



TEKSTİL VE MÜHENDİS
(Journal of Textiles and Engineer)



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

Tekstilde Farklı Kullanım Olanaklarına Sahip Çinkooksit Nanopartiküllerinin Hidrotermal Sentezi Üzerinde Ultrason Enerjisinin Etkisinin Araştırılması

Investigation of the Effect of the Ultrasound Energy on the Hydrothermal Synthesis of the Zinc Oxide Nanoparticles Which Have Different Usage Possibilities in the Textile

Burcu SANCAR BEŞEN¹, Onur BALCI²

¹Adıyaman Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Adıyaman, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

Online Erişime Açıldığı Tarih (Available online):26 Mart 2019 (26 March 2019)

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

Burcu SANCAR BEŞEN, Onur BALCI (2019): Tekstilde Farklı Kullanım Olanaklarına Sahip Çinkooksit Nanopartiküllerinin Hidrotermal Sentezi Üzerinde Ultrason Enerjisinin Etkisinin Araştırılması, Tekstil ve Mühendis, 26: 113, 33-41.

For online version of the article: <https://doi.org/10.7216/1300759920192611304>

Sorumlu Yazara ait Orcid Numarası (Corresponding Author's Orcid Number) :

<https://orcid.org/0000-0001-5120-268X>

Arastırma Makalesi / Research Article

TEKSTİLDE FARKLI KULLANIM OLANAKLARINA SAHİP ÇİNKOOKSİT NANOPARTİKÜLLERİNİN HİDROTERMAL SENTEZİ ÜZERİNDE ULTRASON ENERJİSİNİN ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Burcu SANCAR BEŞEN^{1*}

<https://orcid.org/0000-0001-5120-268X>

Onur BALCI²

<https://orcid.org/0000-0001-6885-7391>

¹Adıyaman Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Adıyaman, Türkiye

²Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü, Kahramanmaraş, Türkiye

Gönderilme Tarihi / Received: 17.05.2018

Kabul Tarihi / Accepted: 26.12.2018

ÖZET: Bu çalışmada, hidrotermal yöntemi ile çinkooksit nanopartiküllerinin üretiminde ultrasonik homojenizatör kullanımının, elde edilen partiküller üzerindeki etkisi ve elde edilen partiküllerin tekstilde kullanım olanakları araştırılmıştır. Bu amaçla, başlangıç çözeltilerinde kullanılan farklı çinko tuzları, çalışma süresi ve ultrason enerjisi varlığı olmak üzere üç farklı değişken belirlenmiş ve bu değişkenlerin elde edilen partiküller üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen ZnO nanopartikülleri SEM, EDX ve XRD analizleri ile karakterize edilmiştir. Ayrıca çalışmada, elde edilen nanopartiküllerin tekstilde kullanım olanaklarının araştırılması amacıyla, en verimli şekilde elde edilmiş nanopartikül numunesi % 100 pamuklu dokuma kumaşa kaplama yöntemi ile aktarılmıştır. Kaplanan tekstil yüzeyi SEM ve EDX analizleri ile karakterize edilmiş ve kumaşa antibakteriyel aktivite ve UV geçirgenlik testleri yapılmıştır. Çalışma sonuçları, başlangıç çözeltilerinde kullanılan tuzun üretilen nanopartiküller üzerinde önemli bir etkisinin olduğunu, işlem sırasındaki ultrasonik enerjinin varlığının, üretilen nanopartiküllerin aglomerasyonunu önlediğini ve boyutlarını küçülttüğünü göstermiştir. Ayrıca, verimli bir şekilde üretilen nanopartikül numunesi, aktarıldığı tekstil yüzeyine yüksek bir antibakteriyel özellik ve yeterli bir UV koruma özelliği kazandırabilmektedir.

Anahtar Kelimeler: Hidrotermal yöntem, nanopartikül, çinkooksit, ultrason

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF THE ULTRASOUND ENERGY ON THE HYDROTHERMAL SYNTHESIS OF THE ZINC OXIDE NANOPARTICLES WHICH HAVE DIFFERENT USAGE POSSIBILITIES IN THE TEXTILE

ABSTRACT: In the present study, the effect of ultrasonic homogenizer usage on the obtaining of zinc oxide nanoparticles by hydrothermal method and the usage possibilities of these particles in the textile were investigated. For this aim, three variables as usage of different zinc salts in the precursor solutions, process time, and presence of ultrasonic energy were determined and the effects of them on the produced particles were researched. The produced particles were characterized via SEM, EDX, and XRD analyses. Besides in this study, in order to investigate the usage possibilities of the produced nanoparticles in the textile, the most productive nanoparticle sample was applied to the 100% cotton weaving fabric through coating process. SEM and EDX analyses were used for characterizing the coated textile surface and antibacterial activity and UV permeability tests were carried out to the sample. The results showed that the salt used in the precursor solution had had crucial effect on the nanoparticles, the presence of the ultrasonic energy in the process had prevented the agglomeration of the nanoparticles and had downsized them. Besides, the nanoparticle sample produced most productive had given high antibacterial activity and sufficient UV protection properties to the applied textile surface.

Key Words: Hydrothermal method, nanoparticle, zinc oxide, ultrasound

Sorumlu Yazar/Corresponding Author: bbesen@adiyaman.edu.tr

DOI: 10.7216/1300759920192611304, www.tekstilvemuhandis.org.tr

1. GİRİŞ

Tekstil yüzeylerine antibakteriyel ve UV koruma gibi fonksiyonel özellikler kazandırmak amacıyla; çinkooksit, gümüş ve çinkooksit/gümüş gibi nanopartiküllerin kullanımı üzerine son yıllarda birçok araştırma yapılmıştır [1-8]. ZnO nanopartiküllerinin üretimi; termal buharlaşma, kimyasal buhar biriktirme, sol-gel metodu, elektrokimyasal birikim, sprey piroliz ve hidrotermal yöntem gibi çeşitli yöntemlerle yapılabilmektedir [1,5,9]. Bu yöntemlerden hidrotermal metot, nano kristalin yapıda inorganik materyallerin hazırlanmasında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Hidrotermal yöntemde başlangıç maddeleri ve çözücü kapalı bir kap içerisine konulmakta ve belirlenen sıcaklıklara kadar ısıtılmaktadır. Bu yöntemde her ne kadar başlangıç maddelerinin çözücü içinde tam olarak çözünmesi istense de çözünmeden de, sıcaklık ve pH gibi diğer şartların kontrolü ile istenilen nanopartiküllerin sentezlenmesi mümkün olmaktadır [10]. Bu metot, reaksiyon ortamında su kullanılması, daha ucuz, basit ve hızlı olması ve düşük sıcaklıkta çalışma gibi avantajlar nedeniyle daha fazla tercih edilmektedir [1]. Ayrıca bu metotta sıcaklık, basınç, kimyasal madde konsantrasyonu, başlangıç pH'ı ve işlem süresi gibi deneysel parametrelerin ayarlanabilir olması sebebiyle, partiküllerin boyutu, morfolojisi ve yüzey kimyasal özellikleri gibi faktörleri istenilen şekilde ayarlayabilmek mümkündür [10]. Bu çalışmada da, başlangıç çözeltisi içeriği ve işlem süresi gibi şartların üretilen ZnO nanopartikülleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Ayrıca çalışmada, hidrotermal yöntemi ile ZnO nanopartiküllerinin üretimi sırasında ortamda bulunan ultrason enerjisinin, üretilen partiküller üzerinde etkili olabileceği düşünülmüş ve etkisi incelenmiştir.

