



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)

<http://www.tekstilvemuhendis.org.tr>



Çok Tabakalı Kaplama Yönteminin Emdirme Metoduna Göre Uygulanabilirliğinin Araştırılması

Investigation of Layer-By-Layer Deposition Process by Padding Method

Şule S. UĞUR¹, Merih SARIŞIK²

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta; Türkiye

²Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, İzmir; Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online): 01 Ekim 2016 (01 October 2016)

Bu makaleye atıf yapmak için (To cite this article):

Şule S. UĞUR, Merih SARIŞIK (2016): Çok Tabakalı Kaplama Yönteminin Emdirme Metoduna Göre Uygulanabilirliğinin Araştırılması, Tekstil ve Mühendis, 23: 103, 213-219.

For online version of the article: <http://dx.doi.org/10.7216/1300759920162310307>



Araştırma Makalesi / Research Article

**ÇOK TABAKALI KAPLAMA YÖNTEMİNİN EMDİRME METODUNA GÖRE
UYGULANABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI**

Şule S. UĞUR^{1*}
Merih SARIŞIK²

¹Süleyman Demirel Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Isparta; Türkiye

²Dokuz Eylül Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, İzmir; Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 17.05.2016

Kabul Tarihi / Accepted: 04.08.2016

ÖZET: Bu çalışmada, çok tabakalı kaplama yönteminin emdirme metoduna göre tekstil materyallerinde kullanılabilirliği araştırılmıştır. Bu amaçla, pamuklu kumaşlar polielektrolitler ile daldırma ve emdirme metotlarına göre çok tabakalı filmler ile kaplanmıştır. Çok tabakalı kaplama işleminden geçirilen pamuklu kumaşların FTIR-ATR ve XPS analizleri, beyazlık dereceleri ve hava geçirgenliği testleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca farklı tabaka sayılarında polielektrolit tabakalar içeren kumaşlar metilen mavisi ile boyanmış, pamuklu kumaşların renk verimi değerleri belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Çok tabakalı kaplama, nanofabrikasyon, daldırma, emdirme

INVESTIGATION OF LAYER-BY-LAYER DEPOSITION PROCESS BY PADDING METHOD

ABSTRACT: In this study, availability of Layer-by-Layer deposition process by padding method for the textile materials was investigated. For this purpose, the cotton fabric was coated with polyelectrolyte multilayer films according to by immersion and impregnation methods. FTIR-ATR and XPS analysis, degrees of whiteness and air permeability tests were performed for cotton fabrics passed through Layer-by-Layer deposition. Also, fabrics including different number of polyelectrolyte layers were dyed with methylene blue and color yield values of cotton fabrics were determined.

Keywords: Layer-by-layer, nanofabrication, dip-coating, padding

* Sorumlu Yazar/Corresponding Author: suleugur@sdu.edu.tr

DOI: 10.7216/1300759920162310307, www.tekstilvemuhendis.org.tr

1. GİRİŞ

Nanoteknoloji prensipleri ile elde edilen tekstil yüzeyleri birer nano-malzemedir. Tekstil materyallerine nano partiküllerin uygulanmasıyla tekstil ürünleri çok fonksiyonlu hale gelmektedir. Daha büyük boyutlu partiküller ile yapılan bitim işlemlerinde tekstil materyallerinin görünümü, tutumu ve rengi değişirken, nanoteknoloji ile kumaş özellikleri korunabilmekte ve daha fazla kaplama alanı sayesinde daha etkin kullanılabilirlerdir.

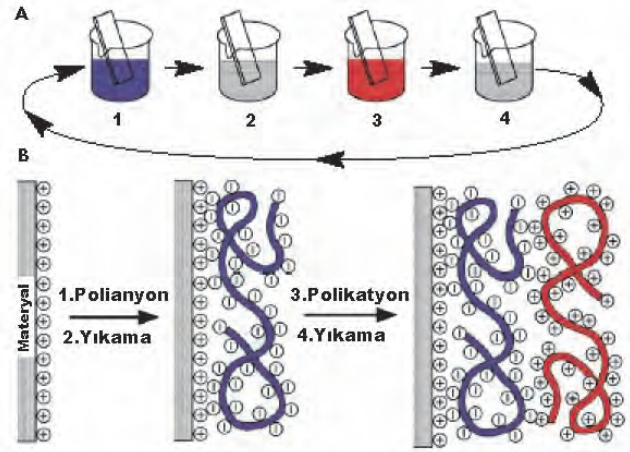
Tekstil terbiye işlemlerinde nanoteknolojinin etkisi ile yeni aplikasyon yöntemleri geliştirmek konusunda yapılan araştırmalarda kullanılan yöntemlerden biri de Çok Tabakalı Kaplama (Layer-by-Layer: LbL) yöntemidir. LbL yöntemi bugüne kadar elektronik ürünlerde, makine parçalarında ve medikal gereçlerde kullanılan materyallerin yüzey özelliklerini modifiye etmek için cam, silikon plakalar, altın, kuartz ve mika gibi materyallerin üzerinde polimerik çok tabakalı filmler oluşturmak için kullanılmıştır. Tekstil materyallerindeki kullanımları ise son yıllarda artış göstermiştir [1].

