

ÖZET

BORİK ASİT İLE DAHA EKONOMİK VE EKOLOJİK ANTİBAKTERİYEL TEKSTİL MATERYALİ ÜRETİM YÖNTEMİ

- 5 Buluş, antibakteriyel bitim işleminin nötralizasyon işlemi sırasında yapıldığı ve polyester esaslı iplik/kumaş gibi tekstil materyallerine antibakteriyel bitim işlemi maddesi olarak borik asitin uygulandığı bir antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. Polyester materyallerinin dispers boyarmaddeleri ile boyanması, redüktif yıkama, nötralizasyon, kurutma ve fikse işlemlerini içeren, polyester esaslı iplik/kumaş gibi tekstil materyalleri için antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği;
 - Antibakteriyel bitim işleminin nötralizasyon işlemi sırasında yapılması ve antibakteriyel bitim işlemi maddesi olarak nötralizasyon çözeltisine borik asit eklenmesidir.
2. İstem 1'e göre antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği; nötralizasyon işlemi esnasında materyal (iplik/kumaş) ağırlığına göre %2 konsantrasyonda borik asitin nötralizasyon çözeltisine eklenmesi ve asetik asit ile çözeltinin pH değerinin 5'e ayarlanmasıdır.
3. İstem 1'e göre antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği; hazırlanan çözeltinin 10 dakika boyunca 1000 devir/dakika hızla karıştırılması ve çözelti karıştırıldıktan sonra bir ana kazana transfer edilmesidir.
4. İstem 1'e göre antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği; ana kazandaki çözeltinin sıcaklığının 2 °C/dk. sıcaklık artışıyla 40 °C' ye ayarlanması ve materyallerin borik asitli çözeltiyle 20 dakika işleme tabi tutulmasıdır.
5. İstem 1'e göre antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği; ana kazanın boşaltılması ve yıkama yapılmaması, daha sonra tekstil materyali kumaş ise 100-180 °C'de 1-2 dakika bekletilmesi, iplik ise önce santrifüj sonra da RF kurutma işlemi uygulanmasıdır.
6. İstem 1'e göre antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi olup, özelliği; üretimin antibakteriyel özellik sağlaması için nötralizasyon ve antibakteriyel

bitim işleminde pH'ın 5, sürenin 20-40 dakika ve sıcaklığın 40-80 °C arasında olmasıdır.

TARİFNAME

BORİK ASİT İLE DAHA EKONOMİK VE EKOLOJİK ANTİBAKTERİYEL TEKSTİL MATERYALİ ÜRETİM YÖNTEMİ

5

Teknik Alan

Buluş, polyester esaslı iplik/kumaş gibi tekstil materyallerine antibakteriyel bitim işlemi maddesi olarak borik asitin uygulandığı bir antibakteriyel tekstil materyali üretim yöntemi ile ilgilidir.

10

Önceki Teknik

Çevrede hemen her yerde bulunabilen mikroorganizmalar nem, besin ve sıcaklık gibi temel gereksinimlerini karşılayabildikleri ortam bulduklarında hızla çoğalabilmektedir.

15

Tekstil ürünleri de içerdikleri ham madde, gözenekli yapıları ve kullanıldıkları yerler açısından mikroorganizmaların yaşaması ve çoğalması için uygun nem, sıcaklık ve besin maddesi sağlayan ortamlardır. Mikroorganizmaların tekstil materyalleri üzerinde büyümesi ve çoğalması birçok istenmeyen etkiler oluşturmaktadır. Bu etkiler;

20

- kumaşta hoş olmayan koku,
- kumaşın kullanım ömründe azalma,
- görüntü ve renk bozuklukları,
- kumaşın mekanik mukavemetinde azalma,
- patojen mikroorganizmaların insanlar üzerinde enfeksiyona neden olmaları,

25

olarak sıralanabilmektedir.

Halihazırda polyester içerikli iplik/kumaşlara dispers boyarmaddeler ile yapılan boyama işleminden sonra konvansiyonel olarak yüzeyde kalan boyarmadde moleküllerini parçalamak için NaOH + Hidrosülfite gibi bir indirgen ile redüktif yıkama ve asetik asitle nötralizasyon yıkamaları yapılmaktadır.

30

Hâlihazırda tekstil materyallerine antibakteriyel bitim işlemleri çektirme, emdirme, kaplama ve püskürtme yöntemleri ile uygulanmaktadır. Antibakteriyel özellik anlaşılacağı gibi ek bir işlem adımı yapılarak tekstil materyallerine kazandırılabilir. Yani su, enerji ve belirli bir zaman ihtiyacı duyulmaktadır. Bu durum ek bir maliyete sebep olmaktadır.