Ultrason teknolojisi endüstrinin farklı alanlarında çeşitli fiziksel ve kimyasal reaksiyonlarda uzun yıllardır kullanılmaktadır [12]. Tekstil terbiyesinde ultrason enerjisi; yıkama, durulama, boyama, atık su renksizleştirme işlemlerinde, haşıl banyoları, emülsiyonlar ve baskı patı için kıvamlaştırıcıların hazırlandığı yardımcı işlemlerde, enzimatik ve konvansiyonel terbiye işlemlerinde kullanılmaktadır [12,13]. Bu enerji, yaş işlemlerdeki sınırlı kütle transfer etkisini, tekstil materyali içerisine doğru arttırarak süre, su ve kimyasal madde tasarrufu sağlamaktadır [14]. Ultrason enerjisi ayrıca, sıvı içerisinde homojenlik ve stabilite sağlamak ve sıvı içerisindeki parçacıkların küçülmesine neden olmaktadır. Bu da sıvı içerisindeki parçacık boyutlarının birbirine benzemesini sağlamakta, bu durumda çökme sırasında topaklaşma eğilimi azalma göstermektedir [15]. Hidrotermal yöntem de bir çeşit çökme yöntemi olduğu için, işlem sırasında ultrasonik enerji kullanımının oluşan nanopartiküllerin topaklanmadan çökmesi ve boyutlarının küçülmesi noktasında avantaj sağlaması beklenmektedir. Çalışmada ultrasonik ortam olarak ultrasonik homojenizatör tercih edilmiştir.

Ultrasonik homojenleştirme işlemi esas itibarıyla kaviteasyona dayanmaktadır. Sıvılar güçlü ses dalgalarına maruz kaldıklarında yüksek ve alçak basınç dalgaları (yaklaşık 2000 döngü/saniye) oluşmaktadır. Alçak basınç döngüsü sırasında sıvı içerisinde yüksek yoğunluklu küçük hava kabarcıkları oluşmakta, oluşan kabarcıklar belirli bir büyüklüğe ulaştıklarında, yüksek basınç döngüsü sırasında şiddetle bölünmektedirler. Bu bölünme sıra-

sında çok yüksek basınçta ve yüksek hızda sıvı jetleri oluşmaktadır. Ortaya çıkan bu akım ve türbülans partikül topaklarını parçalamaktadır [15].

Bu çalışmada, tekstil yüzeylerine antibakteriyel, UV koruma ve iletkenlik gibi özellikler kazandırmak amacıyla kullanılan ZnO nanopartikülleri, hidrotermal yöntemi ile üretilirken, ultrasonik homojenizatör kullanımının oluşan partiküller üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Araştırma sırasında ayrıca, işlem süresi (15-30-45-60 dakika) ve başlangıç çözeltisinde kullanılan çinko tuzunun kimyasal yapısı (çinkoklorür ve çinkonitrat) da etkisi detaylı bir şekilde incelenmiştir. Üretilen nanopartikül numunelerinin karakterizasyonu, SEM (Scanning electron microscope), EDX (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) ve XRD (X-ray diffraction) analizleri ile gerçekleştirilmiştir. Üretilen en başarılı nanopartikül numunesi, % 100 pamuklu dokuma bir tekstil yüzeyine kaplama yöntemi ile applike edilerek, kumaş numunesinin antibakteriyel ve UV geçirgenlik özellikleri test edilmiştir. Ayrıca kumaş numunesi üzerindeki nanopartiküller SEM ve EDX analizleri ile incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

2.1. Materyal

Çalışmada, ZnO nano toz partiküllerini sentezlemek için başlangıç çözeltisinde çinko tuzları: çinkoklorür ($ZnCl_2$, Sigma) ve çinko nitrat hegzahidrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, Sigma) ve hegzametilentetramin (HMTA, $C_6H_{12}N_4$, Sigma); çöktürücü olarak etanol (Sigma) kullanılmıştır. Çalışmada ultrasonik ortamı sağlamak amacıyla, 200 Watt (24 kHz) gücüne sahip yüksek akımlı ultrasonik homojenizatör kullanılmıştır (Hielscher UP 200 S).

Yapılan karakterizasyon testleri sonucu en verimli şekilde üretildiği belirlenen nanaopartikül numunesini içeren kaplama patının hazırlanmasında, poliüretan esaslı binder (Ruco-Coat EC4811, Rudolf Duraner), kıvamlaştırıcı (Ruco-Coat TH5020, Rudolf Duraner) ve fiksator (Ruco-Coat FX8000, Rudolf Duraner) kullanılmıştır. Çalışmada, ön terbiyesi yapılmış % 100 pamuklu bezayağı dokuma kumaş (çözgü 30/1 penye-50 tel/cm; atkı 20/1 penye-22 tel/cm) laboratuvar tipi kaplama makinesinde (Ataç, RGK40) kaplanmıştır. Çalışma kapsamında kaplanan kumaş numunesinin, plaj giyim ürünü veya aksesuarı (pareo, plaj çantası vb.) üretiminde kullanılabilir bir ürün olması hedeflenmiştir. Yapılan kaplama işleminin numunenin tuşesini bir miktar sertleştirerek olması ön görüldüğü için, kaplama kumaşın bir yüzüne uygulanmıştır. Çalışmaların tamamında ters ozmos yoluyla saflaştırılmış yumuşak su kullanılmıştır.

2.2. Metot

Hidrotermal yöntem ile nanopartikül üretiminde elde edilen partiküller üzerinde etki yapabileceği düşünülen; başlangıç çözeltisinde kullanılan çinko tuzu cinsi (çinkoklorür-çinkonitrat olmak üzere 2 seviye), işlem süresi (15-30-45-60 dakika olmak üzere 4 seviye) ve ultrasonik homojenizatör kullanımı (var-yok olmak üzere 2 seviye) olmak üzere 3 farklı değişkenden oluşan deney planı Tablo1'de verilmiştir.

Tablo 1. Nanopartiküllerin üretiminde kullanılan deney planı

Deney No	Çinko Tuzu	Miktar (M)	HMTA (M)	Süre (dak)	Ultrason
1	Klorür	0.01	0.01	15	Yok
2	Klorür	0.01	0.01	30	Yok
3	Klorür	0.01	0.01	45	Yok
4	Klorür	0.01	0.01	60	Yok
5	Nitrat	0.01	0.01	15	Yok
6	Nitrat	0.01	0.01	30	Yok
7	Nitrat	0.01	0.01	45	Yok
8	Nitrat	0.01	0.01	60	Yok
9	Klorür	0.01	0.01	15	Var
10	Klorür	0.01	0.01	30	Var
11	Klorür	0.01	0.01	45	Var
12	Klorür	0.01	0.01	60	Var
13	Nitrat	0.01	0.01	15	Var
14	Nitrat	0.01	0.01	30	Var
15	Nitrat	0.01	0.01	45	Var
16	Nitrat	0.01	0.01	60	Var

Her bir nanopartikül üretiminde 0.01 M çinko tuzu ve 0.01 M HMTA, 200 ml yumuşak su-200 ml etanol içeren çözeltide çözülerek başlangıç çözeltisi hazırlanmıştır. Tüm çalışmalar 98 °C sıcaklıkta gerçekleştirilmiş olup sentezlenen nanopartikül numuneleri, filtre kağıdı ile süzülüş ve oda sıcaklığında kurutulmuştur. Çalışma boyunca ultrasonik homojenizatör, 40 mm çapa sahip prob ile ve % 100 genlikte olacak şekilde kullanılmıştır.