LbL yöntemi ile zıt yüklü makromoleküllerin ardışık adsorpsiyonları ile filmler ve yeni kompozitlerin kendiliğinden düzenlenmesi sağlanmaktadır. Moleküler tabakanın tam ve düzenli olarak kontrolü sağlanırken, elde edilen kalınlık 1~2 nm olmaktadır. Bütün yüklü makromoleküller, yüklü materyallerin üzerinde düzenlenebildiği için, farklı filmlerin üretimi ve farklı materyallerin elde edilebilirliği sağlanmıştır. Bu avantajlar, çoğu mühendislik uygulamaları için önemli olan kompozitlerin makroskopik, elektriksel, optik, manyetik, termal ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Farklı moleküllerin önceden belirlenen bir düzene göre ardışık depolanma adımları ile 500 nm kalınlığında çok tabakalı yapıların üretilmesi mümkündür [1-2].

Zıt yüklü moleküller arasındaki elektrostatik etkileşim bütün kimyasal bağlar arasında en düşük sterik isteğe sahip olan bağ olmasından dolayı, nano tabakalı filmlerin oluşturulması için mükemmel bir temel sağlamaktadır. İnorganik koloidal partiküllerin elektrostatik çekimle yönlendirildiği Iler'in 1966 yılındaki araştırması, çok tabakalı kaplama yöntemi için yapılan ilk çalışmadır. Iler, zıt yüklü silika ve alüminyum partiküllerinden oluşan iki koloidal çözelti içerisinde materyalin art arda daldırılması ile çok tabakalı yapıların kendiliğinden toplandığını göstermiştir. 1990'ların başlarında, Decher ve arkadaşları nanotabakaların elektrostatik kendiliğinden düzenlenme yöntemi üzerine tekrar çalışmaya başlamıştır. Sulu çözelti içerisinde her iki ucunda iyonik gruplar olan çubuk-benzeri moleküller, polielektrolitler ve yüklü gruba sahip farklı materyaller ile çalışılmıştır [3-5].

Şekil 1 moleküler seviyede nano tabakalı filmlerin oluşturulmasını temsil etmektedir. Elektrostatik çok tabakalı kaplama işlemi, zıt olarak yüklenmiş bir polielektrolit çözeltisinin yüklü bir yüzeyle muamele edilmesiyle başlamaktadır (1). Bağlanan fazla polimer çözeltisi materyalin nötr bir çözelti içerisinde yıkama işlemi ile uzaklaştırılır (2, 4). Uygun koşullar altında,

materyalin yükünün stokiometrik sayısından daha fazla adsorplanan poliyon, yüzeyin yükünün işaretini tersine çevirir. Bu nedenle, materyal zıt yüklü bir poliyon içeren ikinci bir çözeltiyle muamele edildiği zaman, ilave bir poliyon tabaka bir kere daha yüzeyin yükünün işaretini aynı şekilde tersine çevirerek adsorplanır (3). Polianyon ve polikasyonların sırayla adsorpsiyonlarıyla yapılan işlemler sonucunda üzerinde polimer filmlerden oluşan nano tabakalar içeren materyaller elde edilerek işlem sonuçlanır [3].



Şekil 1. LbL yöntemi ile moleküler seviyede nano tabakalı filmlerin oluşturulması [3]

Daha sonraki yapılan çalışmalarda da, DNA gibi biyomakromoleküllerin ve yüklü koloidal partiküllerin birleşimini içeren benzer çok tabakalı yapıların oluşturulabilmesinin mümkün olduğu gösterilmiştir. Son yıllarda bu metot, yüklü polimerleri, proteinleri, nanopartikülleri, boyarmaddeleri ve kil nano levhaları içeren kendiliğinden toplanan yapıların geliştirdiği farklı araştırma grupları tarafından da çalışılmıştır [2, 5].

Araştırma grubumuz, daha önceki çalışmalarında LbL yöntemi ile TiO₂, ZnO ve Al₂O₃ yarı iletken bileşenlerin nanopartikülleri ile pamuklu kumaşlara fonksiyonel özellikler (UV koruma, kendi-kendini temizleme, antibakteriyellik, güç tutuşurluk) kazandırmıştır. LbL yöntemini daldırma-çıkartma metoduna göre uygulayarak daha önce gerçekleştirdiğimiz çalışmalarda genel olarak yöntemin tekstil materyallerinin fiziksel özelliklerini olumsuz yönde etkilemediği, fonksiyonel özelliklerin kaplama işlemi sonucunda iyi derecelerde elde edilebildiği belirlenmiştir [6-9].

LbL yöntemi ilk olarak daldırma-çıkartma (dip-coating) prensibine göre gerçekleştirilmiştir. Daldırma-çıkartma işleminin en büyük dezavantajı tabakaların adsorpsiyon zamanlarının uzun sürmesidir. Son yıllarda yapılan araştırmalarda ise spreyleme, plaka üzerinde döndürme ve kovalent olarak bağlanma gibi farklı prensiplerle geliştirilmeye çalışılmıştır. Spreyleme sistemi özel ekipmanlar gerektirmekte, plaka üzerinde döndürme yönteminde ise materyal boyutları çok küçük boyutlarla sınırlanmaktadır [2,10,11]. Kovalent bağlanma yönteminde ise uygulanabilecek kimyasal madde grupları sınırlı sayıdadır [2]. Bu nedenle LbL yönteminin tekstil materyallerine ticari olarak da uygulanabil-

mesi için yeni bir çalışma prensibi gerekmektedir. Yaptığımız çalışmada ise ilk defa fulard makinesinde çok tabakalı kaplama yönteminin emdirme prensibine göre pamuklu kumaşlara uygulanması sağlanmıştır.

