... and Wakelyn, P., “Synthesis and characterization of a novel phosphorus–nitrogen-containing flame retardant and its application for textile”, *Polymers for Advanced Technologies*, 23(7), 1036-1044, (2012).

Niederberger, M., and Pinna, N., *Metal oxide nanoparticles in organic solvents: synthesis, formation, assembly and application*, London: Springer Science & Business Media, (2009).

Ömeroğullari, Z., and Kut, D., “Tekstilde güç tutuşurluk”, *Journal of Faculty of Engineering of Uludag University*, 17, 27-41, (2012).

Onar Camlibel, N., Arik, B., Avinc, O., and Yavas, A., “Antibacterial, UV protection, flame retardancy and coloration properties of cotton fabrics coated with polyacrylate polymer containing various iron ores”, *The journal of the Textile Institute*, 109(11), 1424-1433, (2018).

Onar, N., Ebeoglugil, M. F., Kayatekin, I. and Celik, E., “Low-temperature, sol-gel synthesized, silver-doped titanium oxide coating to improve ultraviolet-blocking properties for cotton fabrics”, *Journal Applied Polymer Science*, 106, 514-525, (2007).

Onar, N., and Mete, G., “Development of water-, oil-repellent and flame-retardant cotton fabrics by organic-inorganic hybrid materials”, *The Journal of The Textile Institute*, 107(11), 1463-1477, (2016).

Pabelina, K.G., Lumban, C.O., and Ramos, H.J., “Plasma Impregnation of Wood with Fire Retardants”, *Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res. Section B.: Beam Int. With Materials and Atoms*, 272,365-369, (2012).

Pierre A., C., *Introduction to Sol-Gel Processing*, Boston: Kluwer Academic Publishers, (1998).

Poli, R., Colleoni, C., Calvimontes, A., Polášková, H., Dutschk, V., and Rosace, G., “Innovative sol–gel route in neutral hydroalcoholic condition to obtain antibacterial cotton finishing by zinc precursor”, *Journal of sol-gel science and technology*, 74(1), 151-160, (2015).

Price, D., Anthony, G., and Carty, P., *Introduction: polymer combustion, condensed phase pyrolysis and smoke formation*, Cambridge: Woodhead Publishing, 1-30, (2001).

Qian, X., Song, L., Bihe, Y., Yu, B., Shi, Y., Hu, Y., and Yuen, R. K. K., "Organic/inorganic flame retardants containing phosphorus, nitrogen and silicon: Preparation and their performance on the flame retardancy of epoxy resins as a novel intumescent flame retardant system", *Materials Chemistry and Physics*, 143, 1243–1252, (2014).

Ren, Y., Zhang, Y., Zhao, J., Wang, X., Zeng, Q., and Gu, Y., "Phosphorus-doped organic–inorganic hybrid silicon coating for improving fire retardancy of polyacrylonitrile fabric", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 1-9, (2016).

Salmeia, K., Gaan, S., and Malucelli, G., "Recent advances for flame retardancy of textiles based on phosphorus chemistry", *Polymers*, 8(9), 319, (2016).

Satoh, K., Nakazumi, H., and Morita, M., "Novel fluorinated inorganic-organic finishing materials for nylon carpeting", *Textile research journal*, 74(12), 1079-1084, (2004).

Savas, L. A., Arslan, C., Hacıoglu, F., and Dogan, M., "Effect of reactive and nonreactive surface modifications and compatibilizer use on mechanical and flame-retardant properties of linear low-density polyethylene filled with huntite and hydromagnesite mineral", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 134(3), 1657-1666, (2018).

Schindler, W. D., and Hauser P.J., *Chemical Finishing of Textiles*, Cambridge: Woodhead Publishing, (2004).

Šehić, A., Tomšič, B., Jerman, I., Vasiljević, J., Medved, J., & Simončič, B., "Synergistic inhibitory action of P- and Si-containing precursors in sol–gel coatings on the thermal degradation of polyamide 6", *Polymer Degradation and Stability*, 128, 245-252, (2016).

Sen, F., Madakbas, S., and Kahraman, M.V., "Preparation and characterization of polyaniline/Turkish huntite–hydromagnesite composites", *Polymer Composites* 35(3), 456–460, (2014).

Song, L., Hu, Y., Tang, Y., Zhang, R., Chen, Z., and Fan, W., "Study on the properties of flame retardant polyurethane/organoclay nanocomposite", *Polymer Degradation and Stability*, 87(1), 111-116, (2005).

Toygun, Ş., Köneçoğlu, G, Kalpaklı, Y., “General principles of sol-gel”, *Mühendislik ve Fen Bilimleri Dergisi*, 31, 456-479, (2013).

Vroman, I., Lecoœur, E., Bourbigot, S., and Delobel, R., “Guanidine hydrogen phosphate-based flame-retardant formulations for cotton”, *Journal of industrial textiles*, 34(1), 27-38, (2004).

Wang, Y. W., Shen, R., Wang, Q., and Vasquez, Y., “ZnO Microstructures as Flame-Retardant Coatings on Cotton Fabrics”, *ACS Omega*, 3(6), 6330-6338, (2018).

Web1, “Flame Retardant Polyolefins [online]”, (24 Mayıs 2017), [http://atozplastics.com/upload/literature/Flame\\_Retardant\\_Polyolefins.asp](http://atozplastics.com/upload/literature/Flame_Retardant_Polyolefins.asp), (2017).

Web2, “Vertical Flammability Tester 1 [online]”, (16 Temmuz 2018), <https://pcerf.ualberta.ca/2018/07/16/64/>, (2018).

Web3, “Cone-Calorimeter [online]”, (19 Aralık 2018), <http://fr.polymerinsights.com/testing/flammability/cone-calorimeter>, (2018)

Web4, “İnce Film Teknikleri [online]”, (25 Şubat 2018), <https://yusufbilgen.wordpress.com/2015/01/16/ince-film-teknikleri/>, (2015)

Web5, “Particle aggregation [online]”, (28 Şubat 2018), [https://en.wikipedia.org/wiki/Particle\\_aggregation](https://en.wikipedia.org/wiki/Particle_aggregation), (2012)

Web6, “Sol-gel process [online]”, (1 Kasım 3 2018), [https://en.wikipedia.org/wiki/Sol-gel\\_process](https://en.wikipedia.org/wiki/Sol-gel_process), (2013)

Yildirim, S., and Celik, E., “Production and characterization of the halogen-free and nanostructured flame retardant reinforced composite coatings”, *Journal of the Australian Ceramic Society*, 1-13, (2019).

Yılmaz Atay, H., and Çelik, E., “Electrical behaviors of flame retardant huntite and hydromagnesite reinforced polymer composites”, *ISRN Polymer Science*, (2012).

Yücel, M. B., and Gül, Ö., “Dünyada ve Türkiye’de Huntit”, *Fizibilite Etütleri Daire Başkanlığı*, 1-35, (2017).

Zhang, Q. H., Gu, J., Chen, G. Q., and Xing, T. L., “Durable flame retardant finish for silk fabric using boron hybrid silica sol”, *Applied Surface Science*, 387, 446-453, (2016).

Zhang, K., Zong, L., Tan, Y., Ji, Q., Yun, W., Shi, R., and Xia, Y., “Improve the flame retardancy of cellulose fibers by grafting zinc ion” *Carbohydrate polymers*, 136, 121-127, (2016).

Zhang, T., Luo, D., Wojtal, P., and Zhitomirsky, I., “Electrophoretic deposition of flame retardant polymer–huntite coatings”, *Materials Letters*, 159, 106-109, (2015).