Sentezleme sonrası karakterizasyonu tamamlanan nanopartikül numunelerinden en verimli şekilde sentezlenen numune (% 10), % 50 binder, % 5 fiksator, %1 kıvamlaştırıcı ve su içeren kaplama patına ilave edilerek kumaşa applike edilmiştir. Karşılaştırma yapmak amacıyla bir de nano partikül içermeyen kaplama patı ile kaplama yapılmıştır (referans kumaş). Aplikasyon sonrası kumaşların fiksajı 165 °C' de 2 dakika olacak şekilde gerçekleştirilmiştir.

2.3. Araştırma Yöntemleri

2.3.1. XRD analizi

Çalışma sonucunda üretilen nanopartikül numunelerinin kimyasal içeriklerini araştırmak amacıyla, XRD analizi (Bruker AXS S8 marka XRD cihazı ile) kullanılmıştır. XRD analizi ile sadece içerik tespiti yapılacağından, numunelerin tamamına değil, sadece seçilen numunelere (45 dakika işlem yapılmış) analiz gerçekleştirilmiştir.

2.3.2. SEM-EDX analizleri

Kaplama yapılmış kumaşların ve nanopartikül numunelerinin yüzey morfolojilerini incelemek ve içerdikleri elementlerin tayinini yapmak amacıyla SEM cihazı ile (ZEISS/EVO marka) SEM ve EDX analizleri gerçekleştirilmiştir.

2.3.3. Antibakteriyel aktivite tayini

Kaplama yapılmış kumaşlara ve işlem görmemiş kumaşa, hastalık yapıcı özelliği yaygın olarak bilinen ve gram pozitif bakterisine göre daha dirençli bir bakteri olan *Escherichia coli* (gram -) bakterisine karşı, ASTM E2149-1 standardına göre antibakteriyel aktivite testi yapılmıştır.

2.3.4. UV dayanım testi

Kaplama yapılmış kumaşların UV geçirgenlik değerleri, SDL ATLAS M284 cihazında ölçülmüştür. Ölçümlerde numunelerin 290 nm-400 nm dalga boyları arasındaki UPF (UV koruma faktörü) değerleri, derecelendirilmiş UPF'leri, UVA ve UVB'deki geçirgenlik değerleri belirlenmiştir.

3. BULGULAR VE SONUÇ

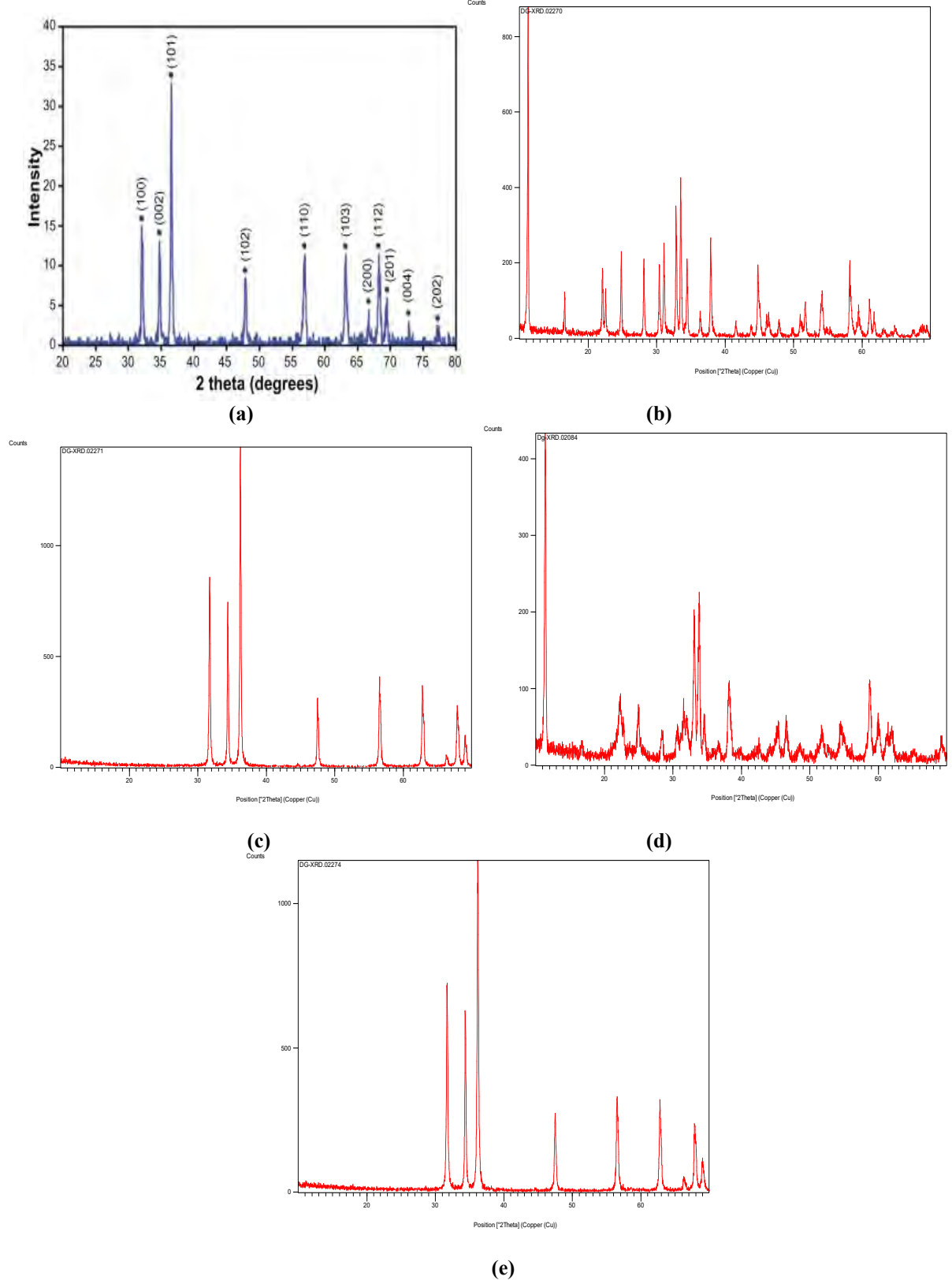
3.1. Üretilen Nanopartikül Numunelerinin XRD sonuçları

Seçilen nanopartikül numunelerinin (3, 7, 11 ve 15 No'lu deneyler) kimyasal içerikleri ve kristal yapıları XRD analizi ile araştırılmış ve Şekil 1'de verilmiştir. Ayrıca karşılaştırma yapmak amacıyla, literatür içerisinde örnek bir ZnO nanopartikülünün XRD grafiği [16] de Şekil 1a'da verilmiştir.

Şekil 1a'da verilen klasik bir ZnO nanopartikülünün XRD deseni incelendiğinde; 2 θ (~32°), 2 θ (~35°) ve 2 θ (~36°)'da 3 büyük pik, 2 θ (~47.5°), 2 θ (~56°), 2 θ (~64°), 2 θ (~66°) 2 θ (~68°), 2 θ (~69°) ve 2 θ (~73°)'de küçük küçük piklerin olduğu görülmektedir. Şekil 1'deki diğer XRD desenleri incelendiğinde, başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılan 3 ve 11 numaralı numunelerin klasik ZnO bantlarından farklı bantlara sahip olduğu; çinkonitrat kullanılanların ise klasiğe benzer olduğu belirlenmektedir. Bu durumda, başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılan ZnO nanopartiküllerinin yapılarında safsızlıkların bulunduğu

anlaşılmaktadır. Bunun yanında, maddelerin kristal yapısı ile ilgili bilginin alındığı, maksimum pikin elde edildiği bölgeler incelendiğinde; başlangıç çözeltisinde çinkoklorür tuzu kullanımı durumunda elde edilen piklerin geniş olduğu; bu da oluşan ZnO

nanopartiküllerinin düşük kristal büyüklüğüne sahip olduğunu göstermektedir. Bu sonuçlara dayanarak, başlangıç çözeltisinde kullanılan tuzun cinsinin üretilen nanopartiküller üzerinde önemli bir etki gösterdiğini söylemek mümkündür.