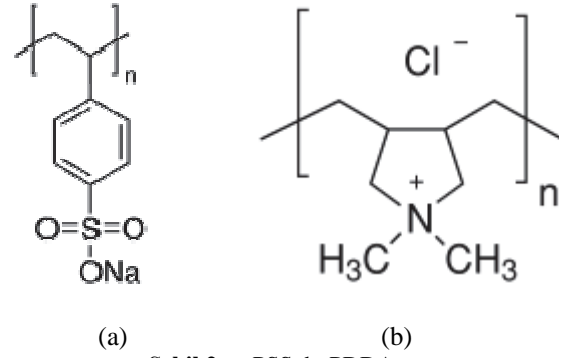
Katyonizasyon işleminden geçirilen pamuklu kumaşların polielektrolitler kullanılarak hem daldırma hem de emdirme yöntemlerine göre çok tabakalı kaplanması ve liflerin yüzeyinde polielektrolit çok tabakalı filmlerin (PEM) elde edilmesi amaçlanmıştır. Emdirme prensibine göre çok tabakalı kaplama yönteminin uygulanabilirliğinin araştırıldığı bu çalışmada, pamuklu kumaşların FTIR-ATR ve XPS analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca kumaşların beyazlık dereceleri ve hava geçirgenlik değerleri belirlenmiştir. Çok tabakalı film kaplama işleminde tabakaların kaplandığının ispat edilmesi amacı ile her iki yöntemden sonra elde edilen pamuklu kumaşlar belirli tabakaların ardından metilen mavisi ile boyanmış ve renk verimi değerleri hesaplanarak karşılaştırma yapılmıştır.

2. MATERYAL VE METOD

2.1. Materyal

Çalışmada mercerizasyon ve ağartma işlemleri yapılmış % 100 pamuklu kumaş kullanılmıştır. Pamuklu kumaş bezayağı dokuma, 145 g/m² gramaja sahip, 54 çözgü/tel ve 37 atkı/tel sıklığına sahiptir.

Poli (sodyum 4-stiren sülfonat) (PSS, Mw=70.000) ve poli (dialildimetilamonyum klorür) (PDDA, Mw=100,000-200,000) sırasıyla anyonik ve katyonik polielektrolit çözeltileri için kullanılmıştır (Şekil 2). Katyonizasyon işlemi için 3-kloro-2-hidroksipropil trimetilamonyum klorür (CHP3MAC, % 65) ve sodyum hidroksit (NaOH, % 50) kullanılmıştır. Kullanılan tüm kimyasal maddeler Aldrich firmasından temin edilmiştir.

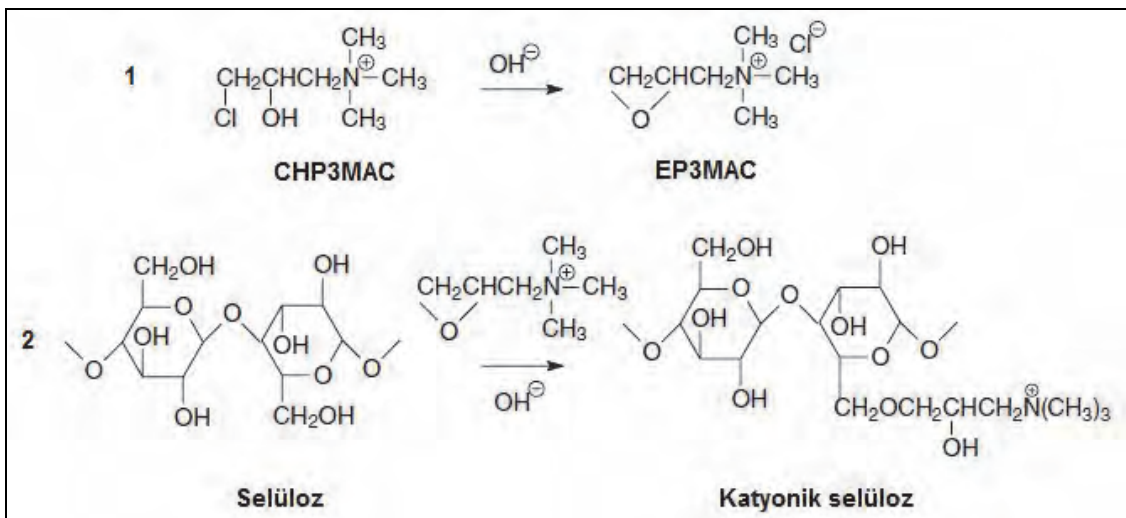


Şekil 2. a: PSS, b: PDDA.

2.2. Materyal Hazırlama

Pamuklu kumaş, üzerindeki ön terbiye işlemlerinden kaynaklanabilecek iyonik gruplarının uzaklaştırılması amacıyla non-iyonik yıkama maddesi (Gemsol EGL) ile yıkama işleminden geçirilmiş ve pamuklu kumaş, katyonizasyon işleminden önce yaklaşık olarak 20 cm x 20 cm boyutlarında kesilmiştir.

Pamuklu kumaşa katyonik yükler kazandırmak amacıyla 2,3-epoksipropiltrimetilamonyum klorür (EP3MAC) kullanılarak katyonizasyon işlemi yapılmış olup ve katyonizasyon reaksiyonu Şekil 3'te verilmiştir [12]. EP3MAC, CHP3MAC ile NaOH reaksiyonu ile elde edilmiştir. 100 g CHP3MAC ve 45.5 g NaOH 200 ml deiyonize su içerisinde karıştırılmıştır. Bu çözelti pamuklu kumaşa laboratuvar tipi fulard makinesinde emdirilmiş (% 100 AF) ve kumaş numuneleri 24 saat standart atmosfer şartları altında (20 °C ve % 65 nem) kilitli numune torbalarında bekletilmiştir. Kumaşlar sonra önce soğuk su ile durulama işleminden geçirilmiş ve ardından laboratuvar tipi kurutma makinesinde 80 °C'de kurutulmuştur.