Antibakteriyel bitim işlemlerinde en sık kullanılan kimyasal maddeler; triklosan, amonyum bileşikleri, kuaterner amonyum tuzları, biguanid yapıli bileşikler, gümüş ve çinko gibi metallerdir. Bununla beraber bu kimyasalların çoğu insanlar için toksik özellik göstermekte, alerji veya tahrişe neden olabilmekte ve çevrede kolayca parçalanamamaktadır. Bu maddeler tekstil materyalinin görünümünü olumsuz olarak etkilememeli ve uygun maliyetli olmalıdır. Ayrıca antibakteriyel özellik kazandırılan tekstil ürünleri, giyen kişinin cildindeki patojen olmayan bakteri florasını öldürmemelidir. Ayrıca antibakteriyel bitim işlemlerinde kullanılan bu kimyasalların birim fiyatları kısmen yüksektir.

Yapılan ön patent araştırmasında buluş konusu üretim yöntemine benzer bir patenete başvurusu bulunamamıştır. Aynı teknik alanda yapılmış bazı patentlere ise aşağıda atıflar yapılmıştır.

EP1697577B1 yayın numaralı Avrupa Patenti, antimikrobiyal ajanlarla işleme tabi tutulan lifler ile ilgilidir. Selülozik olmayan lifler üzerinde mikroorganizmaların gelişimini inhibe etmek için bir kompozisyon ile ilgili olup, kendiliğinden çapraz bağlanabilir bir reçine, bir katalizör, bir antimikrobiyal ajan ve su içerir. Tercih edilen şekliyle selülozik olmayan lifler polyester, poliamid, polipropilen, poliüretan ve selüloz asetatıdır. Tercih edilen şekliyle, kendiliğinden çapraz bağlanabilir reçine bir amino reçine, daha tercih edilen şekliyle üre ya da melaminle bir formaldehit kondensatı, en çok tercih edilen şekliyle DMDHEU ya da DMDMEU'dur. Tercih edilen şekliyle, söz konusu katalizör magnezyum klorür, amonyum klorür, amonyum sülfat, formika asit, borik asit, fosforik

asit, oksalik asidin amonyum tuzları ya da en çok tercih edilen şekliyle poli(heksametilen biguanid) hidroklorürden seçilir.

CN110777529 (A) yayın numaralı patent başvurusu ise, tekstil kumaşının teknik alanına aittir ve özellikle tekstil kumaşı için bir antibakteriyel madde hazırlama yöntemi ile ilgilidir. Hazırlama yöntemi, karıştırılmış monomerin, bir başlatıcının etkisi altında mikro küreler oluşturmak üzere polimerizasyon için bir hammadde olarak kullanılmasını içerir; tetrabutyl titanat, mikrokürelerin yüzeylerinde biriktirilecek nano titanyum dioksit oluşturmak için belirli etki altında reaksiyon için bir baz malzeme olarak kullanılır; oleik asit, ambalajlama için kullanılır, böylece dağılım iyileştirilir; gözenekli yüzeyleri ve içi boş iç kısımları olan yüksek aktiviteli titanyum dioksit partikülleri, kalsine etme yoluyla oluşturulur, böylece yapışma adsorptivitesi iyileştirilir ve antibakteriyel performans iyileştirilir; bor elementli antibakteriyel madde, trietanolamin ve borik asit ile reaksiyona girerek oluşturulur, gözenekli partiküllerin yüzeylerine aşılır ve içi boş kısımlarda adsorbe edilerek antibakteriyel performans artırılırken antibakteriyel süre uzatılır.

Buluşun Amacı

Buluşun ana amacı, polyester iplik ve kumaş gibi materyallere borik asit ile kazandırılan antibakteriyel özellik, asetik asitle yapılan nötralizasyon işlemi esnasında çektirme yöntemine göre verildiği için klasik yöntemle yapılan antibakteriyel bitim işlemlerine göre ek bir işlem adımı gerektirmemesidir. Bu sayede su, enerji, zaman ve kimyasaldan tasarruf sağlanmıştır.

Buluşun bir diğer amacı, borik asidin antiseptik, antibakteriyel, ferahlatıcı, rutubet ve kötü koku oluşumunu engelleme özelliklerinden faydalanılarak polyester esaslı iplik/kumaş gibi materyallere antibakteriyel özellik kazandırılmasıdır.

Buluşun bir diğer amacı, en zengin kaynakları Türkiye’de bulunan bor minerallerinin tekstil alanında antibakteriyel bitim işlemlerinde kullanılan konvansiyonel materyallere alternatif olarak tercih edilebileceğinin tespit edilmiş olmasıdır. Ayrıca borik asit ile

yapılan antibakteriyel bitim işlemi, konvansiyonel olarak kullanılan kimyasalları ile yapılan antibakteriyel bitim işlemlerine göre daha ekolojiktir.