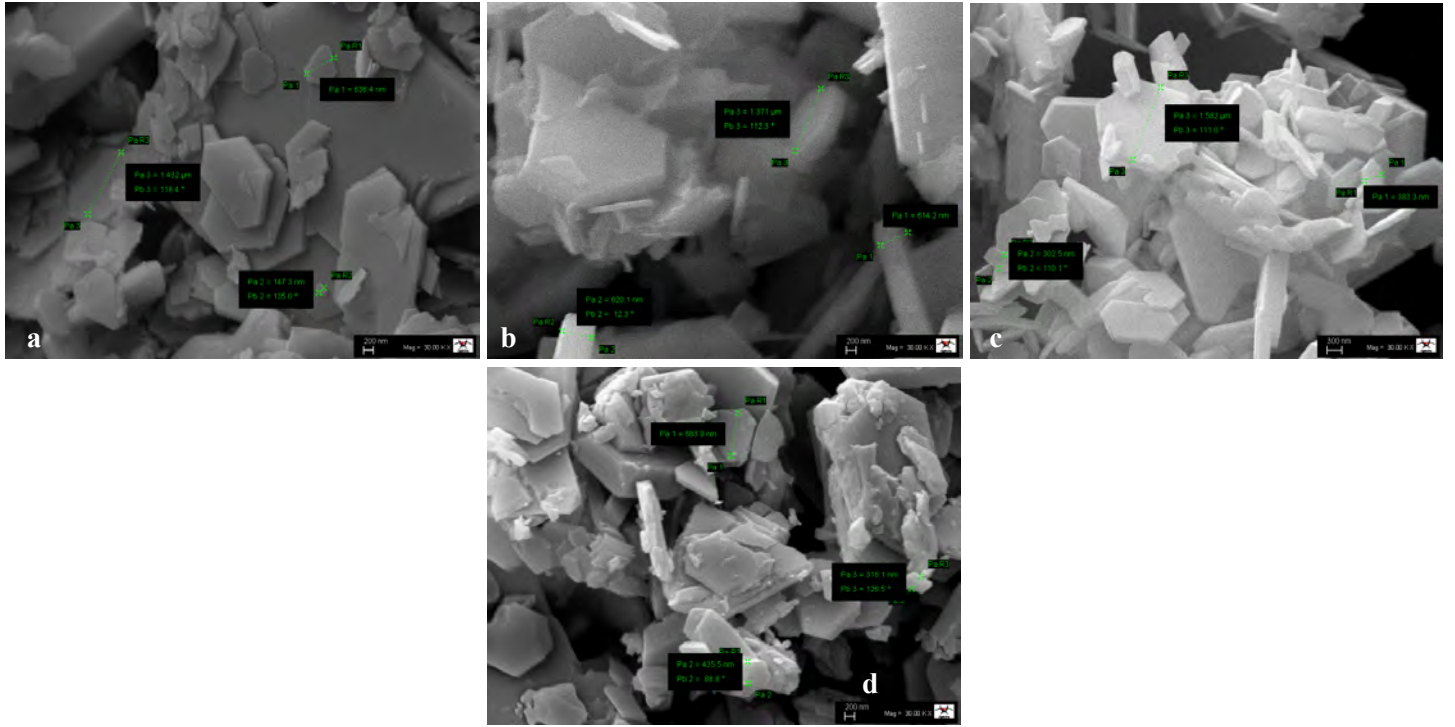
Şekil 1. Numunelerin XRD grafiği (a. Örnek b. DN3 c. DN7 d. DN11 e. DN15)

3.2. Üretilen Nanopartikül Numunelerinin SEM Görüntüleri

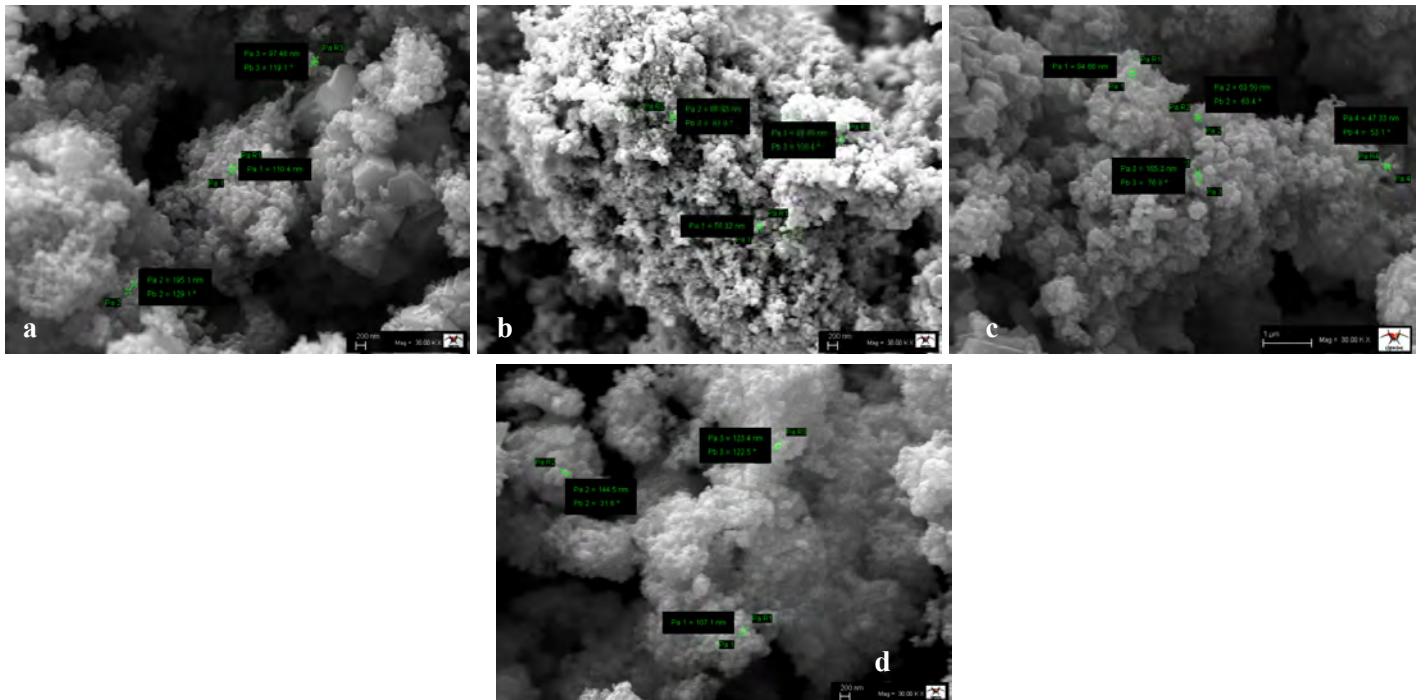
Üretilen nanopartikül numunelerinin yüzey morfolojilerini incelemek ve partikül boyutlarını araştırmak amacıyla SEM görüntüleri alınmıştır. Numunelerin 30.000X büyütme SEM görüntüleri Şekil 2-5'te verilmiştir.