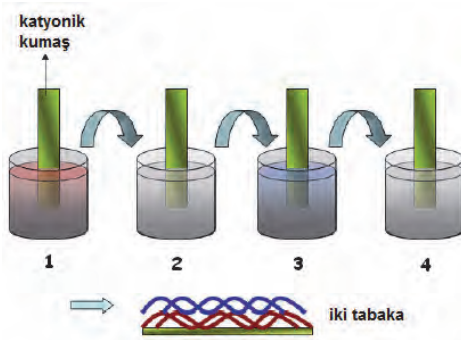
Şekil 3. Katyonizasyon reaksiyonu: (1) 3-kloro-2-hidroksipropiltrimetil amonyum klorür (CHP3MAC) ile alkali reaksiyonu; (2) EP3MAC ile selülozun hidroksil grupları arasındaki reaksiyon [13]

2.3. Çok Tabakalı Kaplama İşlemi

Polielektrolit çözeltileri 5 ml/l konsantrasyonda hazırlanmış ve PDDA için pH 4.5, PSS için pH 3.5 olarak ayarlanmıştır.

2.3.1. Daldırma (Dip-Coating) prensibine göre çok tabakalı kaplama işlemi

Klasik daldırma-çıkartma metoduna göre yapılan kaplama işlemlerinde polipropilen taşıma tepsileri (23 x 30 cm) kullanılmıştır. PSS/PDDA çok tabaklı film kaplama işlemi için, pozitif olarak yüklenmiş pamuklu kumaşlar sırasıyla takip eden çözeltilerde 5 dakika bekletilmiştir: (1) anyonik PSS çözeltisi, (2) deiyonize su, (3) katyonik PDDA çözeltisi ve (4) deiyonize su (Şekil 4).

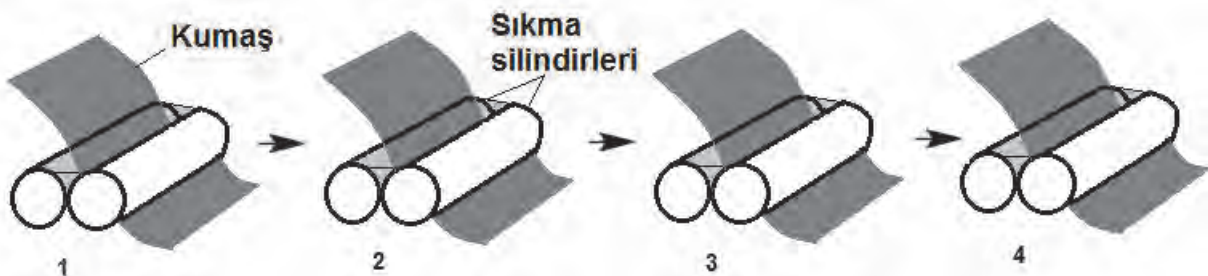


Şekil 4. Daldırma prensibine göre çok tabakalı kaplama işleminin şematik açıklaması

2.3.2. Emdirme prensibine göre çok tabakalı kaplama işlemi

Emdirme prensibine göre çok tabakalı kaplama yöntemi, laboratuvar tipi fulard makinesi kullanılarak, % 100 AF oranında pamuklu kumaşlara uygulanmıştır. Kullanılan yatay fulard makinesinde katyonik pamuklu kumaş sırasıyla takip eden çözeltilerle aplike edilmiştir: (1) anyonik PSS çözeltisi, (2) deiyonize su, (3) katyonik PDDA çözeltisi ve (4) deiyonize su (Şekil 5).

Her iki prensibe göre de depolama döngüsü, pamuklu kumaş üzerinde 5, 6, 9, 10, 13 ve 14 çok tabakalı PSS/PDDA film elde edilinceye kadar devam edilmiştir. Çok tabakalı film kaplanan pamuklu kumaşlar 80 °C'de laboratuvar tipi kurutma makinesinde kurutulmuştur.



Şekil 5. Emdirme prensibine göre çok tabakalı kaplama işleminin şematik açıklaması

2.4. Değerlendirme Yöntemleri

2.4.1. Fourier Infrared Transform Spektroskopisi (FTIR-ATR)

FTIR-ATR yöntemi ile pamuklu kumaş yüzeyindeki ince filmlerin FT-IR spektrumlarının 2 cm^{-1} çözünürlükte $400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralığında alınması Bruker IFS 66/S FTIR marka Fourier Infrared Transform Spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir.

2.4.2. X-ışın Fotoelektron Spektroskopisi (XPS)

Çok tabakalı kaplama yöntemi ile polielektrolit içeren film kaplanan pamuklu kumaşların Mg Kalpa kaynağı (300 Watt, 0,90 eV) kullanılarak genel tarama ve kısmi tarama analizlerinin yapılması için kullanılmıştır. Ayrıca çok tabakalı film kaplanan kumaşların % element analizleri de elde edilmiştir.