Buluşun bir diğer amacı, antibakteriyel bitim işlemlerinde konvansiyonel olarak kullanılan maddelere oranla borik asitle yapılan işlemin maliyetinin daha düşük olmasıdır.

Şekillerin Açıklaması

Şekil 1, konvansiyonel dispers boyama ve antibakteriyel bitim işlemi uygulanmak istenirse uygulanacak işlem adımlarını gösteren proses akış şemasıdır (Önceki Teknik).

Şekil 2, buluş konusu yöntemle ait işlem adımlarını gösteren proses akış şemasıdır.

10 Buluşun Detaylı Açıklanması

Şekil 1, önceki tekniğe ait proses akış şeması olup, konvansiyonel dispers boyama ve antibakteriyel bitim işlemi uygulanmak istenirse uygulanacak işlem adımlarını göstermektedir.

Şekil 2 ise buluş konusu yöntemle ait işlem adımlarını gösteren proses akış şemasıdır.

15 Buluş konusu yöntemin, önceki teknikte uygulanan yöntemle göre en önemli teknik farkı; polyester iplik ve kumaş gibi materyallere borik asit ile kazandırılan antibakteriyel özellik, asetik asitle yapılan nötralizasyon işlemi esnasında çektirme yöntemine göre verildiği için klasik yöntemle yapılan antibakteriyel bitim işlemlerine göre ek bir işlem adımı gerektirmemesidir. Bu sayede su, enerji, zaman ve kimyasaldan tasarruf sağlanmıştır.

20 Buluş konusu üretim yöntemi sayesinde proses sayısı 5'den 4'e düşürülmüş olup, buluş konusu yöntemde nötralizasyon ve antibakteriyel bitim işlemleri aynı proses içinde gerçekleştirilmektedir.

Buluş konusu yöntemde kullanılan kimyasal maddelerin özellikleri ve görevleri aşağıda verilmiştir.

Rucogal Star: Disperge edici ve egalize etme özelliklerine sahip kimyasal maddedir. Dispers boyama işleminde yardımcı kimyasal olarak kullanılmaktadır.

Asetik Asit: Asetik asit veya etanoik asit CH_3COOH formüllü bir organik asittir, sirkeye ekşi tadını ve keskin kokusunu vermesiyle bilinir. Suda tamamen çözünür. Tekstil terbiye ve boyama işlemlerinde çözelti pH' ını ayarlamak için kullanılmaktadır.

Dispers Boyarmadde: Polyester esaslı tekstil materyallerinin boyanmasında kullanılmaktadır. Dispers boyar maddeleri, polyester lifleri üzerinde uygun haslık değerlerine ve yeterli renk paletine sahiptir.

Roge Con M-Fas: Redüktif yıkama işleminde polyester materyalinin üzerinde kalan boyarmadde moleküllerini parçalayabilmek için kullanılan indirgen özellikli kimyasaldır.

NaOH: Kostik ve kostik soda olarak da bilinen sodyum hidroksit, NaOH formülüne sahip bir inorganik bileşiktir. Suda kolaylıkla çözünür ve yumuşak kaygan ve sabun hissi veren bir çözelti oluşturur. Çözeltilerin pH' ını ayarlama için kullanılmaktadır.

Borik Asit: Borik asit, (borasis asit ya da ortoborik asit olarak da adlandırılır) borun zayıf bir asididir. Kimyasal formülü H_3BO_3 şeklinde yazılır ve beyaz toz halinde suda çözünebilir formda bulunur. Borik asit, kolemanit cevheri ile sülfürik asidin veya boraks ile bir mineral asidin reaksiyona girmesi ile elde edilir. Antibakteriyel özellik kazandırmak için kullanılmıştır.

Buluş konusu yöntemine ait proses adımları aşağıda sırasıyla açıklanmıştır.

- Konvansiyonel olarak polyester esaslı materyallere yapılan dispers boyarmadde ile boyama işleminden hemen sonra redüktif yıkama işlemi yapılmıştır. İşlem $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve 20 dakika sürmüştür. Daha sonra kazan boşaltılmıştır.
- Redüktif yıkamadan sonra kazana yeni su alınıp nötralizasyon işlemi yapılmıştır.
- Nötralizasyon işlemi esnasında materyal (iplik/kumaş) ağırlığına göre % 2 konsantrasyonda borik asit nötralizasyon çözeltisine eklenmiş ve asetik asit

ile çözelti pH'ı 5'e ayarlanmıştır. Hazırlanan çözelti 10 dakika boyunca 1000 devir/dakika hızla karıştırılmıştır.

- Çözelti karıştırıldıktan sonra ana kazana transfer edilmiştir.
- Ana kazandaki çözeltinin sıcaklığı 2 °C/dk sıcaklık artışıyla 40 °C' ye ayarlanmıştır. Materyaller borik asitli çözeltiyle 20 dakika işleme tabi tutulmuştur.
- Kazan boşaltılmış ve yıkama yapılmamıştır. Daha sonra materyal kumaş ise 100-180 °C'de 1-2 dakika bekletilmesi, iplik ise önce santrifüj sonra da RF kurutma işlemi uygulanmıştır.