Şekil 2 incelendiğinde, başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılarak üretilen ZnO partiküllerinin hegzagonal geometrik şekle

sahip olduğu, oluşan geometrik şekillerin homojen olmadığı ve partiküllerin aglomere olduğu görülmektedir. Oluşan partiküllerin boyutlarının 140 nm-1500 nm arasında değişiklik gösterdiğini ve homojen olmadığını söylemek mümkündür. Ayrıca, nanopartikül üretim süresinin artmasının da oluşan partiküller üzerinde etki göstermediği anlaşılmaktadır.



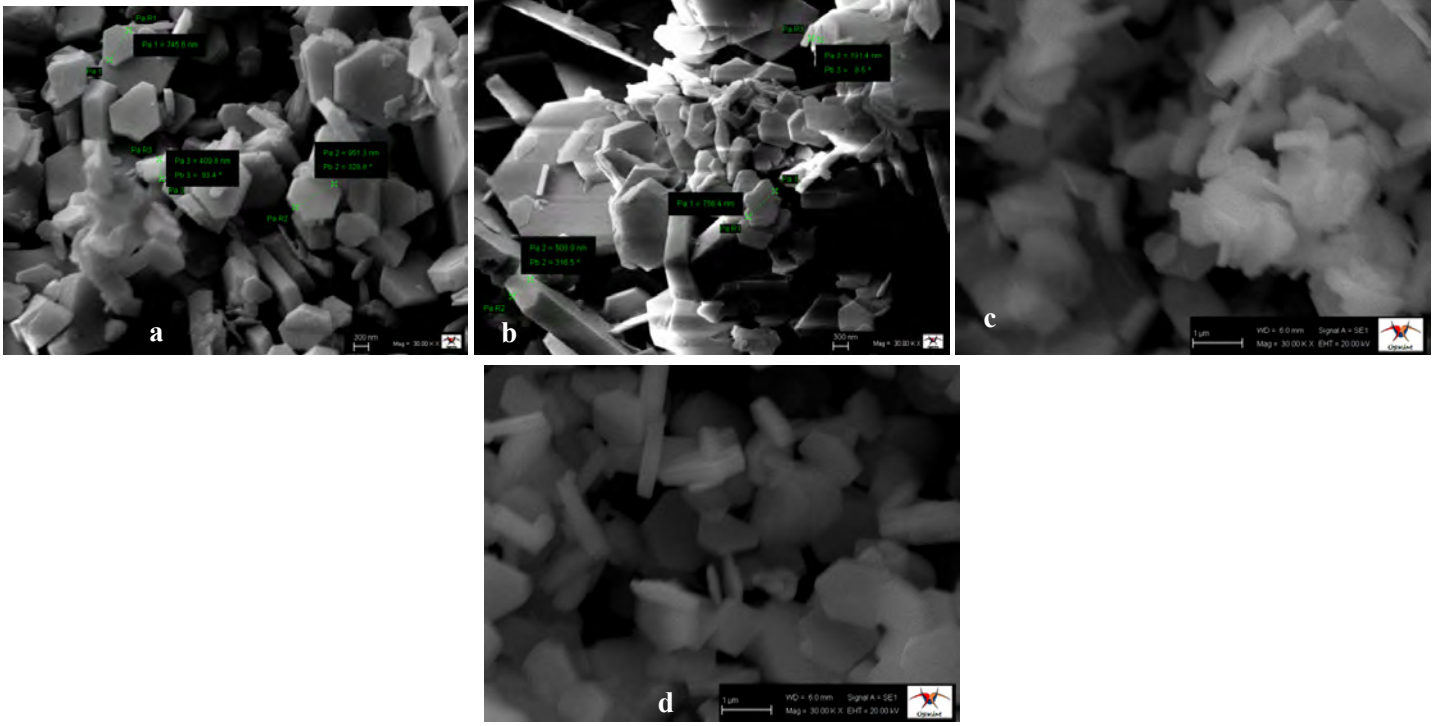
Şekil 2. Nanopartikül numunelerinin SEM görüntüleri (a. DN1 b. DN2 c. DN3 d. DN4)



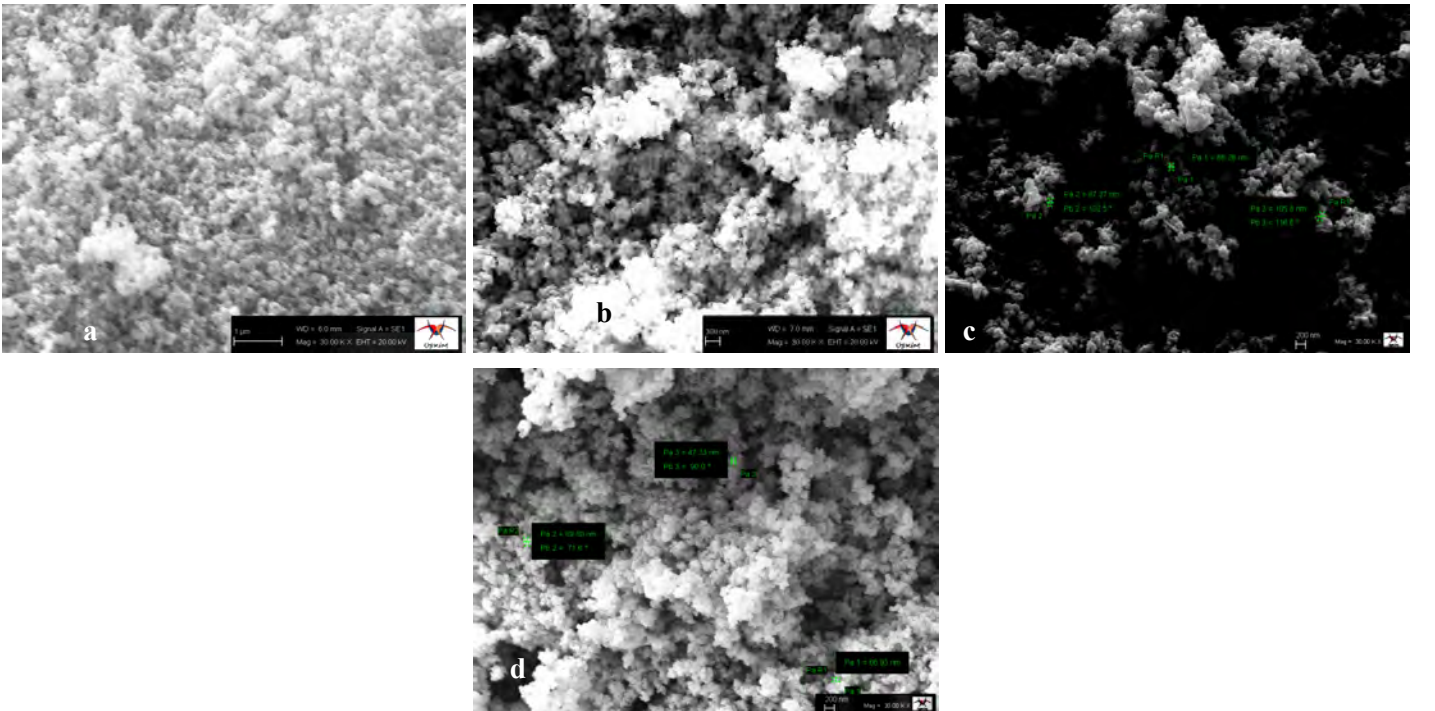
Şekil 3. Nanopartikül numunelerinin SEM görüntüleri (a. DN5 b. DN6 c. DN7 d. DN8)

Başlangıç çözeltisinde çinkonitrat kullanılan ve Şekil 3'te SEM görüntüleri verilen numunelerin, 65-180 nm arasında partikül boyutuna sahip olduğu ve oluşan partiküllerin homojen olduğu görülmektedir. Bu numunelerin belirgin bir geometrik şekli bulunmamaktadır ve bu grupta da ultrasonik homojenizatör kullanılmadığından aglomerasyonun mevcut olduğunu söylemek mümkündür.