2.4.3. Hava Geçirgenliği Ölçümü

Çok tabakalı kaplama işlemi yapılan pamuklu kumaşların fiziksel özelliklerindeki değişimin belirlenebilmesi amacıyla kaplama işlemi yapılmış ve yapılmamış kumaşların TexTest Instruments FX 3300 Air Permeability Tester III ile hava geçirgenliği değerleri ölçülmüştür.

2.4.4. Boyama İşlemi ve Renk Değerlerinin Ölçümü

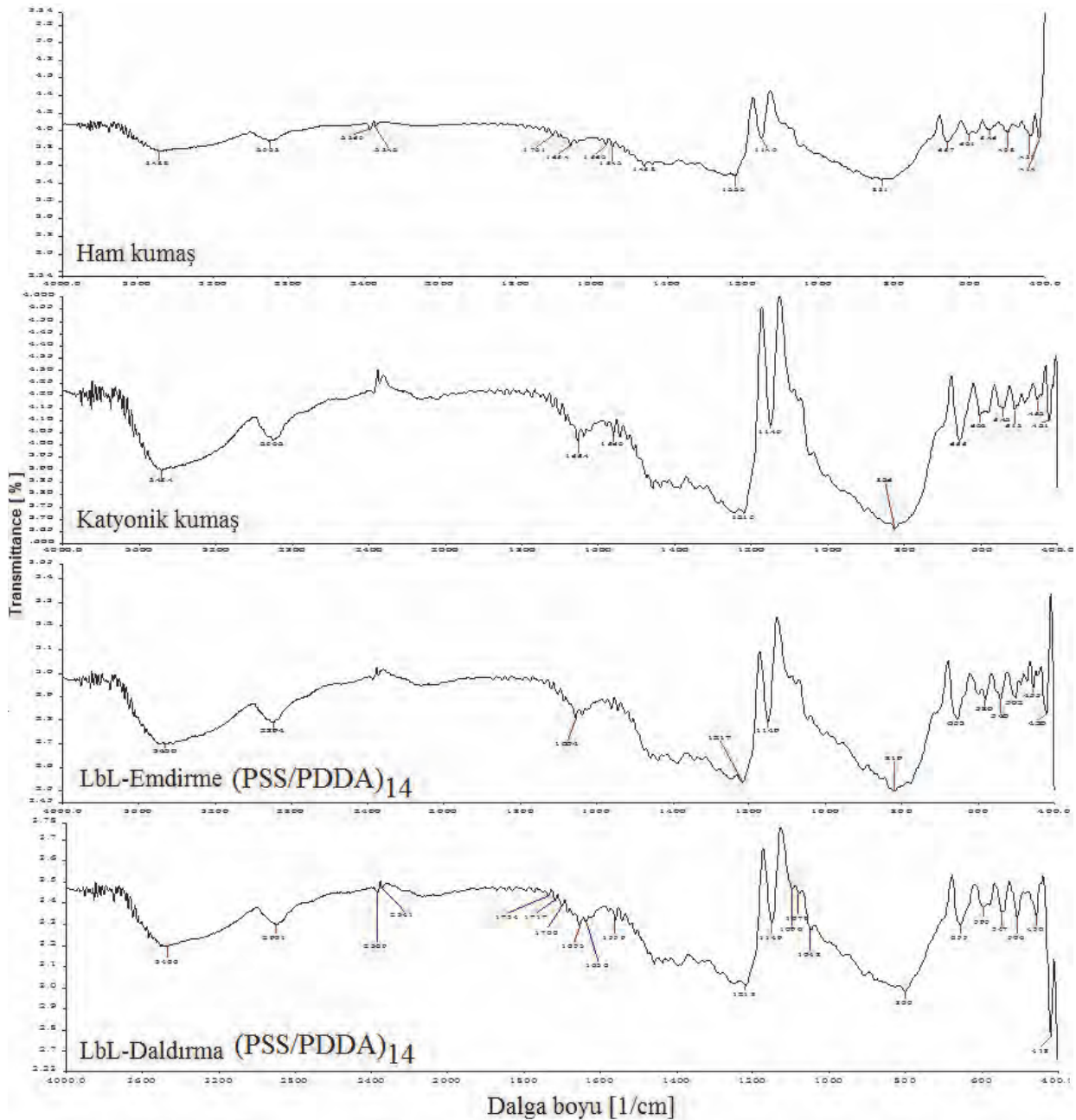
Çok tabakalı film kaplama işleminde tabakaların kaplandığının ispat edilmesi amacı ile her iki yöntemle 5, 6, 9, 10, 13 ve 14 tabaka kaplanan kumaşlar metilen mavisi boyarmaddesi ile boyama işleminden geçirilmiştir. Farklı sayılarda tabakalarla kaplanan pamuklu kumaş örnekleri 10^{-3} M metilen mavisi çözeltisi ile 10 dakika emdirilmiştir. Boyarmadde çözeltisi ile emdirme işleminden sonra nanotabakalar içeren pamuklu kumaşlar 5 dakika su ile yıkanmış ve daha sonra kurutulmuştur. Minolta 3600d marka Spektrofotometre ile metilen mavisi ile boyanan farklı tabaka sayısındaki film kaplanan kumaşların arasındaki renk verimi (K/S) değerleri ölçülmüştür.

Ayrıca işlem görmemiş ve çok tabakalı film kaplanan kumaşların D 65 ışık kaynağı kullanılarak Stensby formülüne göre beyazlık indisleri belirlenmiştir.