- 10 Üretimin antibakteriyel özellik sağlaması için nötralizasyon ve antibakteriyel bitim işleminde pH 5, 20-40 dakika ve 40-80 °C' de yapılabilir olduğu belirlenmiştir.

Buluş konusu yöntemin uygulanması sırasında dikkate edilecek diğer konular aşağıda açıklanmıştır.

- Ortamın pH'ının dikkatle kontrol edilmesi gerekmektedir. pH ayarlaması borik asit eklendikten sonra pH 5 olacak şekilde ayarlanmalıdır.
- Karıştırma kazanında borik asit içerikli çözelti 1000 devir/dk hızda 10 dakika karıştırılmalıdır.
- Sıcaklık ve süre dikkatle ayarlanmalı ve artış hızı sabit tutulmalıdır.
- İşlem sonunda kazan yıkama işlemi yapılmadan boşaltılmalıdır. Materyale uygun makinada (Ramöz, RF kurutucu) kurutma ve fikse işlemleri uygulanmalıdır.

Buluşumuzda uygulanan yöntem haricinde borik asit ile antibakteriyel bitim işlemi polyester içerikli kumaşlara emdirme, kaplama ve püskürtme yöntemleri ile kazandırılabilir. Ayrıca emdirme ve çektirme yöntemlerinde çapraz bağlayıcı eklenerek antibakteriyel özelliğin yıkama dayanımı arttırılabilir.

- 25 Ayrıca pamuk, viskon, poliamid vb. içerikli kumaşlara da emdirme, çektirme, kaplama ve püskürtme yöntemleri kullanılarak borik asit ile antibakteriyel özellik kazandırılabilir.

Borik asit ile yapılan antimikrobiyal bitim işlemi çalışmasının ASTM E-2149 standardına göre sonucu karşılaştırıldığında her iki kimyasalında gram negatif E. Coli ve gram pozitif S. Aureus bakterilerine karşı iyi seviyede antibakteriyel özellik gösterdiği sonucuna varılmıştır. Bakteri azalma oranı E. Coli bakterisinde % 72.34 ve S. Aureus bakterisinde ise % 100 olarak elde edilmiştir. Borik asit kimyasalının bakteriyostatik özellikte olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca uygulanan işlemlerin materyallerin performans testleri üzerinde de herhangi bir olumsuz etkisinin olmadığı tespit edilmiştir.

Polyester Materyallerinin Dispers Boyarmaddeleri ile Boyanması

- Rucogal Star 0,8 g/lit
- Asetik Asit 1 g/lit
- Dispers Boyarmadde % x (İsteğe Göre)
- 130 °C, 140-240 Dakika (Esas boyama işlemi 50-60 dakika sürmekte ancak ön yıkamalar ve sıcaklık artış süreleri dahil süre)

**Redüktif Yıkama**

- Roge Con M-Fas 3 g/lit
- NaOH 2 g/lit
- 80 °C, 20 Dakika

**Nötralizasyon İşlemi**

- Asetik Asit 1,5 g/lit
- 40 °C, 20 Dakika

**Antibakteriyel Bitim İşlemi**

Ticari antibakteriyel kimyasalları materyalin % x ağırlığına (çektirme) veya çözelti miktarına göre x gr/lit (emdirme)

pH ayarlama kimyasalları % ağırlığına (çektirme) veya çözelti miktarına göre gr/lit (emdirme)

40-80 °C, 20-60 Dakika

**Kurutma ve Fikse İşlemi**

- 100-180 °C, 1-2 Dakika (Kumaş)
- Santrifüj ve RF Kurutma (İplik)

Şekil 1 (ÖNCEKİ TEKNİK)

Polyester Materyallerinin Dispers Boyarmaddeleri ile Boyanması

- Rucogal Star 0,8 g/lit
- Asetik Asit 1 g/lit
- Dispers Boyarmadde % x (İsteğe Göre)
- 130 °C, 140-240 Dakika (Esas boyama işlemi 50-60 dakika sürmekte ancak ön yıkamalar ve sıcaklık artış süreleri dahil süre)



Redüktif Yıkama

- Roge Con M-Fas 3 g/lit
- NaOH 2 g/lit
- 80 °C, 20 Dakika



Nötralizasyon ve Antibakteriyel Bitim İşlemi

- Asetik Asit 1,5 g/lit
- Borik Asit % 2
- 40 °C, 20 Dakika



Kurutma ve Fikse İşlemi

100-180 °C, 1-2 Dakika (Kumaş)

Santrifüj ve RF Kurutma (İplik)

Şekil 2