Şekil 4, ultrasonik homojenizatör kullanılarak üretilen nanopartikül numunelerinde aglomerasyonunun ve başlangıç çözeltisindeki çinkoklorür tuzundan kaynaklı şekil ve partikül boyutu homojensizliğinin önemli ölçüde önlendiğini göstermektedir. Bunun yanında işlem süresinin artışının da homojenlik üzerinde olumlu etkisi olduğu sonucuna da varmak mümkündür.



Şekil 4. Nanopartikül numunelerinin SEM görüntüleri (a. DN9 b. DN10 c. DN11 d. DN12)



Şekil 5. Nanopartikül numunelerinin SEM görüntüleri (a. DN13 b. DN14 c. DN15 d. DN16)

Şekil 5 incelendiğinde, başlangıç çözeltisine çinkonitrat kullanılarak ve ultrasonik homojenizatör varlığında üretilen ZnO nanopartikül numunelerinin, homojen partiküllere sahip olduğu ve aglomerasyon eğilimi göstermediği görülmektedir. Ayrıca, SEM görüntüleri alınırken yapılan ölçeklendirmede numunelerin ortalama partikül boyutlarının 100 nm'nin altında olduğu belirlenmiştir. Bu nedenle, hidrotermal yöntemi ile ZnO nanopartikülleri üretimi sırasında kullanılan ultrasonik homojenizatörün, oluşan partiküllerin boyutlarını küçülttüğünü söylemek mümkündür.

3.3. Üretilen Nanopartikül Numunelerinin EDX Grafikleri

Üretilen nanopartikül numunelerinin içerdikleri elementlerin belirlenmesi için gerçekleştirilen EDX analizi de, XRD analizinde olduğu gibi, tüm numunelere değil sadece seçilen numunelere (3, 7, 11 ve 15 No'lu deneyler) yapılmıştır. Grafikler Şekil 6'da verilmiştir.

Numunelerin EDX sonuçları incelendiğinde, başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılarak sentezlenen nanopartiküllerin yapılarında çinko ve oksijenden farklı olarak klor elementinin de bulunduğu görülmektedir. Bu sonuçlar da, XRD sonuçlarına paralel şekilde, başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanıldığın-

da oluşan nanopartiküllerin yapılarında safsızlıkların olduğunu kanıtlamaktadır.

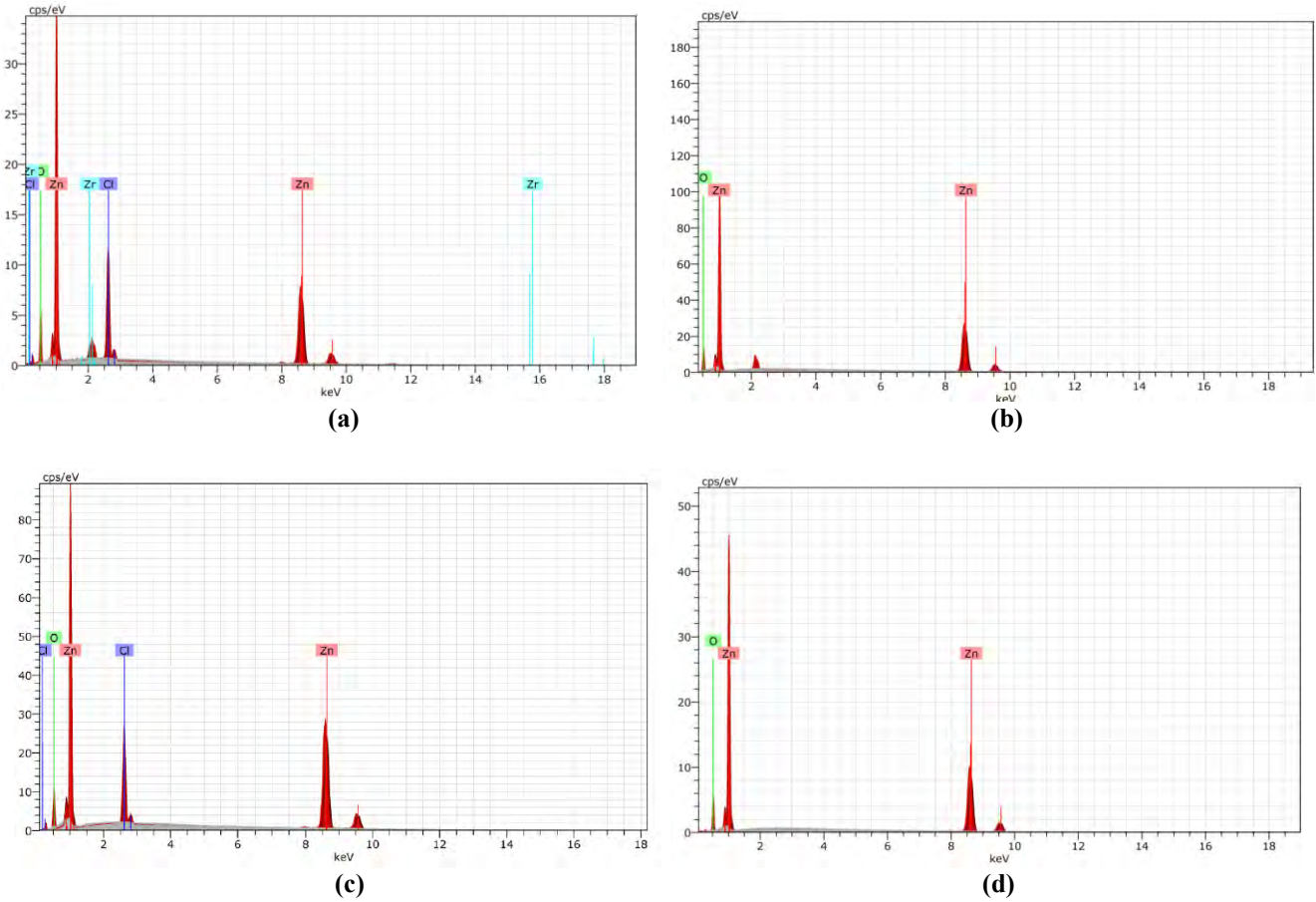
3.4. Kaplama Yapılmış Kumaş Numunelerinin SEM ve EDX Sonuçları

Nanopartikül numunelerinin karakterizasyon sonuçları; başlangıç çözeltisinde çinkonitrat kullanıldığında, ultrasonik homojenizatör varlığında ve uzun işlem süresinde daha verimli sonuçlar elde edildiğini göstermiştir. Bu durumda, en verimli şekilde üretilen nanopartikül numunesinin 16 numaralı numune olduğu belirlenmiş ve kaplama patına bu numune ilave edilerek kaplama işlemleri gerçekleştirilmiştir.