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

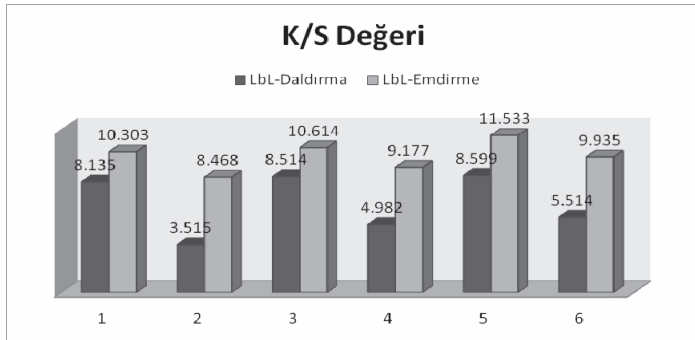
İşlem görmemiş ham kumaş, katyonizasyon işleminden geçirilmiş, daldırma ve emdirme yöntemlerine göre çok tabakalı kaplanmış pamuklu kumaşların Fourier Transform İnfrared Spektroskopisi (FTIR-ATR) analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen grafikler Şekil 6'da verilmiştir. İşlem görmemiş pamuklu kumaş belirgin FTIR absorpsiyon spektrumları göstermektedir. Katyonizasyon işlemi ve çok tabakalı kaplama yöntemi uygulanan pamuklu kumaşların, işlem görmemiş pamuklu kumaşın absorpsiyon spektrumlarını koruduğu gözlenmektedir. Pamuk lifleri için 3100-3700 1/cm civarında yaklaşık 3360 1/cm'de merkezlenen geniş bant, selülozda bulunan OH fonksiyonel gruplarının bir karakteristiğidir. Katyonizasyon işlemi sırasında kullanılan

EP3MAC çözeltisinin selülozun hidroksil grupları (OH) ile reaksiyona girmesinden dolayı, bu bandın % geçirgenlik değerinde bir miktar artış gözlenmektedir. 1479 1/cm'de C-N titreşim bandı EP3MAC ile selülozun reaksiyonu sonucunda selüloz liflerine bağlanan Azot (N) elementini göstermektedir. 2800-3000 1/cm aralığındaki spektral özellikler genellikle polikasyonları, 990-1300 1/cm aralığındaki spektral özellikler de polianyonları ifade etmektedir [14]. Her iki yöntemle gerçekleştirilen PEM çok tabakalı kaplama işlemleri ardından, her iki kompozit yapıda da polikasyon ve polianyonlar için beklenen spektral özellikler geçirgenlik değerlerindeki değişimler ile net olarak görünmektedir.



Şekil 6. İşlem görmemiş, katyonik ve çok tabakalı PEM kaplanan pamuklu kumaşların FTIR-ATR grafikleri

Şekil 7’de farklı tabaka sayılarında daldırma ve emdirme yöntemi ile elde edilen PEM depolanan pamuklu kumaşların metilen mavisi ile boyama işlemleri sonucunda elde edilen K/S değerleri verilmektedir. Bir asidik yapıdaki tabakanın başarılı bir şekilde depolanması ile K/S değerinin açıkça arttığı görülmektedir. Bu durum bazik özelliğe sahip olan metilen mavisi boyarmaddesinin asidik tabaka ile elektrostatik çekim kuvvetleri ile çok daha fazla miktarda kimyasal bağlanmasından kaynaklanmaktadır [15]. Lif yüzeyinde bulunan en son tabakanın bazik karakterde olması durumunda da aynı yüklü grupların birbirini itmesi nedeniyle K/S değerinin düştüğü görülmektedir.

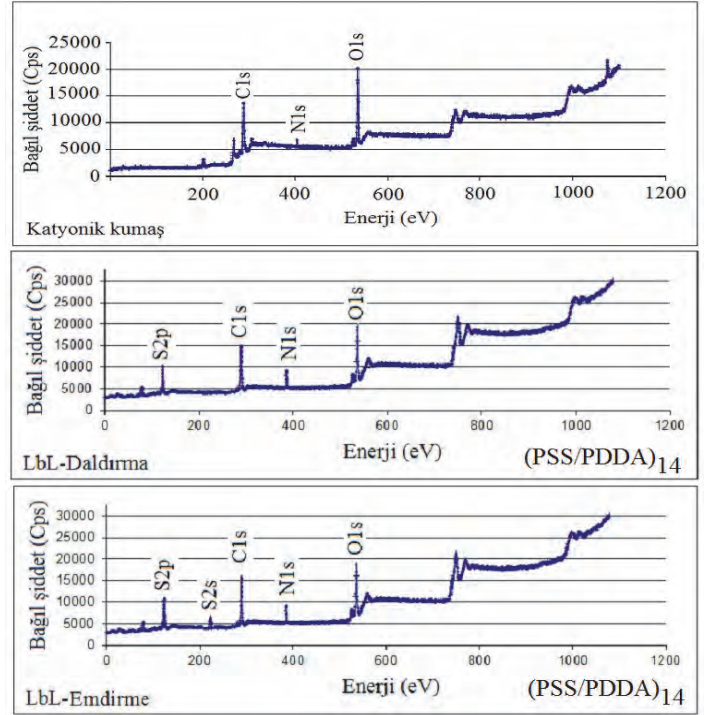


Şekil 7. Daldırma ve emdirme yöntemleri ile 5(1), 6(2), 9(3), 10(4), 13(5) ve 14(6) tabaka PEM kaplanan kumaşların metilen mavisi boyarmaddesi ile boyama işlemi sonrası K/S değerleri