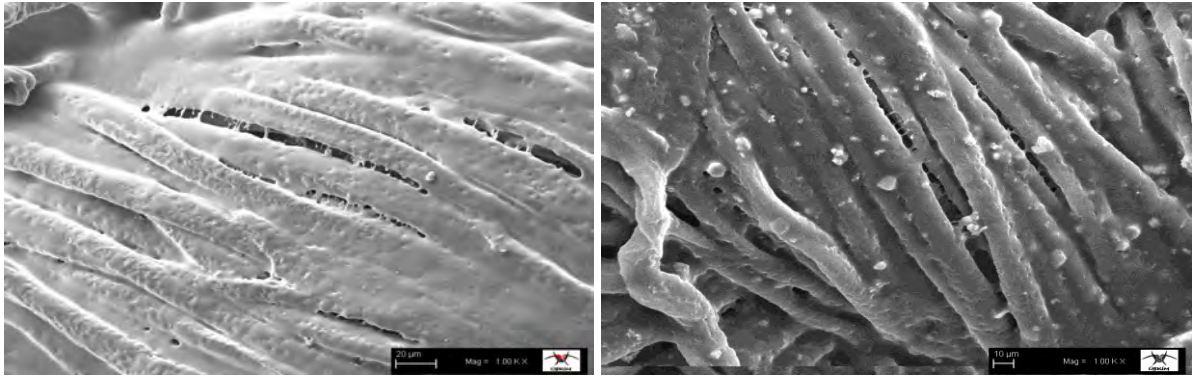
Referans ve nanopartikül içeren kumaş numunelerinin 1.000X büyütme SEM görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir.

Şekil 7, üretilen nanopartikül numunesinin, tekstil yüzeyi üzerine, kaplama yöntemi ile homojen bir şekilde aktarılabildiğini göstermektedir.

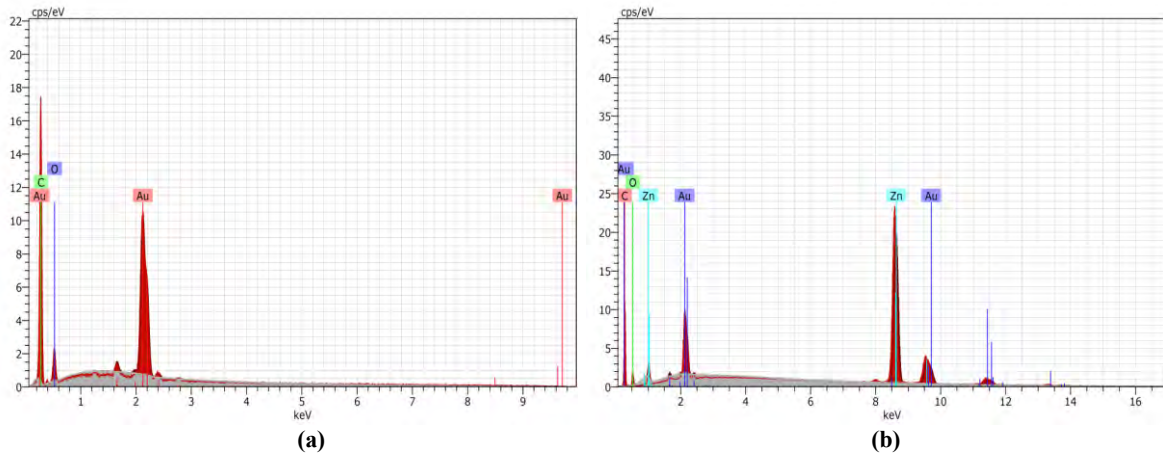
Referans ve nanopartikül içeren kumaş numunelerinin EDX grafikleri Şekil 8'de verilmiştir.



Şekil 6. Numunelerin EDX grafiği (a. DN3 b. DN7 c. DN11 d. DN15)



Şekil 7. Kumaş numunelerin SEM görüntüleri (a. Referans b. Nanopartikül içeren)



Şekil 8. Kumaş numunelerin EDX grafikleri (a. Referans b. Nanopartikül içeren)

Kaplama yapılmış kumaş numunelerinin EDX grafikleri incelendiğinde, referans kumaş numunesinde sadece selülozdan ve kaplama patı içeriğinden kaynaklanan C ve O elementlerinin varlığı görülürken, nanopartikül içeren kaplama patı aktarılmış kumaş numunesi üzerinde, fazladan Zn elementinin varlığı net bir şekilde görülmektedir. Bu sonuç da üretilen nanopartikül numunesinin, tekstil yüzeyi üzerine kaplama yöntemi ile başarılı bir şekilde aktarılabildiğini ortaya koymaktadır.

3.5. Kaplama Yapılmış Kumaş Numunelerinin Antibakteriyel Aktivite Sonuçları

İşlem görmemiş, referans ve nanopartikül içeren kumaş numunelerinin *E. coli* bakterisine karşı antibakteriyel aktiviteleri Tablo 2'de verilmiştir.

Tablo 2. Kumaşların antibakteriyel aktivite sonuçları (Sonuçlar *1.000.000)

Numune	Başlangıç bakteri sayısı (adet/ml)	4 saat sonra bakteri sayısı (adet/ml)	Düşüş (%)
İşlem görmemiş	1.3	8	-
Referans	1.5	9	-
Nanopartikül içeren	8	0.2	97.5

Tablo 2 incelendiğinde, işlem görmemiş ve referans kumaşlarda test edilen bakteri türüne karşı antibakteriyel aktivite gözlemlen-

mediği; üretilen nanopartikül, kumaş numunesine aktarıldığında, kumaşa yüksek antibakteriyel aktivite kazandırdığı net bir şekilde anlaşılmaktadır. Bu durum, üretilen ZnO nanopartikül numunesinin yüksek antibakteriyel aktiviteye sahip olduğunu kanıtlamaktadır.

3.6. Kaplama Yapılmış Kumaş Numunelerinin UV Koruma Sonuçları

İşlem görmemiş, referans ve nanopartikül içeren kumaş numunelerinin UV koruma sonuçları Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Kumaşların UV koruma sonuçları

Numune	UPF	Rated UPF	UVA	UVB
İşlem Görmemiş	4.82	0	27.5	18.6
Referans	9.69	5	18.4	7.7
Nanopartikül içeren	19.10	15	10.8	3.7

Kumaş numunelerine yapılan UV dayanım test sonuçları, kaplama ile kumaş numunelerinin UV koruma özelliğinin biraz yükseldiğini; üretilen nanopartikül aktarılmış kumaş numunesinde bu özelliğin daha iyi olduğunu ve UV koruma için kabul edilebilir değer olan 15 değerinin üzerine çıktığını göstermektedir. Bu sonuçlar, doğru bir şekilde sentezlenen ve tekstil yüzeyi üzerine aktarılan ZnO nanopartiküllerinin, tekstil yüzeylerine, yüksek UV koruma özelliği kazandıracağını net bir şekilde ortaya koy-

maktadır. ZnO nanopartiküllerinin bu özelliği literatürde yapılan çalışmalar ile de kanıtlanmıştır. Yapılan çalışmalarda ZnO nanopartikülün UV-Visible spektrofotometre ile UV absorpsiyon spektrumu incelenmiş ve UV bölgesinde yüksek absorpsiyon yaptığı belirlenmiştir [16-19].