Şekil 8 incelendiğinde, 283.95 ve 530.11 eV enerji değerlerinde görülen karakteristik pikler selülozda bulunan sırasıyla karbon (C) ve oksijen (O) atomları içeriğini kanıtlamaktadır. Katyonizasyon işlemi sırasında selüloz liflerinde oluşan az miktardaki azot (N) içeriğinin 398.91 eV enerji değerinde küçük bir pikle görülmesi beklenmektedir. Şekil 8’e genel olarak bakıldığında filmlerin içeriğinde iki tane pozitif yüklü grup (kuaterner amonyum iyonları (herbiri bir N atomu içeriyor) ve tuz iyonu (Na) ve bir tane de negatif yüklü grup (Sülfonat (her biri bir S atomu içeriyor)) içerdikleri görülmektedir. PDDA ve PSS tabakaların varlığı, 398,91 eV (N) ve 164,91 eV (S) piklerinin görüntülenmesi ile net olarak kanıtlanmaktadır.

Daldırma ve emdirme yöntemleri ile 10 ve 14 tabaka PEM kaplanan pamuklu kumaşların X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) analizi gerçekleştirilerek element içeriklerindeki farklılıklar tespit edilmiş ve sonuçlar Tablo 1’de verilmiştir. XPS tekniğini kullanarak pamuklu kumaşların yüzeyindeki PDDA ve PSS polielektrolit tabakalarının başarılı bir şekilde depolandığı N, Na ve S içeriği oranlarındaki değişimler ile kanıtlanmıştır. C içeriğindeki artış, LbL prosesinde tabakaların sayısının artmasının bir fonksiyonudur. O, pamuğun yüzeyindeki hidroksil gruplarından

kaynaklanmakta ve depolanan tabakalar ile O içeriğinin düşmesi beklenmektedir [16-17]. Her iki LbL yönteminde de beklendiği gibi tabaka sayısındaki değişimlerle beraber C içeriğinde artma, O içeriğinde azalma meydana geldiği görülmektedir.



Şekil 8. Katyonik ve çok tabakalı PEM kaplanan kumaşların 0-1200 eV ile 395-420 eV aralığındaki XPS spektrumları

Daldırma ve emdirme yöntemlerine göre çok tabakalı PEM kaplanan kumaşların ve ham kumaşın hava geçirgenliği ve Stensby formülüne göre beyazlık dereceleri belirlenmiş ve Tablo 2’de verilmiştir. Çok tabakalı PEM kaplanan kumaşların hava geçirgenliği değerlerinin lif yüzeylerinde elde edilen film tabakaları ile azaldığını görülmektedir. Hava geçirgenliği test sonuçlarıyla da pamuk liflerinin yüzeyinde her iki yöntemle de depolanan tabakaların varlığı kanıtlanmaktadır. İşlem görmemiş ve çok tabakalı kaplama işlemi ile elde edilen pamuklu kumaşların beyazlık dereceleri belirlenmiş, ancak beyazlık derecesindeki azalma miktarlarının, kumaş yüzeyinde önemli bir sararmaya neden olacak düzeyde oluşmadığı belirlenmiştir.

Klasik daldırma yönteminin dezavantajlarını ortadan kaldırmak ve tekstil sektöründe LbL yönteminin kullanılabilirliğini sağlamak amacıyla geliştirilen emdirme yöntemine göre LbL yöntemi sonuçları karşılaştırmalı olarak Tablo 3’de verilmiştir.

Tablo 1. Daldırma ve emdirme yöntemleri ile PEM kaplanan kumaşların XPS (%) element analizi sonuçları

LbL Yöntemi	Tabaka sayıları	Atomik Konsantrasyon (%)				
		C	O	N	S	Na
Daldırma	(PSS/PDDA) ₁₀	68,32	24,21	2,01	4,36	1,10
	(PSS/PDDA) ₁₄	72,65	18,00	2,62	5,14	1,59
Emdirme	(PSS/PDDA) ₁₀	70,68	19,97	2,14	5,08	2,13
	(PSS/PDDA) ₁₄	64,73	22,8	3,74	6,16	2,57

Tablo 2. Ham, daldırma ve emdirme yöntemleri ile çok tabakalı kaplanan pamuklu kumaşların hava geçirgenliği ve beyazlık derecesi test sonuçları.

	Hava Geçirgenliği (l/m ² /s)	Beyazlık Derecesi (Stensby, D65)
İşlem görmemiş kumaş	54.18	87.946
Daldırma (PSS/PDDA) ₁₄	49,31	83.474
Emdirme (PSS/PDDA) ₁₄	49,98	83.925

Tablo 3. Daldırma ve emdirme yöntemleri ile çok tabakalı kaplama işlemlerinin özelliklerinin karşılaştırılması

Özellik	LbL-Daldırma	LbL-Emdirme
Süre	Adsorpsiyon süresi PEM ler için 3-5 dakika	Geçiş hızına göre 5 saniye
Materyal boyutu	Kullanılacak teknenin boyutu ile sınırlı	Eni sıkma silindiri boyutu, boyu ise teorikte sonsuz
Kaplama etkinliği	Aynı tabaka sayısında daha az miktarda element içeriği	Aynı tabaka sayısında daha fazla miktarda element içeriği
Materyal cinsi	Teorikte her türlü materyal (sert, esnek, pürüzlü, pürüzsüz) kullanılabilir	Uygulamada sadece esnek yapıda materyaller (tekstil, kağıt, selofan film, deri vb. gibi) kullanılabilir.