4. DEĞERLENDİRME

Tekstil sektöründe, antimikrobiyel, antifungal, UV koruma, iletkenlik gibi fonksiyonel özelliklere sahip tekstil ürünlerinin üretimi büyük önem taşımaktadır. Bu tür ürünlerin üretimi üzerine birçok araştırma mevcut olmakla birlikte; çinko, gümüş, bakır gibi metaller, çinkooksit, titanyumdioksit gibi partiküller veya bunların karışımı ile yapılan çalışmalar son yıllarda oldukça yaygınlaşmıştır. Literatür incelendiğinde, çinkooksit ve bunun farklı karışımlarından oluşan nanopartiküller ile tekstil yüzeylerine fonksiyonel özellikler kazandırılmasıyla ilgili çalışmaların önemli bir yer tuttuğu görülmektedir. Çinkooksit üretiminde, en avantajlı yöntem olması sebebiyle, hidrotermal yöntemin kullanımının geniş yer bulduğu bir gerçektir. Bu nedenle bu çalışmada, hidrotermal yöntem ile çinkooksit nanopartiküllerinin üretiminde, daha verimli partikül üretim olanakları araştırılmış ve bu amaçla ultrasonik homojenizatör kullanılmıştır. Çalışmada ayrıca, işlem süresi ve başlangıç çözeltisinde kullanılan çinko tuzunun da üretilen nanaopartiküller üzerindeki etkisi incelenmiştir. Üretilen nanopartikül numuneleri SEM, EDX ve XRD analizleri ile karakterize edilmiş ve en başarılı şekilde üretilen nanopartikül numunesi, % 100 pamuklu dokuma bir tekstil yüzeyine kaplama yöntemi ile applike edilmiştir. Üzerine çinkooksit nanopartikülleri aktarılmış kumaş numunesi, SEM ve EDX analizleri ile incelenmiş ve antibakteriyel ve UV geçirgenlik özellikleri araştırılmıştır. Çalışma sonucunda aşağıda sıralanan çıkarımlar yapılmıştır.

- Hidrotermal yöntem ile çinkooksit üretimi sırasında, başlangıç çözeltisinde kullanılan tuzun cinsi, üretilen nanopartiküller üzerinde önemli bir etki göstermektedir.
- Başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılan, çinkooksit nanopartiküllerinin yapılarında safsızlıklar bulunmaktadır.
- Başlangıç çözeltisinde çinkoklorür kullanılan nanopartiküller, homojen bir yapı ve boyuta sahip değilken, çinkonitrat kullanılanlar homojen yapıdadır.
- Ultrasonik homojenizatör kullanımı, üretilen nanopartiküllerin aglomerasyonunu önlemekte ve boyutlarını küçültmektedir.
- Ultrasonik homojenizatör varlığında işlem süresinin artmasının, partiküllerin homojenliği üzerinde olumlu bir etkisi olmuştur.
- Üretilen nanopartiküller, tekstil yüzeyleri üzerine kaplama yöntemi ile homojen bir şekilde aktarılabilir.
- Verimli bir şekilde üretilen nanopartikül numunesi, aktarılıp tekstil yüzeyine antibakteriyel ve UV koruma özelliği kazandırılmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Balcı, O., Alver, U., Sancar Beşen, B., Tanrıverdi, A., Tutak, M., (2014), *In-Situ Generation of ZnO on the Textile Surfaces by Hydrothermal Method*, *Industria Textila*, 65(2), 80-84

2. Can, C., Körlü, A., (2011), *Antibakteriyel Tekstil Üretiminde Sıkça Kullanılan Gümüşün Etki Mekanizması ve Toksikitesi*, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 5(3), 54-59
3. Dumitrescu I., Mocioiu, A. M., Iordache, O. G., Nicula, G., (2013), *Antimicrobial Functionalization of Textile Materials with Hydrophobins and Ag/ZnO Composite Nanopowders*, *Industria Textila*, 64(6), 303-312
4. Küçük, D., Balcı, O., (2016), *In-situ Coated of Ag, ZnO, Ag/ZnO Composite Nano Particles to the Technical Fiber by Hydrothermal Method*, *International Journal of Clothing Science and Technology* 28(3), 340-367
5. Sancar Beşen, B., Balcı, O., Hidrotermal Yöntemi ile Nano Çinko Oksit- Gümüş İçeren Toz Partiküllerinin Sentezi ve Tekstil Yüzeylerine Aktarılması, *15. Ulusal Tekstil Teknolojisi ve Kimyasındaki Son Gelişmeler Sempozyumu*, 14-16 Mayıs 2015, Bursa, Türkiye
6. Wang, R. H., Xin, J. H., Tao, X. M., Daoud, W. A., (2004), *ZnO Nanorods Grown on Cotton Fabrics at Low Temperature*, *Chemical Physics Letters*, 398(1-3), 250-255
7. Wang, R. H., Xin, J. H., Tao, X. M., (2005), *UV-Blocking Property Of Dumbbell-Shaped ZnO Crystallites On Cotton Fabrics*, *Inorganic Chemistry*, 44(11), 3926-3930
8. Vigneshwaran, N., Kumar, S., Kathe, A. A., Varadarajan, P. V., Prasad, V., (2006), *Functional Finishing of Cotton Fabrics Using Zinc Oxide-Soluble Starch Nanocomposites*, *Nanotechnology*, 17(20), 5087-5095
9. Bacaksız, E., Aksu, S., Yılmaz, S., Parlak, M., Altunbaş, M., (2010), *Structural, Optical and Electrical Properties of Al-Doped ZnO Microrods Prepared By Spray Pyrolysis*, *Thin Solid Films*, 518(15), 4076-4080
10. Esen, B. (2011), Hidrotermal Yöntemle Sentezlenen Nano Metal Oksitlerin Fotokatalitik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, s.13-14, Ankara
11. Yu, J., Wang, G., Cheng, B., Zhou, M., (2007), *Effects of Hydrothermal Temperature and Time on the Photocatalytic Activity and Microstructures of Bimodal Mesoporous TiO₂ Powders*, *Applied Catalysis B: Environmental*, 171-180
12. Duran, K., Körlü, A.E., Perincek, S.D., Bahtiyari, M.İ., (2007), *Ultrason Teknolojisinin Tekstilde Kullanım Olanakları*, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 3, 162-166
13. Erişmiş, B., Eren, H.A., (2010), *Tekstil Terbiye İşlemlerinde Ultrason Kullanımı*, *Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi*, 4(3), 30-38
14. Karaboğa, C., Körlü, A.E., Duran, K., Bahtiyari, M. İ., (2007), *Use of Ultrasonic Technology in Enzymatic Pretreatment Processes of Cotton Fabrics*, *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 15(4), 97-100
15. Hielscher - Ultrasound Technology, https://www.hielscher.com/tr/homogenize_01.htm [Erişim Tarihi: 10.04.2018]
16. Zak, A.K., Razali, R., Majid, W.H.A., Darroudi, M., (2011), *Synthesis and Characterization of a Narrow Size Distribution of Zinc Oxide Nanoparticles*, *International Journal of Nanomedicine*, 6, 1399-1403
17. Becheri A., Dürr, M., Nostro, P.L., Baglioni, P., (2008), *Synthesis and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles: Application to Textiles as UV-absorbers*, 10(4), 679-689
18. Yadav, A., Prasad, V., Kathe, A.A., Raj, S., Yadav, D., Sundaramoorthy, C., Vigneshwaran, N., (2006), *Functional Finishing in Cotton Fabrics Using Zinc Oxide Nanoparticles*, 29(6), 641-645
19. Kathirvelu, S., D'Souza, L., Dhurai, B., (2009), *UV Protection Finishing of Textiles Using ZnO nanoparticles*, *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 34, 267-273