4. SONUÇLAR

Tekstil materyallerinin üzerine nano film tabakalarının LbL yöntemi kullanılarak kaplanması ile tekstil materyallerinin yüzeyleri moleküler seviyede kontrol edilerek, tekstil materyallerinin yüzey modifikasyonu ile fonksiyonel özellikleri geliştirilebilmektedir. Klasik daldırma prensibine göre uygulanan LbL yöntemi ile daha önce başarılı olarak sonuçlanan çalışmalar göz önüne alındığında, yöntemin tekstil materyallerinde ticari olarak kullanılabilirliği araştırılmıştır. Yaygın olarak kullanılan tekstil terbiye işlemlerinden emdirme prensibinin LbL yöntemi uygulamasının araştırıldığı çalışmada, hem daldırma hem de emdirme metodlarına göre pamuklu kumaşlara PEM tabakaları kaplanmıştır. XPS ve FTIR-ATR sonuçları ile kaplanan tabakaların varlığı kanıtlanırken, yöntemler arasındaki kaplanan polielektrolit miktarlarının tayini elementel analiz ve metilen mavisi boyaması sonucundaki renk verimi değerleri ile karşılaştırılmıştır. Kumaşların beyazlık derecesi ve hava geçirgenliği değerleri ile de kaplama işleminin kumaşın bazı fiziksel özelliklerine etkileri incelenmiştir. Sonuçta, emdirme metodunun LbL yönteminin tekstil materyallerinin bitim işlemleri için kullanılabilir alternatif yöntem olduğu ve ayrıca klasik daldırma yöntemine göre de süre, materyal boyutu ve kaplama etkinliği faktörleri açısından daha iyi sonuçlar verdiği bulunmuştur.

KAYNAKLAR

- Decher G. ve Schlenoff J., (2006), *Multilayer Thin Films : Sequential Assembly of Nanocomposite Materials*, Wiley-VCH, ISBN: 978 352 760 54 15.
- Hua, F., Lvov Y. M., (2007), *The New Frontiers of Organic and Composite Nanotechnology*, ISBN – 13: 978-0-08-045052-0, 504.
- Decher G., (1997), *Fuzzy Nanoassemblies: Toward Layered Polymeric Multicomposites*, Science, 277, 1232-1237.
- Bertrand P., Jonas A., Laschewsky, Legras S., (2000), *Ultrathin Polymer Coatings by Complexation of Polyelectrolytes at Interfaces: Suitable Materials, Structure and Properties*, Macromolecular Rapid Communications, 21, 319-348.
- Lvov, Y., Price, R., Gaber, B., Ichinose, I., (2002), *Thin Film Nanofabrication via Layer-by-Layer Adsorption of Tubule Halloysite, Spherical Silica, Proteins and Polycations*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 198–200, 375–382.
- Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., Uçar M.Ç., Erden E., (2010), *Modifying of Cotton Fabric Surface with Nano-ZnO Multilayer Films by Layer-by-Layer Deposition Method*, Nanoscale Research Letters, 5:1204–1210.
- Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., (2010), *Fabrication of Nanocomposite Thin Films with TiO₂ Nanoparticles by Layer-by-Layer Deposition Method for Multi-functional Cotton Fabrics*, Nanotechnology 21, 325603.
- Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., (2011), *Nano-TiO₂ Based Multilayer Film Deposition on Cotton Fabrics for UV-Protection*, Fibers and Polymers, Vol.12, No.2, 190-196.
- Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., (2011), *Nano-Al₂O₃ Multilayer Film Deposition on Cotton Fabrics by Layer-by-Layer Deposition Method*, Materials Research Bulletin, 46, 1202–1206.
- Lefaux C. J., Zimmerlin J. A., Dobrynin, A. V., Mather P. T., (2004), *Polyelectrolyte Spin Assembly: Influence of Ionic Strength on the Growth of Multilayered Thin Films*, Journal of Polymer Science, Part B : Polymer Physics, Vol. 42, 3654-3666.
- Izquierdo, A., Ono, S. S., Voegel, J. C., Schaaf P., Decher G., (2005), *Dipping Versus Spraying : Exploring the Deposition Conditions for Speeding Up Layer-by-Layer Assembly*, Langmuir, 21, 7558-7567.
- Uğur Ş.S., Sarıışık M., Aktaş A.H., (2011), *Katyonizasyon İşleminin Pamuklu Kumaşların Bazı Özelliklerine Etkisi*, The Journal of Textiles and Engineer, Yıl 18, Sayı 81, 7-11.
- Hauser, P.J., Tabba, A.H., (2001), *Improving the Environmental and Economic Aspects of Cotton Dyeing Using a Cationised Cotton*, Coloration Technology, 117, 282-289.
- Schlenoff, J. B., Dubas, S. T., Farhat T., (2000), *Sprayed Polyelectrolyte Multilayers*, Langmuir, 16, 9968-9969.
- Jantas, R., Polowinski, S., (2007), *Modifying of Polyester Fabric Surface with Polyelectrolyte Nanolayers Using the Layer-by-Layer Deposition Technique*. Fibres&Textiles in Eastern Europe, Volume 15, No.2(61), 97-99.
- Zan, X. and Su, Z., (2009), *Incorporation of Nanoparticles into Polyelectrolyte Multilayers via Counterion Exchange and in situ Reduction*, Langmuir, 25, 20, 12355-12360.
- Hyde, K., Rusa M., Hinestroza J., (2005), *Layer-by-Layer Deposition of Polyelectrolyte Nanolayers on Natural Fibres : Cotton*, Institute of Physics Publishing, Nanotechnology, Vol. 16, 422-428.